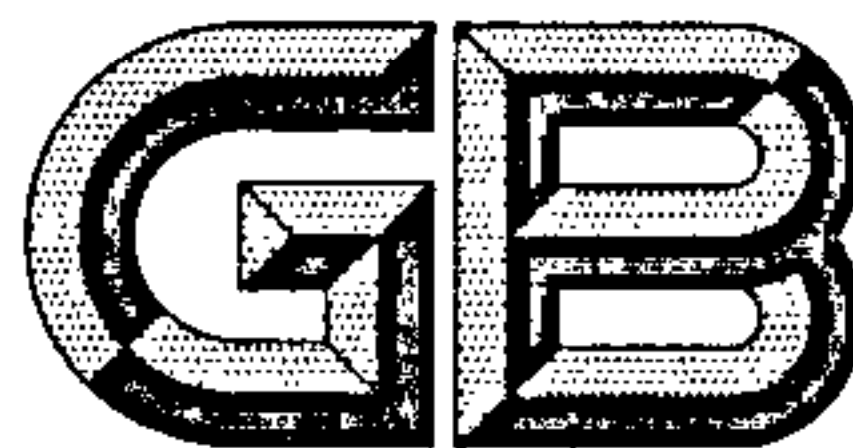




中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.188—2003
部分代替 GB/T 5009.38—1996

蔬菜、水果中甲基托布津、多菌灵的测定

Determination of thiophanate-methyl, carbendazim
in vegetables and fruits

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.38—1996《蔬菜、水果卫生标准的分析方法》中 4.7 甲基托布津、多菌灵的测定。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

蔬菜、水果中甲基托布津、多菌灵的测定

1 范围

本标准规定了蔬菜、水果中甲基托布津、多菌灵的测定方法。

本标准适用于蔬菜、水果中甲基托布津、多菌灵的测定。

2 原理

用甲醇自试样中提取出甲基托布津,在 pH 1~2 时,用二氯甲烷提取,甲基托布津经闭环反应转变为多菌灵,提纯后,用紫外分光光度法进行定量测定。多菌灵经提取后可直接测定吸光度而进行定量。

定量时为了排除各种作物中的干扰影响,采用作图法,求得校正吸光度,再根据校正吸光度和甲基托布津或多菌灵的关系绘制成标准曲线。

多菌灵具有苯并咪唑的特异吸收,植物成分干扰不大。

3 试剂

3.1 甲醇

3.2 二氯甲烷。

3.3 三氯甲烷。

3.4 石油醚:沸程 30℃~60℃。

3.5 乙酸-乙酸铜溶液:称取 2 g 乙酸铜,加 100 mL 冰乙酸,稍加热溶解,用水稀释至 200 mL。

3.6 盐酸(1+11):量取盐酸 90 mL,加水稀释至 1 000 mL。

3.7 氢氧化钠溶液(80 g/L):称取 8 g 氢氧化钠,加水溶解并稀释至 100 mL。

3.8 氢氧化铵溶液(1+7):量取氨水 10 mL,加水稀释至 80 mL。

3.9 氯化钠溶液(100 g/L)。

3.10 甲基托布津标准溶液:准确称取 50.0 mg 甲基托布津,置于烧杯中,用三氯甲烷溶解并移至 50 mL 容量瓶中,稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 1.0 mg 甲基托布津。

3.11 甲基托布津标准使用液:吸取 10.0 mL 甲基托布津标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,加三氯甲烷稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 100.0 μg 甲基托布津。

3.12 多菌灵标准溶液:准确称取 50.0 mg 多菌灵置于烧杯中,用盐酸(1+11)溶解移入 50 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 1.0 mg 多菌灵。

3.13 多菌灵标准使用液,吸取 10.0 mL 多菌灵标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加盐酸(1+11)稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 100.0 μg 多菌灵。

4 仪器

4.1 紫外分光光度计。

4.2 空气冷凝管,或用 60 cm 长的玻璃管(自制)。

5 分析步骤

5.1 标准曲线的制备

5.1.1 甲基托布津标准曲线:吸取 0、0.10、0.30、0.50 mL 甲基托布津标准使用液(相当于 0、10、30、50 μg 甲基托布津),分别置于 30 mL 圆底离心管中,挥干溶剂后,各加 10 mL 乙酸-乙酸铜溶液及 2 粒

玻璃珠,接上空气冷凝管,小火缓缓煮沸 0.5 h,取下,用 20 mL 盐酸(1+11)从冷凝管顶端洗涤冷凝管和圆底离心管,并移入 125 mL 分液漏斗中,用二氯甲烷提取二次,每次 10 mL,弃去二氯甲烷层,酸溶液中加入 25 mL 氢氧化钠溶液(80 g/L)至 pH 6.0~6.5(pH 试纸试),用二氯甲烷提取二次,每次 20 mL,合并二氯甲烷提取液,用 10 mL 水洗涤一次,静置分层后,将二氯甲烷层分入另一个干的分液漏斗中,准确加入 10 mL 盐酸(1+11),振摇 5 min,静置分层后,盐酸提取液用 1 cm 石英比色杯,以盐酸(1+11)调节分光光度计零点,测读 250 nm~300 nm 的吸光度,以波长为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制吸收图谱。将图谱上 260 nm 和 290 nm 吸光度读数点连成直线,设直线上 282 nm 的吸光度为 A' ,吸收图谱上 282 nm 的吸光度为 A ,两者之差为 ΔA ($\Delta A = A - A'$,为校正吸光度)。再以校正吸光度为纵坐标,甲基托布津的含量为横坐标,绘制各甲基托布津标准点 ΔA 值的标准曲线。

5.1.2 多菌灵标准曲线:吸取 0、0.10、0.30、0.50 mL 多菌灵标准使用液(相当 0、10、30、50 μg 多菌灵),置于盛有 20 mL 盐酸(1+11)的分液漏斗中,各用二氯甲烷提取二次,每次 10 mL,弃去二氯甲烷层,水溶液用氢氧化铵(1+7)中和到 pH 为 6.0~6.5(pH 试纸试),用二氯甲烷提取二次,每次 20 mL,提取液用 10 mL 水洗涤一次,以下按 5.1.1 甲基托布津标准曲线自“将二氯甲烷层分入另一个干的分液漏斗中,准确加入 10 mL 盐酸(1+11)”起依法操作,并绘制吸收图谱,计算出 ΔA 值后,绘制多菌灵的标准曲线。

5.2 试样的提取和分离

称取 50.0 g 切碎、混匀的试样,加 50 mL 甲醇振摇 0.5 h,用布氏漏斗抽滤,容器和滤器用甲醇洗涤二次,每次 15 mL~20 mL,抽干后,滤液移入烧杯中,抽滤瓶用约 10 mL 水洗涤,洗液并入滤液内,在水浴上用空气流吹去部分甲醇后,移入分液漏斗中,加 30 mL 氯化钠溶液(100 g/L),用石油醚振摇提取二次,每次 25 mL,弃去石油醚,加盐酸酸化至 pH 为 1~2(用 pH 试纸试),用二氯甲烷提取二次,每次 25 mL,合并二氯甲烷提取液,用 25 mL 水洗涤一次分出二氯甲烷层留作甲基托布津测定用。水洗涤液合并入水层,留作多菌灵测定用。

5.3 甲基托布津的测定

二氯甲烷提取液自然挥干后,用 10 mL 乙酸-乙酸铜溶液分次溶解残渣,并移入 30 mL 圆底离心管中,加 2 粒玻璃珠,以下按 5.1.1 自“接上空气冷凝管”起依法操作,计算出试样的 ΔA 值,再与甲基托布津的标准曲线比较,计算试样中的含量。

5.4 多菌灵的测定

取 5.2 中留作多菌灵测定的水溶液,用氢氧化铵(1+7)中和至 pH 6.0~6.5,然后按 5.1.2 多菌灵标准曲线自“用二氯甲烷提取二次”起依法操作,计算出试样中的 ΔA 值,再与多菌灵标准曲线比较,计算试样中的含量。

甲基托布津在植物中的主要代谢物是多菌灵,是甲基托布津水解和闭环所形成,因而目前甲基托布津的残留量是以这两个化合物测得的残留量之和表示。

6 结果计算

试样中甲基托布津和多菌灵含量按下式计算:

$$X = \frac{(m_1 + m_2) \times 1\,000}{m \times 1\,000}$$

式中:

X ——试样中甲基托布津和多菌灵含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_1 ——测定用试样中甲基托布津的质量,单位为微克(μg);

m_2 ——测定用试样中多菌灵的质量,单位为微克(μg);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到两位有效数字。

7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

8 其他

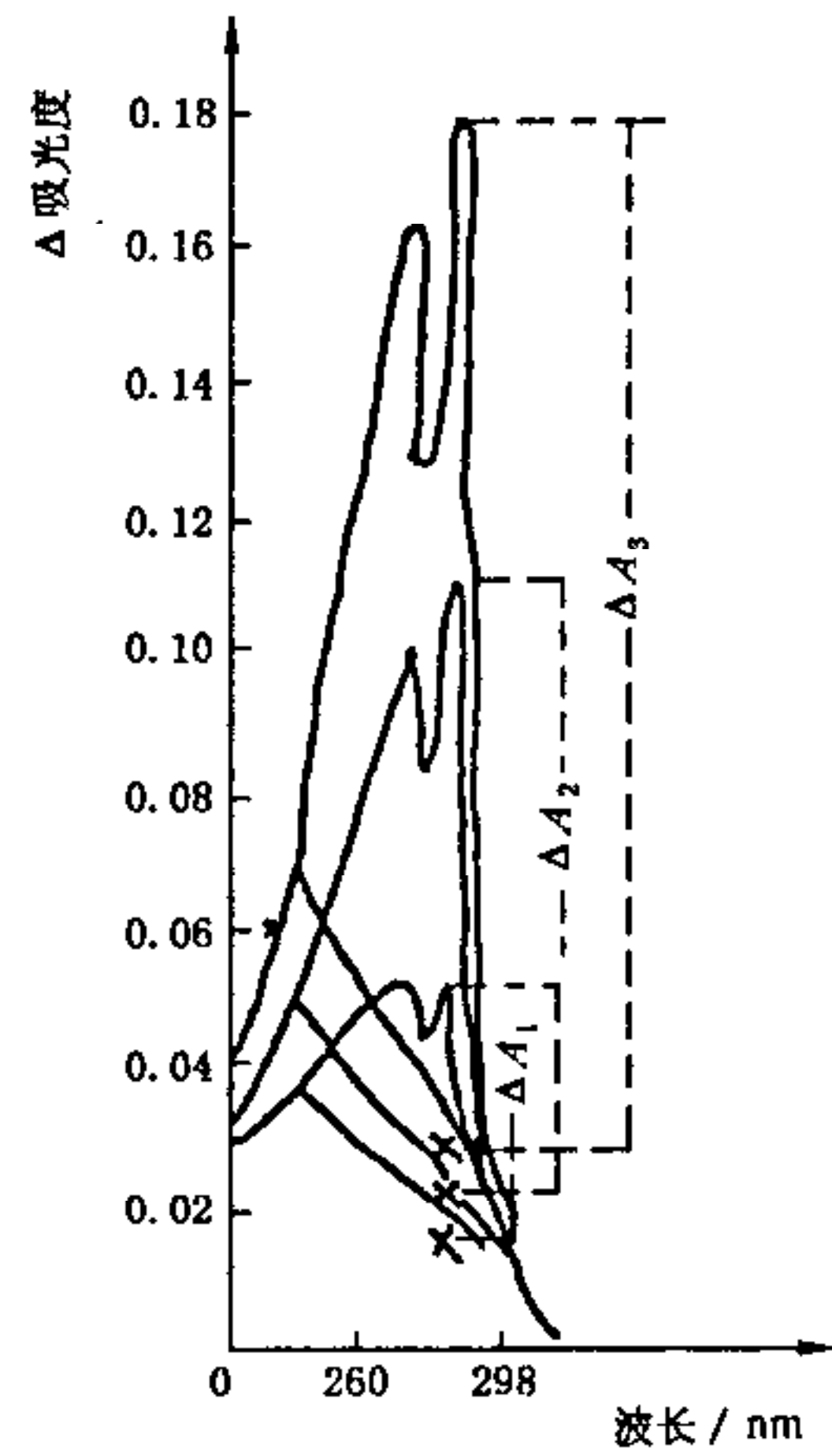


图 1 甲基托布津标准紫外吸收光谱

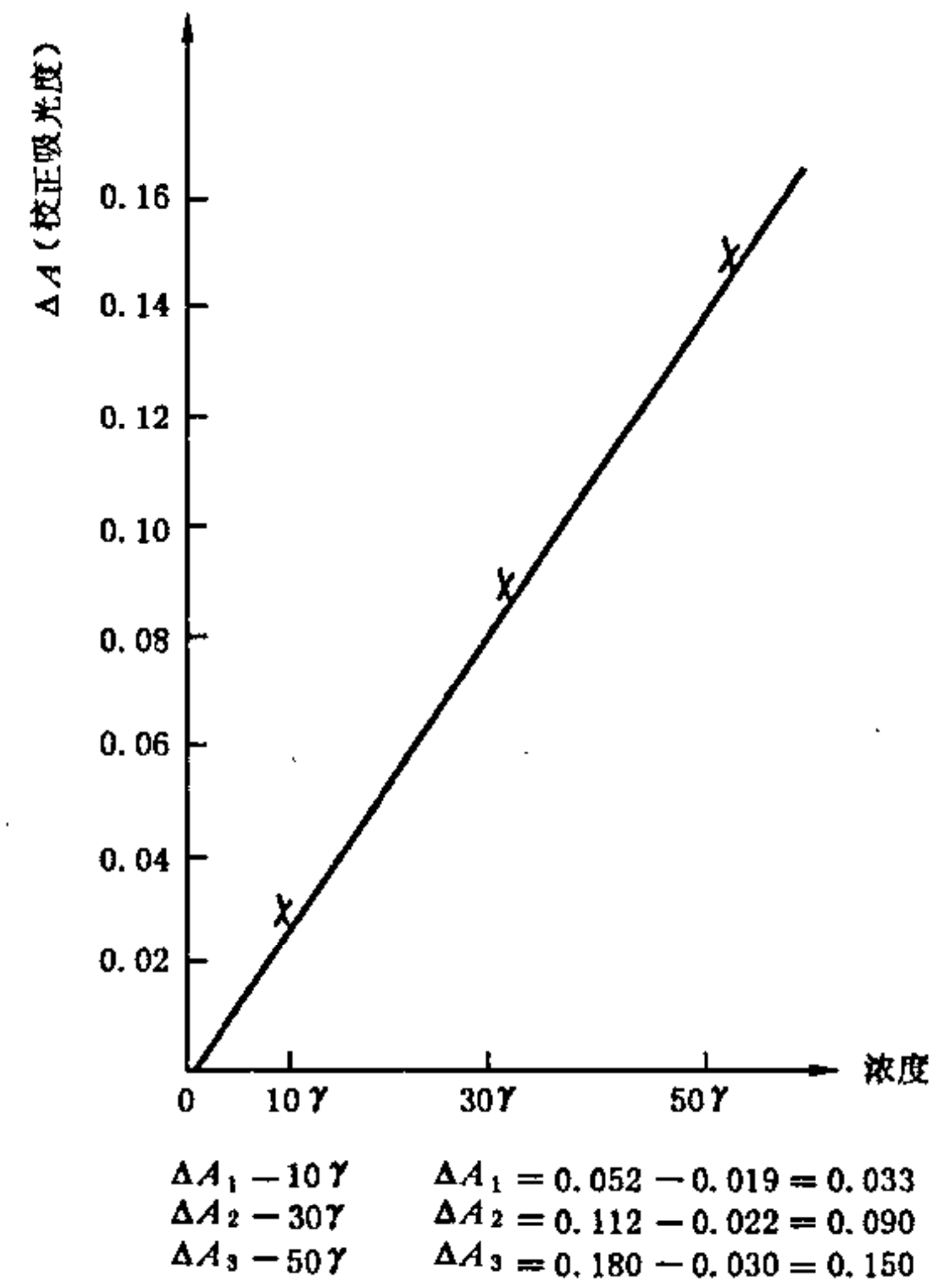


图 2 甲基托布津标准曲线