

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由农业部农业环境质量监督检验测试中心(武汉)负责起草。

本标准主要起草人:姜达炳、项雅玲、樊丹、林匡飞、李峰、胡明辰、卢耀英、金霞、张文。

本标准由农业部委托技术归口单位农业部农业环境质量监督检验测试中心(武汉)负责解释。

茶叶中甲萘威、丁硫克百威、多菌灵、 残杀威和抗蚜威的最大残留限量

1 范围

本标准规定了茶叶中甲萘威、丁硫克百威、多菌灵、残杀威和抗蚜威的最大残留限量和检验方法。本标准适用于各类作为饮品的茶叶产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 8302 茶 取样

3 要求

残留限量指标见表 1。

表 1 茶叶中甲萘威、丁硫克百威、多菌灵、残杀威和抗蚜威的最大残留限量

项 目	指标/(mg/kg)
甲萘威(carbaryl)	5
丁硫克百威(carbosulfan)	1
多菌灵(carbendazim)	5
残杀威(propoxur)	1
抗蚜威(pirimicarb)	1
注:丁硫克百威包括其代谢产物 3-羟基-呋喃丹和呋喃丹,以丁硫克百威计。	

4 检验方法

4.1 取样

按 GB/T 8302 茶叶取样方法执行。

4.2 检验

茶叶中甲萘威、丁硫克百威、多菌灵、残杀威和抗蚜威的检测方法按附录 A 执行。

附 录 A

(规范性附录)

茶叶中甲萘威、丁硫克百威、多菌灵、
残杀威和抗蚜威残留量的测定方法

A.1 原理

含有甲萘威、丁硫克百威、多菌灵、残杀威和抗蚜威的茶叶样品经有机溶剂提取,弗罗里硅土净化,浓缩、定容,经高效液相色谱仪反相烷基(C₁₈)色谱柱分离后,在紫外检测器 280 nm 处检测,用外标法定量。

A.2 试剂

除特别注明外,所有试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

A.2.1 苯。

A.2.2 无水硫酸钠:120℃干燥 4 h。

A.2.3 弗罗里硅土(60目~80目):使用前经 120℃干燥 4 h,加入 5%蒸馏水,摇匀,放置过夜后使用。

A.2.4 二氯甲烷。

A.2.5 甲醇:优级纯。

A.2.6 农药标准品:

甲萘威 ≥99%;

残杀威 ≥99%;

抗蚜威 ≥99%;

丁硫克百威 ≥98%;

多菌灵 ≥98%。

A.2.7 标准溶液的配制:农药标准品均用甲醇溶解配制成 10.0 mg/mL 的混合标准溶液,贮于冰箱保存备用,使用时用甲醇稀释成 10 μg/mL 的标准使用液。

A.3 仪器与设备

A.3.1 高效液相色谱仪:带紫外检测器。

A.3.2 溶液过滤器。

A.3.3 超声波仪:用于流动相脱气。

A.3.4 KD 浓缩器或旋转蒸发器。

A.4 分析步骤

A.4.1 提取

将茶叶样品粉碎过 40 目筛,称取 20.0 g 试样于 250 mL 具塞锥形瓶,准确加入 50 mL 苯,浸泡过

夜,次日振荡提取 1 h,提取液过滤。

A.4.2 净化

取 1.5 cm 层析柱,先装脱脂棉少许(柱两头装 2 cm 高无水硫酸钠,中间装弗罗里硅土),装好的柱子先用 20 mL 二氯甲烷预淋洗,弃去淋洗液,然后将 5 mL 样品提取液倒入层析柱,用 70 mL 二氯甲烷少量多次淋洗,收集全部淋洗液。用 KD 浓缩器进行浓缩近干(水浴温度 30℃),然后用甲醇溶解残余物,并定容到 50 mL。定容后用 0.5 μm 滤纸借助于注射器过滤,滤液待测。

A.5 测定

A.5.1 用带紫外检测器的高效液相色谱仪进行测定。

A.5.2 液谱参考条件:

色谱柱:NOVA-PAK C₁₈ 3.9 mm×150 mm,5 μm;

紫外检测:波长 280 μm;

柱温:30℃;

进样量:10 μL;

流动相:20%乙腈-水(体积比)→70%乙腈-水(体积比)梯度洗脱分离;

流速:1.0 mL/min。

A.6 计算

采用外标法,峰面积积分与标准溶液比较定量。计算见式(A.1)。

$$c_x = \frac{h_x \cdot c_s \cdot V_x}{h_s \cdot m} \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

c_x ——样品中农药含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

h_x ——样品溶液峰面积;

c_s ——标准溶液浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_x ——样品的定容体积,单位为升(L);

h_s ——标准溶液峰面积;

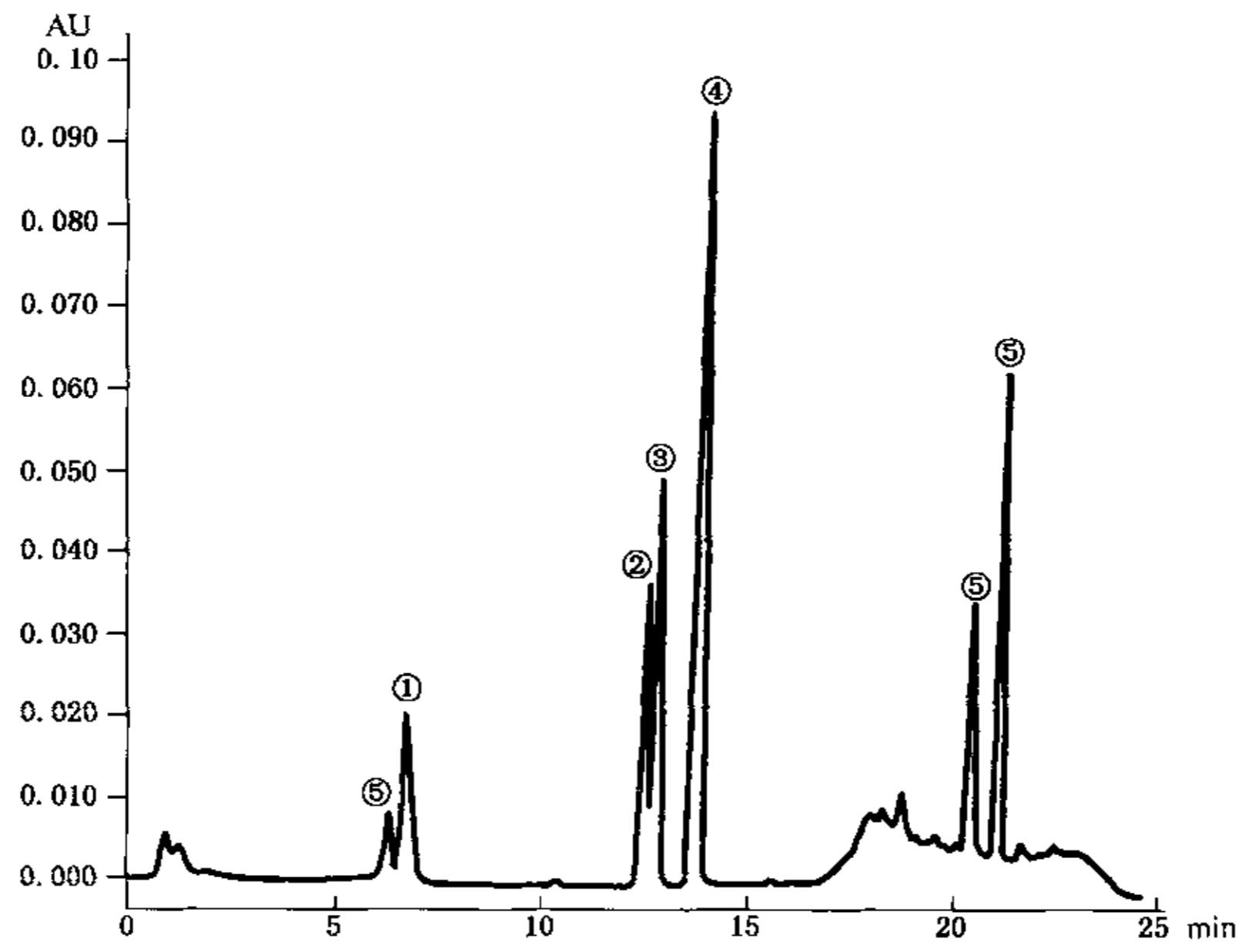
m ——样品质量,单位为千克(kg)。

A.7 其他

本方法最低检出浓度分别为:

多菌灵 0.2 mg/kg; 残杀威 0.1 mg/kg; 抗蚜威 0.1 mg/kg; 甲萘威 0.4 mg/kg; 丁硫克百威 0.2 mg/kg。

甲萘威等五种农药图谱见图 A.1。



出峰时间:①多菌灵:6.75 min;②残杀威:12.67 min;③抗蚜威:12.94 min;④甲萘威:13.90 min;⑤丁硫克百威:呋喃丹 6.4 min,丁硫克百威 20.6 min,3-羟基-呋喃丹 21.32 min。

图 A.1 甲萘威等五种农药图谱