

日本厚生劳动省

# 食品中 农用化学品残留 检测方法

增补本2

国家质量监督检验检疫总局食品安全局  
中国检验检疫科学研究院

编译

Methods for  
Determination of  
Agricultural Chemical  
Residues in Foods Supplement 2



 中国标准出版社

日本厚生劳动省

# 食品中农用化学品残留 检测方法

增补本 2

Methods for Determination of  
Agricultural Chemical Residues in Foods  
Supplement II

国家质量监督检验检疫总局食品安全局  
中国检验检疫科学研究院

编译

中国标准出版社

北京

### 图书在版编目(CIP)数据

日本厚生劳动省食品中农用化学品残留检测方法：  
增补本. 2/国家质量监督检验检疫总局食品安全局，中  
国检验检疫科学研究院编译. —1版. —北京：中国标准出版社，  
2009

ISBN 978-7-5066-5251-3

I. 日… II. ①国…②中… III. 食品-农药残留-  
残留量测定 IV. TS207.5

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 055862 号

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码：100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 7.75 字数 217 千字

2009 年 5 月第一版 2009 年 5 月第一次印刷

\*

定价 22.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533

## 编 译 委 员 会

- 主 任 俞太尉 李怀林
- 副主任 唐英章 唐光江 唐丹舟
- 主 编 李怀林
- 副主编 唐英章 许增德 姜宗亮 陶武盛 赵国庆
- 编 委 (排名不分先后)
- |     |     |     |     |     |     |
|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| 温志海 | 黄志强 | 田克智 | 汤志旭 | 唐英章 | 唐光江 |
| 占春瑞 | 唐丹舟 | 刘仲书 | 梁 均 | 徐宝梁 | 陈 颖 |
| 代汉慧 | 李晓娟 | 彭 涛 | 陈冬东 | 锡 韦 | 韩 璐 |
| 丁成祥 | 孙惠洁 | 王文枝 | 方舒正 | 王 伟 | 李淑娟 |
| 廖燕燕 | 祝建新 | 易 明 | 卜延刚 | 王 健 | 王凤池 |
| 段文仲 | 王国民 | 林卫文 | 牟 峻 | 康庆贺 | 王建华 |
| 沈崇钰 | 鲍晓霞 | 林安清 | 蓝 芳 | 卫 峰 | 杨海荣 |
- 校 审 田克智 温志海 占春瑞 汤志旭

# 序 言

随着全球经济一体化的不断发展,我国与世界经济的相互联系和影响日益加深,与世界各国的贸易保持着稳定快速增长。作为世界食品、农产品生产和消费大国,近年来,我国具有国际化竞争优势的食品、农产品国际贸易日益扩大,特别是由于产品结构互补、运输保鲜便利,日本成为我国食品、农产品出口第一大市场,占我国食品、农产品出口总额的三分之一左右。

2006年5月29日,日本将开始实施食品中农用化学品(农药、兽药及饲料添加剂等)残留“肯定列表制度”,大幅度提高该国食品与农产品进口的准入门槛。这无疑给我国食品、农产品出口带来了严峻考验,也是对我国分析检测技术的新考验。国家质量监督检验检疫总局对此高度重视,为了积极主动应对日本“肯定列表制度”,减少其对我国食品、农产品出口带来的影响,多次组织系统内外的专家制定应对措施。

为此,国家质量监督检验检疫总局组织专家将日本提供的《食品中残留农药、饲料添加剂及兽药检测方法》进行编译并正式出版。该书对日本厚生劳动省提供的日本国内现行的正式检测方法进行了系统编译,可为我国负责食品、农产品出口的监管、检验部门提供技术上的服务,为我国食品、农产品出口企业提供技术上的指导。

衷心希望该书的出版,有助于我国更好地应对日本的“肯定列表制度”,并能够进一步推动食品安全检测技术的研究,在保护消费者利益和促进我国食品进出口贸易方面发挥积极的作用。

国家质量监督检验检疫总局副局长

# 前 言

近年来,由于日本在进口农产品中频繁发现农兽药残留超标现象,在日本国内,也发现了违法使用未登记农药的情况,使日本的食物安全受到了一定的威胁。在上述情况下,日本于2002年成立了食物安全委员会,以加强和协调相关机构对食物安全的管理。日本厚生劳动省于2002年修订了其原有的《食物卫生法》,并通过了食物卫生法修正案。2003年5月,日本厚生劳动省根据食物卫生法修正案,提出了与现行制度有着本质区别的农产品中农用化学品(农药、兽药及饲料添加剂等)残留“肯定列表制度”,并执行新的残留限量标准,与日本现行标准相比,新标准对农产品中农用化学品残留限量的要求更加全面、系统和严格。

为积极应对该制度的实施,尽可能减少“肯定列表制度”给我国对日出口带来的影响,国家质量监督检验检疫总局曾于2006年初组织专家对日本先行颁布的185个检测方法编译成《农产品中农用化学品残留检测方法》,并于当年5月出版发行。《农产品中农用化学品残留检测方法》主要是日本在2006年3月30日以前颁布或者修订的检测方法,包括179个单残留检测方法和6个多残留检测方法。从“肯定列表制度”正式实施至2007年4月30日,日本厚生劳动省陆续修订或追加了91个方法,其中包括63个新颁布方法和28个修订方法,这些方法已于2007年8月以“增补本1”的形式正式出版。截至2008年12月31日,日本厚生劳动省继续修订或追加了21个方法,其中包括13个新颁布方法和8个修订方法。为给出口日本的食物、农产品企业以及负责食物、农产品出口的监管单位提供及时的技术服务,国家质量监督检验检疫总局组织专家对新颁布或修订的21个方法进行编译并以“增补本2”的形式正式出版。另外,日本厚生劳动省还会陆续颁布或修订检测方法,届时我们将及时编译整理并以增补本的形式陆续出版。

全书共分为正文和附录两大部分:正文是根据2007年

4月30日至2008年12月31日日本厚生劳动省陆续提供的食品中残留农药、兽药及饲料添加剂检测方法编译而成，分增补部分和修订部分，每部分均按汉语拼音顺序排列。每部分的“同时检测方法”作为“其他”单列在每部分的最后。附录为本书检测方法中所涉及的试剂、样品制备方法、农用化学品的中日英名称对照表和农用化学品的英日中名称对照表。

本书的编译得到了国家质量监督检验检疫总局有关领导的亲切关怀和大力支持，其他参加编译的单位包括：江西出入境检验检疫局、山东出入境检验检疫局、天津出入境检验检疫局、吉林出入境检验检疫局、河北出入境检验检疫局等。国家质量监督检验检疫总局葛志荣副局长为本书作序，在此表示衷心的感谢。本书在编译过程中得到中国标准出版社的鼎力支持，在此谨向支持我们的同仁致以诚挚的谢意。

由于时间仓促和水平有限，本书中恐有不当和错误之处，恳请广大读者批评指正。

编译者

2009年4月

# 目 录

本书所用术语及注意事项.....	1
------------------	---

## 增补部分

### B

苯噻菌胺检测方法(农产品).....	2
吡啶酮检测方法(畜产品、水产品) .....	4

### D

丁氟螨酯检测方法(农产品).....	6
--------------------	---

### F

氟吡菌胺检测方法(农产品).....	9
--------------------	---

### J

甲基三嗪酮检测方法(畜产品、水产品).....	11
腈嘧菌酯、苄草隆、硅氟唑检测方法(畜产品、水产品).....	14

### L

螺甲螨酯检测方法(农产品) .....	17
螺甲螨酯检测方法(畜产品、水产品).....	20

### S

双唑草腈检测方法(农产品) .....	22
四聚乙醛检测方法(农产品) .....	24

### X

烯酰吗啉检测方法(畜产品、水产品).....	26
------------------------	----

### Y

有机磷农药检测方法 .....	28
-----------------	----

### 其 他

HPLC 多种兽药同时检测方法Ⅲ(畜产品、水产品) .....	33
---------------------------------	----

## 修订部分

### B

吡虫清检测方法(农产品) .....	37
--------------------	----

---

<b>J</b>	
结晶紫、亮绿和亚甲基蓝检测方法(畜产品、水产品) .....	39
<b>M</b>	
嘧硫草醚检测方法(农产品) .....	41
<b>T</b>	
涕灭威、涕灭威亚砷、涕灭威砷、乙硫甲威、杀线威、甲萘威、抗芽威、仲丁威及恶虫威检测方法 .....	44
土霉素检测方法(农产品) .....	48
<b>Y</b>	
伊维菌素、依普菌素、多拉菌素、莫西丁克检测方法(畜产品、水产品) .....	51
其 他	
HPLC 多种兽药同时检测方法 I (畜产品、水产品) .....	54
HPLC 多种兽药同时检测方法 II (畜产品、水产品) .....	61
补充修订 .....	67
附录 1 试剂 .....	68
附录 2 样品制备方法 .....	73
附录 3 农用化学品(含分析目标化合物)的中日英名称对照表 .....	74
附录 4 农用化学品(含分析目标化合物)的英日中名称对照表 .....	93

# 本书所用术语及注意事项

## 1 术语

### 1.1 分析目标化合物

本书检测方法中所分析的化合物是《食品、添加剂的规格基准(1959年日本厚生省告示第370号,以下简称“告示”)》第1食品 A 食品的一般规格成分 第六款(1)之第一栏所列“农药、饲料添加剂及兽药”(以下简称“农用化学品”)的成分物质(包括这些物质的化学衍生物和化学合成物)及类似物质(如盐类的光学异构体)。

### 1.2 分析值

与“告示”规定的食品中农用化学品成分物质残留的限量(以下简称“基准值”)进行比较的检测值。

### 1.3 种子类

油籽、坚果类、可可豆及咖啡豆等。

### 1.4 测定低限

可以对检测样品中分析目标化合物进行定量的最低量或浓度。对于色谱方法,用大约  $S(\text{峰高})/N$  (基线噪声)=10 的分析目标化合物的量作为农用化学品成分物质的测定低限浓度。

### 1.5 类型

检测方法的来源。

以下为方法来源分类。

A:官方方法:有关乳及乳制品的成分规格等的省令(1951年日本厚生省第52号令)、告示及通知中规定的方法(C类除外)。

B:外国政府机构规定的检测方法(A类除外)。

C:专家研讨会上制定的检测方法。

D:引用文献中的检测方法(A、B、C类除外)。

## 2 分析中的注意事项

2.1 在使用规定的检测方法以外的方法进行检测时,其准确性、精密度及测定低限等同或高于规定的检测方法,可被认为是具有特异性的检验方法。

2.2 在求分析值时,比基准值多算一位数,然后对多算的一位数进行四舍五入。

2.3 单项检测方法中的测定低限为采用已公布方法进行实验的一般测定低限。当测定对象的残留浓度相当于残留限量浓度(《食品卫生法》第11条第3项定义为可能损害人体健康的量,包括厚生劳动大臣听取药品食品卫生审议会意见后所规定的量)使测定产生困难时,需采取相应措施,如改变检测仪器的测定条件(比如:柱的类型、柱温、流动相的流速和组成、载气的流速、质谱分析的测定方式、测定离子、电压)、增加注入仪器的试验溶液量、对试验溶液进行浓缩、进一步净化降低噪声、增加样品量等。另外,也可以探讨采用同时检测方法或已公布的其他检测方法。

## 增补部分

# ***B***

### 苯噻菌胺检测方法(农产品)

#### 1 分析目标化合物

苯噻菌胺。

#### 2 仪器、设备

液相色谱-质谱仪(LC/MS)。

液相色谱-质谱/质谱仪(LC/MS/MS)。

#### 3 试剂

除下列试剂外,使用附录1所列试剂。

苯噻菌胺标准品:含苯噻菌胺98%以上,熔点152℃。

#### 4 试验溶液的制备

##### 4.1 提取方法

##### 4.1.1 谷类、豆类及种子类

取10.0g试样加入20mL水,放置2h。加入100mL丙酮,均质,抽滤。在残渣中加入50mL丙酮,均质,与上述同样过滤,合并滤液,用丙酮定容为200mL。取其中20mL于40℃以下浓缩为约1mL。

##### 4.1.2 蔬菜、水果

取20.0g试样加入100mL丙酮,均质,抽滤。在残渣中加入50mL丙酮,均质,与上述同样过滤,合并滤液,用丙酮定容为200mL。取其中10mL于40℃以下浓缩为约1mL。

##### 4.1.3 茶

取5.00g试样加入20mL水,放置2h。加入100mL丙酮,均质,抽滤。在残渣中加入50mL丙酮,均质,与上述同样过滤,合并滤液,用丙酮定容为200mL。取其中40mL于40℃以下浓缩为约1mL。

##### 4.2 净化方法

在十八烷基硅烷化硅胶柱(1000mg)中依次注入各10mL的乙腈及水,弃去流出液。在4.1所得溶液中加入10mL水,注入柱中,用10mL乙腈:水(3:7)混合液洗涤容器,洗涤液一并注入柱中,弃去流出液。注入10mL乙腈:水(1:1)混合液,收集溶出液,以乙腈:水(1:1)混合液定容为10mL,作为试验溶液。

#### 5 标准曲线的制作

用乙腈及水混合液(1:1)配制浓度为0.001mg/L~0.02mg/L的苯噻菌胺标准溶液数点,分别取

其中 5  $\mu$ L 注入 LC/MS 进行测定,采用峰高法或峰面积法绘制标准曲线。

## 6 定量试验

取 5  $\mu$ L 试验溶液注入 LC/MS 进行测定,根据第 5 章的标准曲线求出苯噻菌胺的含量。

## 7 确证试验

LC/MS 或 LC/MS/MS 确证。

## 8 测定条件

### 8.1 LC/MS

柱:十八烷基硅烷化硅胶,内径 2.1 mm,长 150 mm,粒径 5  $\mu$ m。

柱温:40  $^{\circ}$ C。

流动相:乙腈:2 mmol/L 乙酸铵溶液(9:11)混合液。

离子化方式:ESI(+)或 ESI(-)。

主离子(m/z):382(+)或 380(-)。

注入量:5  $\mu$ L。

保留时间标准:10 min。

### 8.2 LC/MS/MS

柱:十八烷基硅烷化硅胶,内径 2.1 mm,长 150 mm,粒径 5  $\mu$ m。

柱温:40  $^{\circ}$ C。

流动相:乙腈:2 mmol/L 乙酸铵溶液(1:1)混合液。

离子化方式:ESI(+)

主离子(m/z):母离子 382,子离子 180、72。

注入量:1  $\mu$ L。

保留时间标准:7 min。

## 9 测定低限

0.01 mg/kg。

## 10 注意事项

### 10.1 检测方法概述

本方法用丙酮从试样中提取苯噻菌胺,经十八烷基硅烷化硅胶小柱净化后,LC/MS 定量,LC/MS 或 LC/MS/MS 确证。

### 10.2 注意点

10.2.1 净化不彻底时,可在十八烷基硅烷化硅胶小柱净化前先用石墨碳小柱(500 mg)净化。

操作方法如下:预先用丙酮洗净的石墨碳小柱中注入试验溶液 10 mL(谷类试样 20 mL、茶试样 40 mL),注入 10 mL 丙酮,将全部溶出液浓缩,加入 10 mL 水,再注入十八烷基硅烷化硅胶小柱净化。

10.2.2 LC/MS/MS 测定时,子离子的定量离子 m/z 为 180,定性离子 m/z 为 72。

## 11 参考文献

无。

## 12 类型

C。

# 吡嗪酮检测方法(畜产品、水产品)

## 1 分析目标化合物

吡嗪酮。

## 2 仪器、设备

带紫外分光光度检测器的高效液相色谱仪(HPLC-UV)。

带多波长检测器的高效液相色谱仪(HPLC-DAD)。

高效液相色谱-质谱仪(LC/MS)。

## 3 试剂

除下列试剂外,使用附录1所列试剂。

乙腈:液相色谱专用。

水:液相色谱专用。

甲醇:液相色谱专用。

吡嗪酮标准品:含吡嗪酮98%以上,熔点136℃~140℃。

## 4 试验溶液的制备

### 4.1 提取方法

称取5.00g试样,加入30mL乙腈粉碎,以2800r/min离心分离5min,收取乙腈层。残渣中加入30mL乙腈,用振荡器激烈振荡5min混匀,以2800r/min离心分离5min,合并乙腈层。加入30mL乙腈饱和正己烷,用振荡器激烈振荡5min,收集乙腈层于减压浓缩器,45℃以下除去乙腈。残渣用10mL水:甲醇(3:2)混合液溶解。

### 4.2 净化方法

#### 4.2.1 十八烷基硅烷化硅胶柱

在十八烷基硅烷化硅胶柱(1000mg)中依次注入10mL甲醇及15mL水,弃去流出液。注入4.1所得溶液后,注入25mL水:甲醇(3:2)混合液,弃去流出液。注入10mL甲醇,收集溶出液于减压浓缩器,45℃以下除去甲醇。残渣中加入2mL乙酸乙酯:正己烷(1:4)混合液溶解。

#### 4.2.2 硅胶柱

在硅胶柱(690mg)中注入5mL乙酸乙酯:正己烷(1:4)混合液,弃去流出液。注入4.2.1所得溶液,再注入8mL乙酸乙酯:正己烷(1:4)混合液,弃去流出液。注入10mL乙酸乙酯:正己烷(3:2)混合液,收集溶出液于减压浓缩器,45℃以下除去乙酸乙酯及正己烷。残渣用1.0mL乙腈:水(1:2)混合液溶解,作为试验溶液。

## 5 标准曲线的制作

用乙腈配制浓度为10mg/100mL吡嗪酮标准储备液,用乙腈:水(1:2)混合液稀释为0.05mg/L~2.0mg/L的标准溶液数点,分别注入HPLC-UV或HPLC-DAD,采用峰高法或峰面积法绘制标准曲线。

## 6 定量试验

将试验溶液注入HPLC-UV或HPLC-DAD,根据第5章的标准曲线求出吡嗪酮的含量。

## 7 确证试验

HPLC/MS 或 HPLC/MS/MS 确证。

## 8 测定条件

HPLC:

检测器:UV 或 DAD(210 nm 附近的最大波长)。

柱:十八烷基硅烷化硅胶柱,内径 2.0 mm~6.0 mm,长 100 mm~250 mm,粒径 2  $\mu$ m~5  $\mu$ m。

柱温:40  $^{\circ}$ C。

流动相:乙腈:水(1:2)混合液。

保留时间标准:18 min。

## 9 测定低限

0.01 mg/kg。

## 10 注意事项

### 10.1 检测方法概述

本方法用乙腈从试样中提取吡嗪酮,乙腈饱和正己烷洗涤,经十八烷基硅烷化硅胶柱及硅胶柱净化后,HPLC-UV 或 HPLC-DAD 测定,LC/MS 或 HPLC/MS/MS 确证。

### 10.2 注意点

10.2.1 HPLC-UV、HPLC-DAD、LC/MS 及 LC/MS/MS 测定,使用内径为 3.0 mm 的色谱柱时,标准溶液及试验溶液的注入量为 10  $\mu$ L,但有必要研究其最佳注入量,原因是柱和仪器不同时,最佳注入量也存在差异。

10.2.2 LC/MS 的测定也要根据不同的仪器研究最适当的测定条件。

10.2.3 使用 HPLC-UV 或 HPLC-DAD 难以定量时,可使用 LC/MS 或 LC/MS/MS 进行定量。

## 11 参考文献

无。

## 12 类型

C。



## 丁氟螨酯检测方法(农产品)

### 1 分析目标化合物

丁氟螨酯。

$\alpha, \alpha, \alpha$  三氟-邻甲基苯甲酸(以下简称“代谢物”)。

代谢物配糖体。

### 2 仪器、设备

液相色谱-质谱仪(LC/MS)。

### 3 试剂

除下列试剂外,使用附录1所列试剂。

丁氟螨酯标准品:含丁氟螨酯96%以上,熔点77℃~82℃。

代谢物标准品:含 $\alpha, \alpha, \alpha$ 三氟-邻甲基苯甲酸99%以上,熔点109℃~113℃。

### 4 试验溶液的制备

#### 4.1 提取方法

水果及蔬菜:称取20.0g试样。

茶:称取5.00g试样,加20mL水,放置30min。

加入100mL乙腈:水(9:1)混合液,均质,抽滤。在滤纸上的残渣中加入50mL乙腈:水(9:1)混合液,与上述同样过滤,滤液用乙腈定容为200mL。取其中20mL(茶试样取10mL),40℃以下浓缩为约5mL。加入95mL水,每次用50mL乙酸乙酯:正己烷(1:9)混合液振荡提取两次,提取液用液相分离滤纸过滤。

分取残留水层,加入4mL盐酸,安装回流冷却器加热回流1h,放置冷却。每次用50mL乙酸乙酯:正己烷(1:9)混合液振荡提取两次,提取液用液相分离滤纸过滤。

合并提取液,加入0.5mL含有2%二甘醇的丙酮溶液,于40℃以下浓缩除去溶剂。残渣用5mL丙酮:甲醇(2:3)混合液溶解。

#### 4.2 净化方法

##### 4.2.1 水果及蔬菜

将10mL丙酮:甲醇(2:3)混合液注入石墨碳小柱(500mg),弃去流出液。注入4.1所得溶液,再注入15mL丙酮:甲醇(2:3)混合液,收集全部溶出液,加入0.5mL含有2%二甘醇的丙酮溶液,于40℃以下浓缩除去溶剂,残渣用乙腈:水(2:3)混合液准确溶解为2mL,作为试验溶液。

##### 4.2.2 茶

将4.1所得溶液按4.2.1同样注入石墨碳小柱净化。残渣用5mL乙酸乙酯溶解。

在三甲基氨丙基硅烷化硅胶小柱(1000mg)中注入10mL乙酸乙酯,弃去流出液。注入上述溶液,再注入10mL乙酸乙酯,收集溶出液(溶出液1)。然后依次注入10mL丙酮、10mL甲醇,弃去各流出液。注入15mL氨水:甲醇(1:99)混合液收集溶出液(溶出液2),加入0.5mL含有2%二甘醇的丙酮溶液。将各溶出液于40℃以下浓缩除去溶剂。将溶出液1及溶出液2的残渣分别用乙腈:水(2:3)混合液准确溶解为1mL,作为丁氟螨酯及代谢物的试验溶液。

## 5 标准曲线的制作

分别用乙腈：水混合液(2：3)配制浓度为 0.01 mg/L~0.2 mg/L 的丁氟螨酯及代谢物标准溶液数点,分别取 5  $\mu$ L 注入 LC/MS,用峰高法或峰面积法绘制标准曲线。

## 6 定量试验

取 5  $\mu$ L 试验溶液注入 LC/MS,根据第 5 章的标准曲线求出丁氟螨酯及代谢物的含量,用下式计算含有代谢物及代谢物配糖体的丁氟螨酯的含量。

$$\text{丁氟螨酯(含代谢物及代谢物配糖体)含量(mg/kg)} = A + B \times 2.35$$

式中:

A——丁氟螨酯含量(mg/kg);

B——代谢物(含配糖体)含量(mg/kg)。

## 7 确证试验

LC/MS 确证

## 8 测定条件

柱:十八烷基硅烷化硅胶柱,内径 2 mm,长 150 mm,粒径 5  $\mu$ m。

流动相:乙腈:含有 0.002 mol/L 乙酸铵的 0.1%甲酸溶液的混合液从(2:3)至(19:1)运行 10 min,在(19:1)保持 10 min。

离子化模式:丁氟螨酯 ESI(+);

代谢物 ESI(-)。

主离子(m/z):丁氟螨酯 465;

代谢物 189。

保留时间标准:丁氟螨酯 15min;

代谢物 6min。

## 9 测定低限

各化合物为 0.01 mg/kg,茶中各化合物为 0.04 mg/kg。

## 10 注意事项

### 10.1 检测方法概述

本方法用乙腈：水(9：1)混合液从试样中提取丁氟螨酯、代谢物及代谢物配糖体。丁氟螨酯转溶于乙酸乙酯：正己烷(1：9)混合液。将水层中的代谢物及配糖体在盐酸酸性条件下加热回流,使之分解后,同样转溶于乙酸乙酯：正己烷(1：9)混合液,合并转溶液用石墨碳小柱净化。茶试样则再用三甲基氨丙基硅烷化硅胶小柱再净化后,用 LC/MS 测定及确证。丁氟螨酯及代谢物(含配糖体)分别定量,代谢物须将其含量乘以系数换算为丁氟螨酯的量,其和为分析值。

### 10.2 注意点

10.2.1 本方法适用于脂肪含量低的农产品(多数水果、蔬菜及茶)。脂肪含量高的农产品(如鄂梨等水果、谷类、豆类及种子类)的检测方法正在研究之中。

10.2.2 代谢物配糖体在盐酸酸性条件下加热回流才能分解为代谢物,本方法是将其用乙酸乙酯：正己烷(1：9)混合液提取。

10.2.3 对于茶试样的分析,如不使用三甲基氨丙基硅烷化硅胶小柱再净化,丁氟螨酯的回收率会降低。

10.2.4 除茶之外的农产品试样分析时,如果净化不彻底,可采用茶试样的再净化方法,或者用合成硅酸镁小柱(910 mg)再净化。后者的操作方法如下:将石墨碳小柱净化后的残渣用 5 mL 丙酮:正己烷(1:19)混合液溶解,注入合成硅酸镁小柱,用 5 mL 同混合液洗净,再用 10 mL 丙酮:正己烷(3:7)混合液将丁氟螨酯溶出。然后用 10 mL 丙酮洗净,注入 20 mL 丙酮:乙酸:乙酸乙酯(30:1:70)混合液溶出代谢物。

10.2.5 检测方法中的转溶液脱水时使用液相色谱专用滤纸,但是使用无水硫酸钠的效果会更好。

## 11 参考文献

无。

## 12 类型

C。