

出口乳及乳制品中噻菌灵残留量检验方法
荧光分光光度法

Method for the determination of thiabendazole residues
In milk and milk products for export
-Fluorescence spectrophotometry

SN 0606—1 996

前言

本标准是根据GB/T1.1—1993《标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定》及SN/T 0001—1995《出口商品中农药、兽药残留量及生物毒素检验方法标准编写的基本规定》的要求而进行编写的。其中测定方法是参考国内外有关文献，经研究、改进和验证后制定。本标准同时制定了抽样和制样方法。

测定低限是根据国际上对鲜乳中噻菌灵残留量的最高限量和测定方法的灵敏度而制订的。

本标准的附录A为提示的附录。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出并归口。

本标准负责起草单位：中华人民共和国广东进出口商品检验局。

本标准主要起草人：张思群、李辉、梁伟大。

本标准系首次发布的行业标准。

1 范围

本标准规定了出口乳及乳制品中噻菌灵残留量检验的抽样、制样和荧光分光光度测定方法。

本标准适用于出口鲜乳中噻菌灵残留量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过50 000瓶为一检验批。

同一检验批的商品应具有相同的特征，如包装、标记、产地、规格和等级等。

2.2 抽样数量

批量，瓶	最低抽样数，瓶
10000以下	2
10000～20000	3
20001～30000	4
30001～40000	5
40001～50000	6

2.3 抽样方法

按2.2规定的抽样瓶数随机抽取，在所取的样瓶上标明记号，及时送实验室。

2.4 试样制备

将所取回的样瓶，充分混匀，分取约250mL作为试样。装入洁净的容器内，密封，标明标记。

2.5 试样保存

将试样于－5℃以下保存。

注：在抽样和制样的操作过程中，必须防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

用氢氧化钾皂化试样中的脂肪，用乙酸乙酯提取噻菌灵，再用盐酸溶液抽提乙酸乙酯提取液中噻菌灵。用荧光分光光度法测定，标准曲线法定量。

3.2试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水。

3.2.1 氢氧化钾溶液：50% (m/V)水溶液。

3.2.2 氢氧化钾溶液，0.05% (m/V)水溶液。

3.2.3盐酸溶液：0.1 mol/L。

3.2.4 乙酸乙酯。

3.2.5 噻菌灵标准品：纯度≥99%。

3.2.6 噻菌灵标准溶液：准确称取适量的噻菌灵标准品，用盐酸溶液配成浓度为0.100mg/mL的标准贮备液。根据需要再用盐酸溶液稀释成适当浓度的标准工作溶液。

3.3仪器和设备

3.3.1 荧光分光光度计。

3.3.2 冷凝管。

3.3.3分液漏斗：125mL。

3.3.4 锥形瓶，100mL，具磨口。

3.3.5 电热水浴锅。

3.3.6 容量瓶：10mL。

3.4 测定步骤

3.4.1 皂化

称取试样10g(精确至0.1 g)于锥形瓶中，加入7mL氢氧化钾溶液(3.2.1)，接上冷凝管，在沸腾的水浴上回流皂化40min，取下，充分冷却。

3.4.2 提取

将皂化液移入分液漏斗中，用10mL水洗涤锥形瓶，洗液并入同一分液漏斗。加入15mL乙酸乙酯，轻摇0.5 min，静止分层。将水层转入另一分液漏斗，用15 mL乙酸乙酯再提取一次，剧烈振荡1min，静止分层。合并乙酸乙酯提取液。

3.4.3 净化

用20mL氢氧化钾溶液(3.2.2)洗涤乙酸乙酯提取液，剧烈振荡1min，分层后，弃去水层。再加入20mL氢氧化钾溶液(3.2.2)轻摇洗涤一次，弃去水层。用2×5mL盐酸溶液(0.1 mol/l)提取乙酸乙酯层。合并盐酸提取液于10mL容量瓶中，并用盐酸溶液(0.1mol/L)定容。供荧光分光光度法测定。

3.4.4 测定

3.4.4.1 荧光分光光度法测定条件

激发波长：307nm；发射波长：359nm。不同型号仪器，可根据实际情况调节，以获得最佳激发波长和发射波长。

3.4.4.2 标准曲线的绘制

分别吸取0.2，0.5，1.0，5.0和10.0mL标准工作溶液至一组10mL容量瓶中，用盐酸溶液(0.1mol/L)定容，于荧光分光光度计上测定各荧光吸光度，以荧光吸光度对噻菌灵浓度绘制标准曲线。标准品的荧光吸光度扫描图见附录A中图A1。

3.4.4.3 样液测定

取3.4.3中定容后的样液，于荧光分光光度计上测定样液的荧光强度。从标准曲线上查得样液中噻菌灵浓度。

3.4.5 空白试验

除不加试样外，均按上述测定步骤进行。

3.5 结果计算和表述

按式(1)计算试样中噻菌灵的残留含量：

$$X=\frac{c \bullet V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：X—试样中噻菌灵含量，mg/kg；

c—从标准曲线上查得的样液中噻菌灵的浓度，μg/mL；

V—定容后样液的体积，mL；

m—试样的重量，g。

注：计算结果需将空白值扣除。

4 测定低限、回收率

4.1 测定低限

本方法的测定低限为0.02mg/kg。

4.2 回收率

回收率的实验数据：

噻菌灵的添加浓度在0.02mg/kg时，回收率为102%；

噻菌灵的添加浓度在0.10mg/kg时，回收率为96.5%；

噻菌灵的添加浓度在0.50mg/kg时，回收率为99.6%。

附 录 A
(提示的附录)
标准品荧光吸光度扫描图

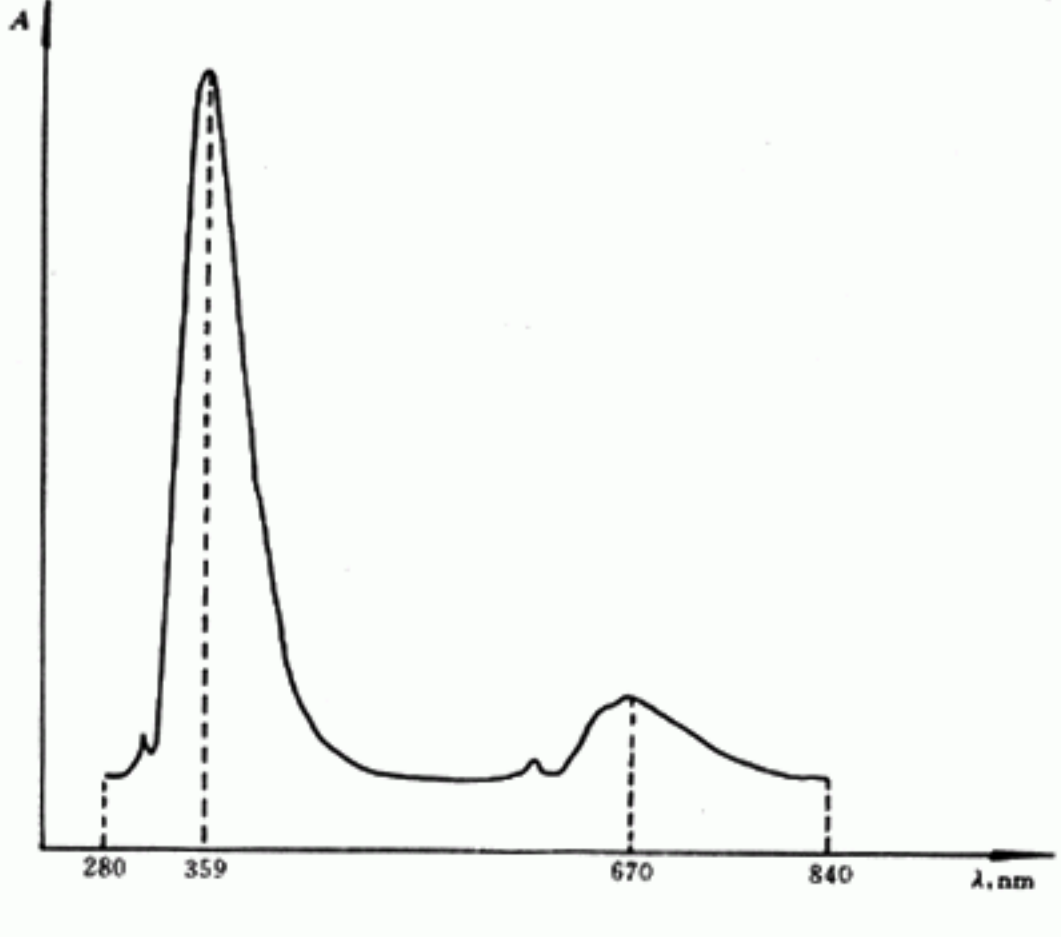


图 A1 噻菌灵标准品荧光吸光度扫描图