

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1724—2009

茶叶中吡虫啉残留量的测定 高效液相色谱法

Determination of imidacloprid residue in tea by HPLC

2009-04-23 发布

2009-05-20 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部种植业司提出并归口。

本标准起草单位：安徽农业大学。

本标准主要起草人：宛晓春、侯如燕、蔡慧梅、朱旭君、吴慧平、张正竹、李大祥。

茶叶中吡虫啉残留量的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了茶叶中吡虫啉农药残留量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于茶叶中吡虫啉农药残留量的测定。

本标准方法的检出限为 0.05 mg/kg。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8302 茶 取样

3 原理

茶叶中的吡虫啉残留通过乙腈提取,再用碱性盐溶液萃取去除提取物中部分杂质,然后经固相萃取净化后,用配有紫外检测器的高效液相色谱仪在波长 270 nm 处测定,根据色谱峰的保留时间定性,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明,在分析中使用分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的至少二级的水。

4.1 乙腈:色谱纯。

4.2 磷酸:色谱纯。

4.3 ENVI-18 柱¹⁾, 3 mL, 0.5 g。

4.4 有机滤膜:孔径 0.45 μm。

4.5 吡虫啉农药标准物质:纯度大于 99%。

4.6 乙腈—水溶液[φ(CH₃CN+H₂O)=1+3]:乙腈与水按 1:3 体积比混合。

4.7 标准溶液

4.7.1 标准储备溶液:称取吡虫啉农药标准物质(4.5)10 mg 左右(精确至 0.10 mg)于 10 mL 容量瓶中,加乙腈(4.1)超声溶解,定容,配成质量浓度为 1 000 mg/L 左右的标准储备液, -18℃ 冰箱保存。

4.7.2 标准工作液:使用时根据检测需要稀释成不同浓度的标准工作液, 4℃ 冰箱保存。标准工作液避光 4℃ 保存,可使用 2 个月。

4.8 溶液 A:称取 0.8 g 氢氧化钠(NaOH)于 100 mL 烧杯中,加入少量水充分溶解后,再加入氯化钠(NaCl)使其饱和,然后倒入 1 000 mL 容量瓶中,再用饱和氯化钠水溶液定容至刻度。

4.9 溶液 B:称取 0.8 g 氢氧化钠(NaOH)于 100 mL 烧杯中,加入少量水充分溶解后,倒入 1 000 mL 容量瓶中定容至刻度。

1) Envi-18 柱是由 SUPELCO 公司提供的产品的商品名。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他产品能有同样的效果,则可使用这些等效的产品。

4.10 磷酸—水溶液 $[\varphi(\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{H}_2\text{O}) = 1 + 999]$: 1 mL 磷酸(4.2)加到 1 000 mL 容量瓶中, 超纯水定容至刻度, 摇匀, 现配现用。

5 仪器和设备

- 5.1 高效液相色谱仪: 配紫外检测器。
- 5.2 固体样品粉碎机: 转速不低于 4 000 r/min。
- 5.3 分析天平: 精度为 0.1 mg 和 0.01 g 各一台。
- 5.4 离心机: 转速不低于 4 000 r/min。
- 5.5 超声波清洗器。
- 5.6 旋转蒸发仪。
- 5.7 梨形浓缩瓶: 50 mL。
- 5.8 SPE 装置。
- 5.9 移液器: 10 mL、1 mL。

6 测定步骤

6.1 提取

茶叶样品用固体样品粉碎机粉碎, 称取 5.0 g, 加 50 mL 乙腈(4.1), 振荡提取 1 h, 离心或普通滤纸过滤。滤液 40 mL 入 100 mL 具塞量筒中, 加入配制好溶液 A(4.8) 40 mL, 剧烈振摇 1 min, 分层, 取出乙腈层 20 mL, 加入到 50 mL 梨形瓶中, 38℃ 旋转蒸发近干, 加乙腈—水溶液(4.6) 2 mL 入梨形瓶中, 超声 30 s 充分溶解, 待净化。

6.2 净化

加样前先加 5 mL 乙腈(4.1)预淋洗 ENVI-18 柱(4.3), 然后用 5 mL 乙腈—水溶液(4.6)平衡柱, 再从 6.1 所述梨形瓶中移取 1 mL 溶解好的提取液转移至 ENVI-18 柱上, 缓慢抽干柱。先用溶液 B(4.9) 10 mL 洗柱, 再用 10 mL 水洗柱, 抽干柱, 弃去上述所有淋洗液。最后用 1 mL 乙腈(4.1)缓慢洗脱保留在柱上的吡虫啉农药, 抽干柱, 收集洗脱液定容至 1 mL, 0.45 μm 有机滤膜(4.4)过滤, 待液相色谱测定。

6.3 测定

6.3.1 参考分析条件

- a) 色谱柱: C_{18} 柱(250 mm×4.6 mm, 粒径 5 μm);
- b) 流动相及流速见表 1。梯度条件可根据具体情况适当调整, 使待测农药和基质共萃物得到较好的分离;
- c) 柱温: 室温;
- d) 进样量: 5 μL;
- e) 检测波长: 270 nm。

表 1 流动相及流速

时间(min)	磷酸—水溶液(4.10)(%)	乙腈(4.1)(%)	流速(mL/min)
0	85	15	1.0
5	80	20	1.0
35	75	25	1.0
36	0	100	1.0
46	85	15	1.0

6.3.2 定量测定

采用外标校准曲线法定量测定。使用不同质量浓度的吡虫啉标准工作液(4.7.2),以吡虫啉质量浓度为纵坐标,相应的峰面积积分值为横坐标,绘制多点校准曲线或求线性回归方程。标准工作液及试样溶液中的吡虫啉响应值均应在仪器检测的线性范围之内。

6.4 平行实验

按以上步骤对同一试样进行平行试验测定。

6.5 空白实验

除不称取试料外,均按上述步骤进行。

7 结果计算

试样中的吡虫啉含量用质量分数 ω 计,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,按下列公式计算:

$$\omega = \frac{V_1 \times V_3 \times \rho_x}{V_2 \times m}$$

式中:

ω ——样品中吡虫啉含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ_x ——利用标准曲线算得的试样中吡虫啉的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_1 ——试样中提取液的总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——净化用提取液的总体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——净化后收集的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为千克(kg)。

计算结果表示到小数点后二位。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 15%。

9 色谱图

吡虫啉标准溶液色谱图见图 1。

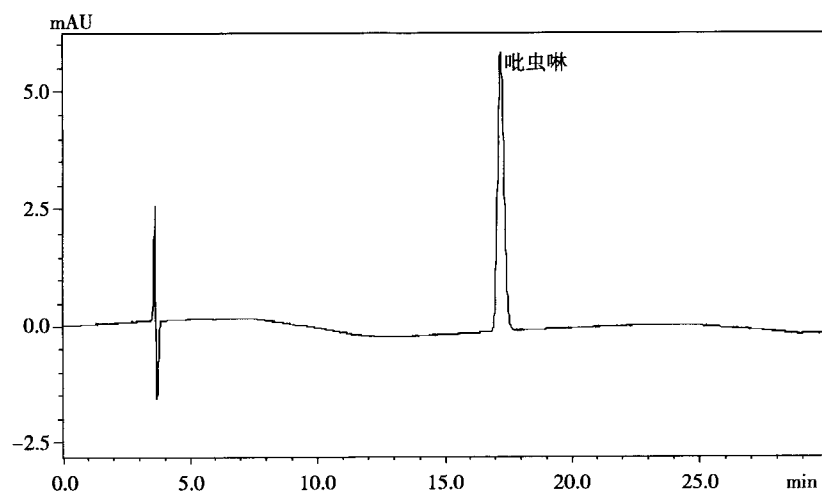


图 1 吡虫啉标准溶液色谱图