

1、适用范围

适用于茶叶中 11 种（灭线磷、硫线磷、二嗪磷、乐果、皮蝇磷、毒死蜱、甲基对硫磷、马拉硫磷、对硫磷、水胺硫磷、啶硫磷）有机磷的测定。（本实验选用样品为绿茶茶叶）

参考标准：《GB 23200.116-2019 食品国家安全标准 植物源性食品中 90 种有机磷类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法》

2、溶液的配制

有机磷标准品储备液（固体标准品）/单标：称取适量有机磷标准物质，用适量丙酮溶解，浓度为 1mg/mL。

有机磷中间液/混标：准确移取 11 种有机磷单标标准储备液各 1mL，用丙酮稀释至 10mL，浓度为 100mg/L。

有机磷标准使用液/混标：准确移取 1mL 有机磷混标中间液，用丙酮稀释至 100mL，浓度为 1mg/L。

3、样品提取

称取 2g 样品（样品预先混匀）于 50ml 具塞离心管中，加入 10mL 水，浸润 20min，加入 5g 氯化钠、20mL 乙腈，剧烈震荡 2min，超声提取 20min。8000r/min 离心 5min；取 10mL 上清液于 45℃ 氮吹至近干，加入乙酸乙酯-环己烷（1-1）定容至 5mL，待净化。

4、净化步骤

凝胶渗透色谱条件如下：

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	17-29min
波长	254nm



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 19-27min 流分，将
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：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

其旋转蒸发至干，丙酮定容至 1mL。经 0.22 μ m 滤头过滤后，留待 GC 分析。

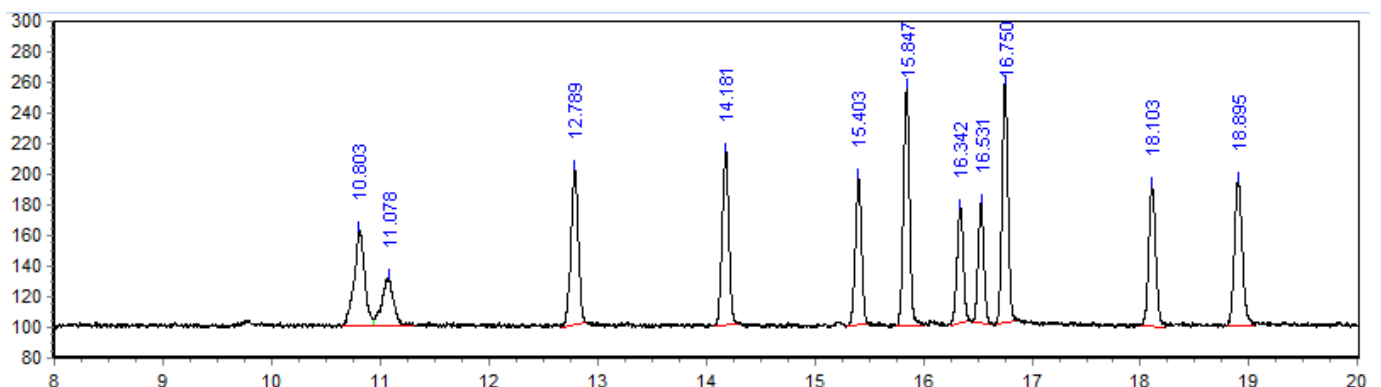
5、注意事项

- 1) 加标水平：2g 样中，添加 0.2mL 1mg/L 标准使用液，加标水平为 0.1mg/kg，机读数为 0.1mg/L；
- 2) 标准中处理茶叶时使用的是 Carb/NH₂ 小柱，经本实验验证，茶叶样品在使用 Carb/NH₂ 或 QuEChERS 处理时，目标峰会出现保留时间偏离的情况，且基线出现异常波动，此处采用 GPC 净化，取得了理想的净化效果；
- 3) 在选择色谱条件时，应根据仪器实际情况进行调整，选择最佳的分析条件；

6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	WM-17, 30.0m×0.25mm×0.25μm
进样口温度	250℃
检测器 (FPD) 温度	250℃
载气	N ₂ , 尾吹气流速: 60mL/min; 氢气流速: 75mL/min, 空气流速: 90mL/min。
进样方式	脉冲不分流进样, 脉冲压力 25psi, 脉冲时间 0.75min
载气流量	2.0mL/min
进样量	4μL
升温程序	150℃保持 2min, 8℃/min 升到 210℃, 5℃/min 升到 250℃, 保持 15min;

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

图 1.11 种有机磷标准品 0.1mg/L 图谱

表 1：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间 /Min	峰高 /Hz	峰面积 /[Hz*s]	相对峰面积 /%	分离度	塔板数
1	灭线磷	10.803	61.97	413.11	8.8312	44.888	70188
2	硫线磷	11.078	31	233.93	5.0008	1.587	58462
3	二嗪磷	12.789	101.74	479.03	10.2404	11.261	177160
4	乐果	14.181	113.27	484.39	10.3549	11.849	247670
5	皮蝇磷	15.403	95.57	385.6	8.243	11.08	329869
6	毒死蜱	15.847	155.31	607.05	12.9772	4.244	384558
7	甲基对硫磷	16.342	75.02	308.28	6.5902	4.679	353508
8	马拉硫磷	16.531	77.85	287.77	6.1517	1.824	455155
9	对硫磷	16.75	155.72	585.13	12.5084	2.236	462427
10	水胺硫磷	18.103	91.23	414.41	8.8589	12.531	376305
11	啶硫磷	18.895	94.08	479.16	10.2432	6.322	322490

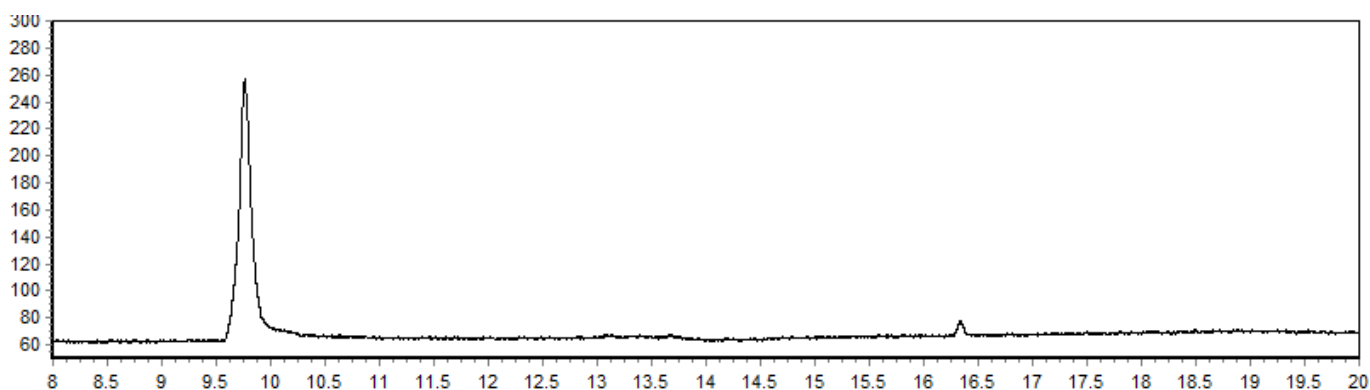


图 2.茶叶样品空白图谱

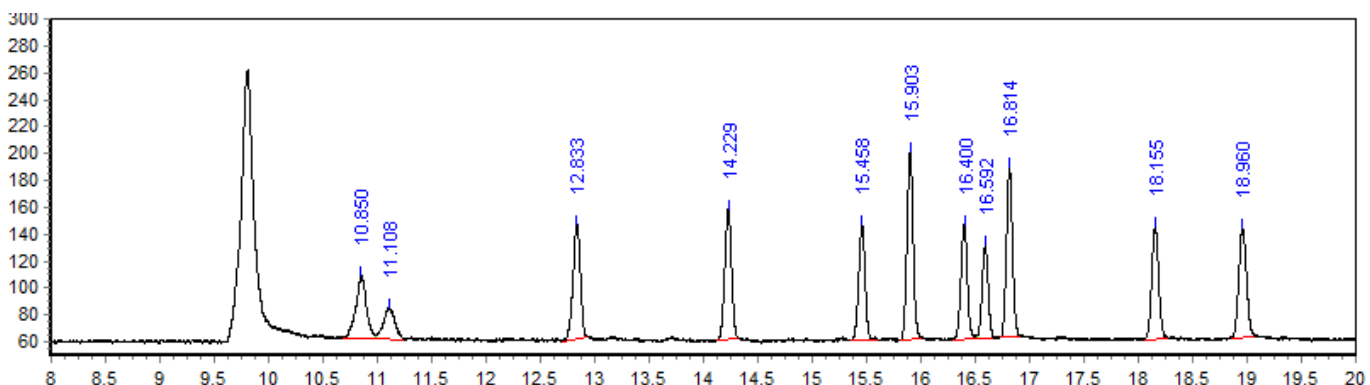


图 3.茶叶样品加标 100.0ng/g 图谱

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 2：加标回收率

分类	加标水平 ng/g	回收率/%	RSD (n=2) /%
灭线磷	100	74.23%	5.24
硫线磷		73.66%	1.51
二嗪磷		83.13%	1.41
乐果		81.39%	6.54
皮蝇磷		87.21%	6.14
毒死蜱		86.18%	5.66
甲基对硫磷		112.08%	4.54
马拉硫磷		89.10%	4.91
对硫磷		80.83%	2.87
水胺硫磷		86.08%	3.72
啶硫磷		82.96%	3.04

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30013	15mL 螺口尖底离心管	100 支/包
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
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
03916-22001	气相色谱柱	WM-17 30m*0.25mm*0.25μm
00823-00002	GPC 凝胶柱	Welch Bio-Beads S-X3 400*25mm
00826-C075S01MA NVC	毒死蜱标准品	CAS No.:2921-88-2,1000μg/ml 于 乙腈,1.1ml
00826-70383	对硫磷标准溶液	CAS No.:56-38-2, 1000 μ g/ml 于甲醇, 1ml
00826-70406	甲基对硫磷标准溶液	CAS No.:298-00-0, 1000 μ g/ml 于甲醇, 1ml

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

00826-70363	乐果标准溶液	CAS No.:60-51-5, 1000 μ g/ml 于甲醇, 1ml
00826-M002P100	马拉硫磷标准品	CAS No.:121-75-5,100mg
00826-Q001P250	喹硫磷标准品	CAS No.:13593-03-8, 250mg
00826-E028P100	灭线磷标准品	CAS No.:13194-48-4,100mg
00826-C001P010	硫线磷/克线丹标准品	CAS No.:95465-99-9,10mg
00826-D022S100A NVC	二嗪磷标准品	CAS No.:333-41-5,100 μ g/ml 于 乙腈,1.1ml
00826-F006P100	皮蝇硫磷(皮蝇磷)标准品	CAS No.:299-84-3,100mg
00826-I090S01MA NVC	水胺硫磷标准品	CAS No.:24353-61-5,1000 μ g/ml 于 乙腈,1.1ml

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com