

茶叶中农药多残留测定 GB 23376-2009

1、适用范围

适用于茶叶中农药多残留的检测。（本实验样品采用绿茶）

参考标准《GB 23376-2009 茶叶中农药多残留测定 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 农药混标标准使用液 1 μ g/mL: 移取适量体积标准储备液, 用正己烷稀释, 最终浓度为 1 μ g/mL。
- 2) 环己烷-乙酸乙酯 (1-1): 量取 2L 环己烷, 2L 乙酸乙酯, 混匀。

3、提取步骤

样品制备: 将样品经均质机粉碎。

称取样品 2.0g 样品, 置于 50mL 的离心管中

- 1) 加入 2mL 水, 加入 15mL 乙腈, 涡旋, 超声 10min, 离心 5min (5000r/min), 准确移取上清液至鸡心瓶中;
- 2) 往离心管中加入 15mL 乙腈, 涡旋, 超声 10min, 离心 5min (5000r/min), 准确移取上清液至鸡心瓶中; 弃去上层正己烷层, 将下层乙腈相置于旋转蒸发瓶中, 40 $^{\circ}$ C 水浴旋蒸至近干, 加入 10mL 环己烷-乙酸乙酯 (1-1), 待净化。

4、SPE 净化步骤

凝胶色谱净化-凝胶色谱条件

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

- a) 凝胶净化柱：月旭 Bio-Beads S-X3 凝胶色谱柱，规格 25×400mm
- b) 流动相：乙酸乙酯-环己烷（1+1）
- c) 流速：5.0mL/min
- d) 进样量：5.0mL
- e) 收集时间：14-27min



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 14-26min 流分，将其旋转蒸发至近干，用正己烷复溶并定容至 1mL，充分润洗鸡心瓶，。

5、注意事项

- 1) 加标水平：2g 样中加入 0.4mL 1 μ g/mL 标准贮备液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.2mg/kg，最终机度数为 0.2mg/L。
- 2) GB 方法用乙腈-二氯甲烷（1-1）提取，经实验验证，较多目标物回收率不理想，改用乙腈提取，回收率较好

声明:除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-17,30m×0.25mm,0.25μm
进样口温度	250°C
升温程序	初始温度为 60°C，保持 1min；以 30°C/min 升温至 160°C；再以 10°C/min 升温至 290°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	1mL/min
进样量	1μL

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	280°C
离子源温度	230°C
四极杆温度	150°C
监测方式	选择离子扫描（SIM）
溶剂延迟	7min

7、色谱图或者加标回收率结果

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

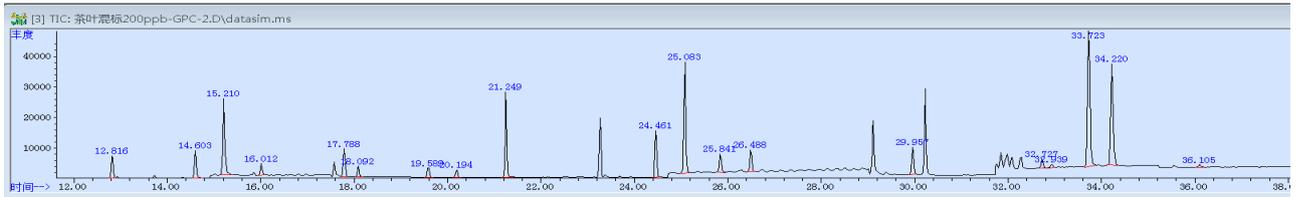


图 1. 农药混标 1mg/L 图谱

物质	峰号	保留时间	面积	开始时间	结束时间
δ -六六六	1	12.816	189059	12.745	12.896
β -六六六	2	14.603	231720	14.527	14.776
异稻瘟净-乐果	3	15.21	711666	15.144	15.406
α -六六六	4	16.012	113342	15.947	16.095
毒死蜱	5	17.788	226221	17.724	17.886
杀螟硫磷	6	18.092	97637	18.015	18.209
水胺硫磷	7	19.589	102600	19.508	19.704
α -硫丹	8	20.194	78787	20.121	20.305
p, p'-滴滴伊, o, p'-滴滴伊	9	21.249	786465	21.153	21.402
p, p'-滴滴涕	10	24.461	426948	24.385	24.566
联苯菊酯	11	25.083	1027001	24.985	25.217
三唑磷	12	25.841	195192	25.759	25.94
甲氰菊酯	13	26.488	219488	26.41	26.607
氯菊酯	14	29.957	246621	29.892	30.044
氟氰戊菊酯	15	32.727	91145	32.665	32.818
氟胺氰菊酯	16	32.939	39119	32.854	33.013
氰戊菊酯	17	33.723	1590322	33.625	33.879
	18	34.22	1242099	34.121	34.371
溴氰菊酯	19	36.105	32782	36.012	36.216

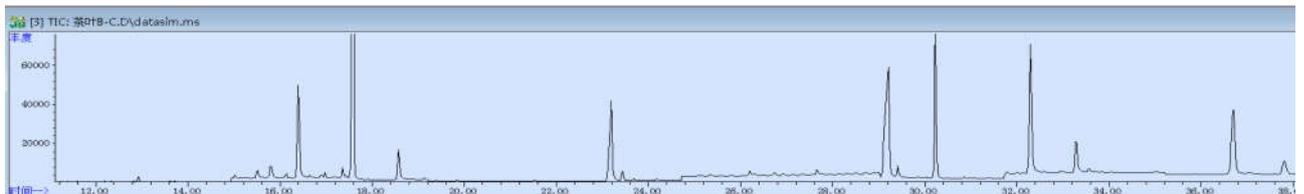


图 2. 茶叶样品空白图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

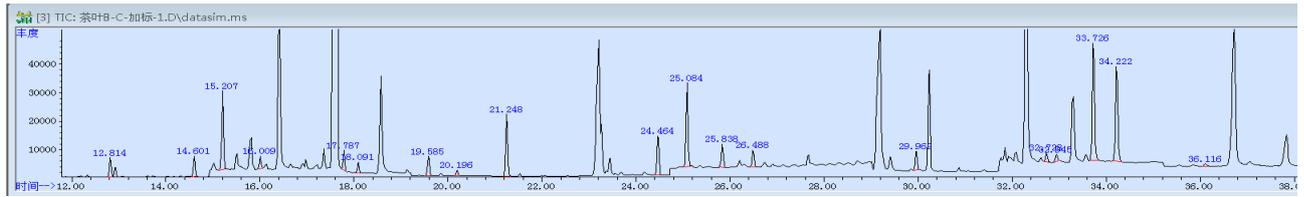


图 3. 茶叶样品加标 0.4mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
δ-六六六	0.4mg/kg	87%	0.96%
β-六六六		79%	0.01%
异稻瘟净-乐果		108%	0.28%
α-六六六		99%	4.55%
毒死蜱		85%	0.58%
杀螟硫磷		104%	2.04%
水胺硫磷		196%	1.24%
α-硫丹		77%	0.92%
p, p'-滴滴伊, o, p'-滴滴伊		73%	2.48%
p, p'-滴滴涕		93%	1.03%
联苯菊酯		78%	3.06%
三唑磷		122%	1.18%
甲氰菊酯		82%	4.17%
氯菊酯		76%	0.92%
氟氰戊菊酯		104%	3.64%
氟胺氰菊酯		101%	2.16%
氰戊菊酯		92%	2.10%
		100%	0.02%
溴氰菊酯		100%	6.44%

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00823-00002	GPC 凝胶柱	Bio-Beads S-X3 25×400mm
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	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	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 15mL, 50/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	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	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
03916-22001	气相色谱柱	WM-17,30m×0.25mm,0.25μm
00826-H009S100MEVC	γ-六六六(林丹)标准品	CAS No.:58-89-9,100μg/mL 于 甲醇,1.1mL
00826-H008S01MACVC	δ-六六六标准品	CAS No.:319-86-8,1000μg/mL 于 正己烷, 1mL
00826-I089S01MANVC	异稻瘟净	CAS No.:26087-47-8,1000μg/mL 于 乙腈,1.1mL
00826-H006S01MMEVC	α-六六六标准品	CAS No.:319-84-6,1000μg/mL 于 甲醇,1.1mL
00826-C075S100ANVC	毒死蜱	CAS No.:2921-88-2,100μg/mL 于 乙腈,1.1mL
00826-F008S01MANVC	杀螟硫磷	CAS No.:122-14-5,1000μg/mL 于 乙腈,1.1mL
00826-E008S01MANVC	α-硫丹	CAS No.:959-98-8,1000μg/mL 于 乙腈,1.1mL
00826-D010S100ANVC	p, p'-滴滴伊	CAS No.:3424-82-6,100μg/mL 于 乙腈,1.1mL
00826-D007S01MANVC	p, p'-滴滴涕	CAS No.:789-02-6,1000μg/mL 于 乙腈,1.1mL
00826-71870	联苯菊酯标准品	CAS No.:82657-04-3, 1000μg/mL 于正己烷,1.1mL
00826-T057P050	三唑磷标准品	CAS No.:24017-47-8,50mg
00826-F012S01MACVC	甲氰菊酯标准品	CAS No.:39515-41-8, 1000μg/mL 于正己烷,1.1mL
00826-P033P250	氯菊酯标准品	CAS No.:52645-53-1, 250mg
00826-F067S01MANVC	氟氰戊菊酯	CAS No.:70124-77-5,1000μg/mL 于 乙腈,1.1mL
00826-F064S100ANVC	氟胺氰菊酯	CAS No.:102851-06-9,100μg/mL 于 乙腈,1.1mL
00826-F020P250	氰戊菊酯标准品	CAS No.:51630-58-1, 250mg
00826-D015P250	溴氰菊酯标准品	CAS No.:52820-00-5, 250mg

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com