

茶叶中二缩甲酰亚胺类农药残留量的测定

1、适用范围

本标准适用于茶叶中中乙烯菌核利、腐霉利、异菌脲残留量的测定。

参考标准《GB 23200.71-2016 食品安全国家标准 食品中二缩甲酰亚胺类农药残留量的测定》

2、溶液的配制

- 1) 丙酮-正己烷溶液(1:4): 取 100 mL 丙酮, 加入 400mL 正己烷, 摇匀备用。
- 2) 乙烯菌核利、腐霉利、异菌脲标准储备液: 准确称取适量乙烯菌核利、乙菌利、腐霉利、异菌脲标准品, 用丙酮配制成 100 μ g/mL 标准储备液, 标准储备溶液于 0~4 $^{\circ}$ C 避光保存。
- 3) 标准工作液: 准确移取标准贮备液 1mL, 用乙酸乙酯稀释至 10mL, 配置成 10 μ g/mL 的混合标准工作液。
- 4) 乙酸乙酯-环己烷 (1:1): 量取 100mL 乙酸乙酯和 100mL 环己烷, 混匀备用。

3、提取步骤

样品前处理: 将样品经搅拌机搅碎, 冷藏保存, 备用。

准确称取 2g 试样 (精确至 0.01g) 于 50 mL 离心管中, 加入 5mL 水, 浸泡 30min, 加入 20mL 丙酮-正己烷溶液, 加入 2 g 氯化钠, 以 10000 r/min 均质 1min, 提取液以 4000 r/min 的转速离心 5 min, 上清液经无水硫酸钠过滤并转入浓缩瓶中, 残渣中加入 20 mL 丙酮-正己烷溶液再提取一次, 合并提取液, 将提取液于 40 $^{\circ}$ C 下减压浓缩至近干, 用 10 mL 乙酸乙酯-环己烷溶解残渣, 待净化。



4、净化步骤

4.1、凝胶渗透色谱净化步骤：

GPC 仪器型号	月旭 GPC-1600 凝胶色谱仪
凝胶色谱柱	月旭 Bio-Beads S-X3 凝胶色谱柱，规格 25×400mm
流动相	乙酸乙酯-环己烷（1:1）
流速	5.0 mL /min
进样量	5.0mL
收集时间	16-25min

将待净化液经凝胶色谱柱以乙酸乙酯-环己烷（1:1）洗脱，流速 5mL/min，收集 15-25min 馏分。

4.2、小柱净化步骤：

将上述样品待净化液净化后收集的馏分在 40℃下旋蒸至干，用 3mL 丙酮-正己烷（1:4）溶解残渣，并加入到 Welchrom® Carb 固相萃取柱（货号：00517-20012）



中，收集；待提取液全部流出后，用 5mL 丙酮-正己烷（1:4）洗脱，保持 1mL/min 流速，收集全部流出液，用氮吹仪 40°C 下氮吹至干，用正己烷定容至 1.0mL，供气相-质谱联用仪检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：2g 样品中加入 100 μ L 10 μ g/mL 混合标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.5mg/kg，最终机度数为 0.5 μ g/mL。
- 2) 异菌脲基质标准工作液是用样品空白溶液配成不同浓度的基质标准工作液，用于做标准曲线。基质标准工作液现用现配。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS, 30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m
进样口温度	250°C
升温程序	70°C，保持 2min，以 20°C/min 升温至 230°C，保持 10min。
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	不分流进样
恒流模式	1.0mL/min
进样量	1 μ L

6.2 质谱条件



电离方式	电子轰击电离源（EI）
电离能量	70eV
传输线温度	250°C
离子源温度	230°C
四极杆温度	150°C
监测方式	乙烯菌核利：187/285/287 腐霉利：188/259/331 异菌脲：187/314/316
溶剂延迟	10min

7、色谱图或者加标回收率结果



图 1. 二缩甲酰亚胺类农药基质标准工作溶液 0.5 μ g/mL 图谱

表 1、出峰情况

物质	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
乙烯菌核利	11.373	M	0.024	282411	11.346	11.406
腐霉利	13.226	M	0.033	532277	13.179	13.266
异菌脲	19.447	M	0.075	146127	19.36	19.546



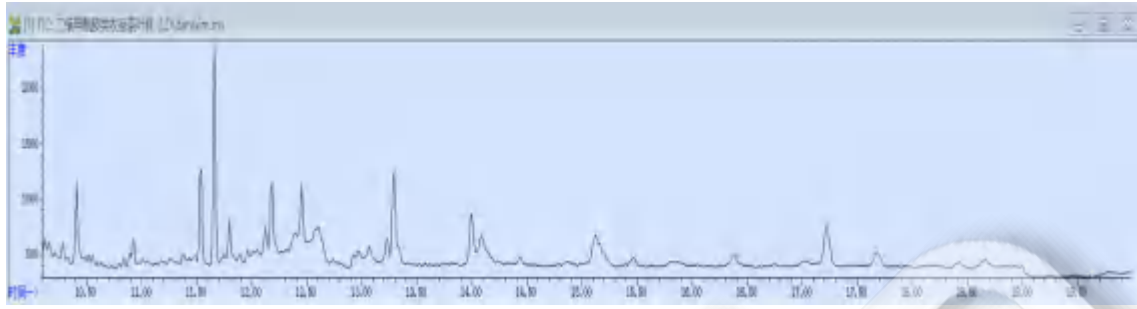


图 2. 茶叶样品空白图谱

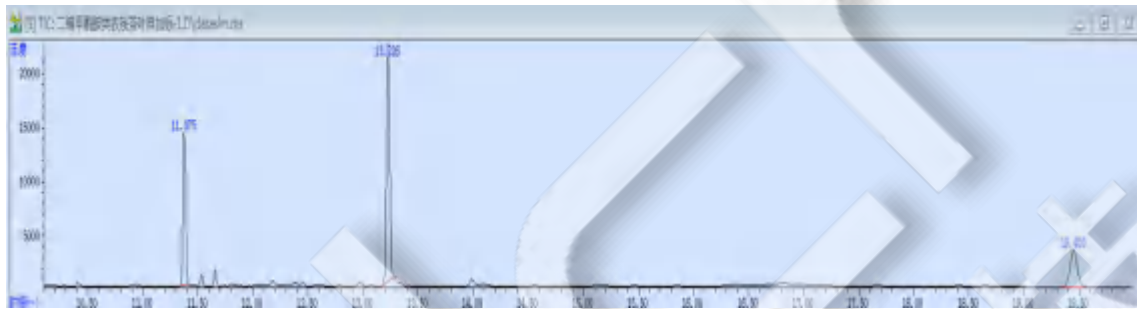


图 3. 茶叶样品加标 0.5mg/kg 图谱

表 2、加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
乙烯菌核利	0.5mg/kg	81.33%	2.31%
腐霉利	0.5mg/kg	82.25%	0.74%
异菌脲	0.5mg/kg	100.22%	4.40%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	Welch Bio-Beads SX3 400*25mm
00824-31001	固相萃取装置	Welch 固相萃取装置, 12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	Welchrom® 预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔



		6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	Welchrom® 2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS ,30m×0.25mm×0.25µm
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	Welchrom® 离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 50mL, 50/包
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	Welchrom® 离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 15mL, 50/包
00517-20012	SPE 小柱	Welchrom® Carb,250mg/3mL,50pk
00826-V004P100	乙烯菌核利标准品	A2S, CAS No.:50471-44-8,100mg
00826-P068P250	腐霉利标准品	A2S, CAS No.:32809-16-8,250mg
00826-I016P100	异菌脲标准品	A2S, CAS No.:36734-19-7,100mg

