

中华人民共和国农业行业标准

NY 661—2003

茶叶中氟氯氰菊酯和氟氰戊菊酯的 最大残留限量

Maximum residue limits of cyfluthrin and flucythrinate in tea

2003-04-01 发布

2003-05-15 实施

中华人民共和国农业部 发布

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、甘小泽、林匡飞、任耀武。

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。

茶叶中氟氯氰菊酯和氟氰戊菊酯的 最大残留限量

1 范围

本标准规定了各类茶叶产品中氟氯氰菊酯和氟氰戊菊酯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 茶叶中氟氯氰菊酯和氟氰戊菊酯的最大残留限量

项 目	指标/(mg/kg)
氟氯氰菊酯(cyfluthrin)	1
氟氰戊菊酯(flucythrinate)	1

4 检验方法

4.1 取样

按 GB/T 8302 茶叶取样方法执行。

4.2 检验方法

茶叶中氟氯氰菊酯和氟氰戊菊酯残留量检测按附录 A 执行。

附录 A

(规范性附录)

茶叶中氟氯氰菊酯和氟氰戊菊酯残留量的测定方法

A.1 原理

茶叶样品中的氟氯氰菊酯和氟氰戊菊酯经提取、净化、浓缩后用带电子捕获器的气相色谱仪测定。氟氯氰菊酯和氟氰戊菊酯经色谱柱分离后进入到电子捕获检测器中,讯号经放大器,用记录器记录下峰高或峰面积,利用外标法定量。

A.2 试剂

A.2.1 石油醚:分析纯,30℃~60℃,重蒸。

A.2.2 丙酮:分析纯,重蒸。

A.2.3 无水硫酸钠:分析纯,550℃灼烧4 h,保存于干燥器中备用。

A.2.4 弗罗里硅土(60目~80目):620℃灼烧4 h备用,用前经130℃烘2 h,趁热加5%的水减活。

A.2.5 层析活性炭:130℃灼烧4 h后,保存于干燥器中备用。

A.2.6 脱脂棉:经正己烷洗涤后,干燥备用。

A.2.7 农药标准品:

氟氯氰菊酯 $\geq 99.4\%$;

氟氰戊菊酯 $\geq 98.3\%$ 。

A.2.8 标准液的配制:用重蒸的石油醚或丙酮分别配置氟氯氰菊酯100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、氟氰戊菊酯100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准液。分别吸取1 mL 氟氯氰菊酯、2 mL 氟氰戊菊酯的标准液于25 mL容量瓶中摇匀,配制成混合标准溶液。使用前取混合标准溶液0.5 mL于10 mL的容量瓶中,配制成含氟氯氰菊酯0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、氟氰戊菊酯0.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的工作液备用。

A.3 仪器与设备

A.3.1 气相色谱仪附电子捕获检测器。

A.3.2 高速组织捣碎机。

A.3.3 电动振荡器。

A.3.4 恒温水浴箱。

A.3.5 气流吹氮浓缩装置。

A.3.6 250 mL具塞三角烧瓶。

A.3.7 10 μL 注射器。

A.3.8 (25~30)cm \times 1.5 cm(内径),玻璃层析柱。

A.4 操作方法

A.4.1 提取

将茶叶样品粉碎后过 20 目筛,混匀。称取 5 g 置于 250 mL 具塞三角瓶中,加入石油醚 50 mL,振荡 30 min 或浸泡过夜,过滤,滤渣用 30 mL 石油醚洗涤两次,合并滤液转移到分液漏斗中,加入 50 mL 3% 氯化钠,充分摇匀,静置分层,取石油醚层,水相用 50 mL 石油醚再萃取两次,合并三次的石油醚萃取液经无水硫酸钠脱水后,浓缩至约 10 mL 待过柱用。

A. 4. 2 净化

玻璃层析柱底部塞经处理过的脱脂棉。依次从下至上加入 2 cm 无水硫酸钠,4 g 弗罗里硅土,0.02 g~0.03 g 层析活性炭粉(可视提取液颜色深浅适当增减层析炭粉的量),顶部再装 2 cm 无水硫酸钠,轻轻撞击使之充实。然后以 30 mL~35 mL 丙酮:石油醚(10:90,体积比)预淋洗、淋洗柱子,弃去淋出液,待石油醚层下降至无水硫酸钠层时,迅速将样品提取液加入,用丙酮:石油醚(10:90,体积比)20 mL~25 mL 分次冲洗烧杯后淋洗层析柱,收集全部淋出液于另一 150 mL 烧杯中。将烧杯置于 80℃ 水浴锅上,氮气流吹至体积 1 mL 左右,然后转移到 5 mL 具塞刻度试管中,再用石油醚少量多次冲洗烧杯,洗液倒入试管中,最终定容至 5 mL,待测。

A. 5 测定

A. 5. 1 用气相色谱仪附电子捕获检测器(ECD, Ni63)进行测定。

A. 5. 2 参考条件:

色谱柱:玻璃柱 3 mm(内径)×1.5 m 或 2 m,内填充 3%OV-101/Chromosorb W(AW-DMCS)80 目~100 目。

温度:进样口 260℃,检测器 280℃,柱温 245℃。

载气:氮气(≥99.99%),流速 70 mL/min。

A. 6 计算

结果计算用外标法定量,计算见式(A.1):

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

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_s ——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均为 0.001 mg/kg。

见图 A.1。

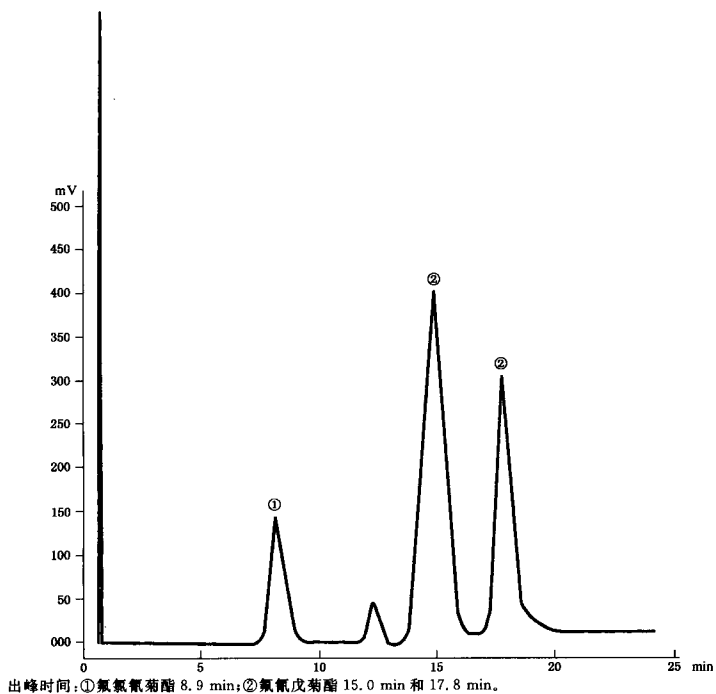


图 A. 1