

## 茶叶中烯虫酯残留量的测定 SN/T 0693-2019

### 1、适用范围

适用于茶叶中烯虫酯残留量的测定。（本实验样品茶叶）

参考标准《SN/T 0693-2019 出口植物源性食品中烯虫酯残留量的测定》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：精密称取标准品 10mg，于 10mL 容量瓶中，用丙酮溶解并稀释至刻度，配置成浓度为 1mg/mL 的标准贮备液，于 0℃~4℃冰箱内避光保存。
- 2) 标准中间液：精密量取 1mg/mL 的标准贮备液 0.1mL，于 10mL 容量瓶中，用丙酮稀释至刻度，配置成 10 $\mu$ g/mL 的标准中间液，于 0℃~4℃冰箱内避光保存。
- 3) 标准工作液：精密量取 10 $\mu$ g/mL 的标准中间液 0.1mL，于 1mL 容量瓶中，用丙酮稀释至刻度，配置成 1 $\mu$ g/mL 的标准工作液，于 0℃~4℃冰箱内避光保存。
- 4) 乙腈-甲苯溶液：量取 300ml 乙腈，100ml 甲苯，混匀。

### 3、提取步骤

称取 2g 样品（精确至 0.01g）于 50mL 离心管中，加入 20mL 乙腈，涡旋，超声 10min，离心 5min（5000r/min），移取上清液于 100mL 鸡心瓶中，再向残渣中加入 20mL 乙腈，重复上述步骤，合并上清液。将提取液置于 40℃水浴中旋转蒸发浓缩至近干，用 2mL 正己烷溶解残渣，待净化。

### 4、SPE 净化步骤

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

SPE 柱: Welchrom® TPT, 规格: 2000mg/12mL

活化: 10mL 乙腈-甲苯 (3-1) 溶液, 弃去

上样: 待净化液全部上样, 收集

洗脱: 20mL 乙腈-甲苯 (3-1) 溶液, 收集

浓缩: 40°C水浴旋转蒸发至近干, 用正己烷复溶并定容至 1mL, 待检测。

## 5、注意事项

- 1) 加标水平: 2g 样品中加入 0.1mL 1 $\mu$ g/mL 标准工作液, 定容至 1mL, 因此加标水平为 0.05mg/kg, 最终机度数为 0.1 $\mu$ g/mL。
- 2) 文件中 2g 茶叶先用 5mL 水浸泡 30min, 但 5mL 水不能浸没茶叶, 且用水浸泡后的茶叶目标物回收率较直接用乙腈提取回收率差, 因此提取方法改为直接用乙腈提取。
- 3) 烯虫酯标准工作液不稳定, 应现用现配。

## 6、色谱条件

### 6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m×0.25mm×0.25 $\mu$ m
进样口温度	250°C
升温程序	初始温度为 50°C, 保持 1min; 以 10°C/min 升温至 280°C, 保持 5min
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	2 $\mu$ L

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

## 6.2 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	250°C
四极杆温度	150°C
监测离子 (m/z)	153, 191, 278 (100: 87: 26)
溶剂延迟	18min

## 7、色谱图或者加标回收率结果

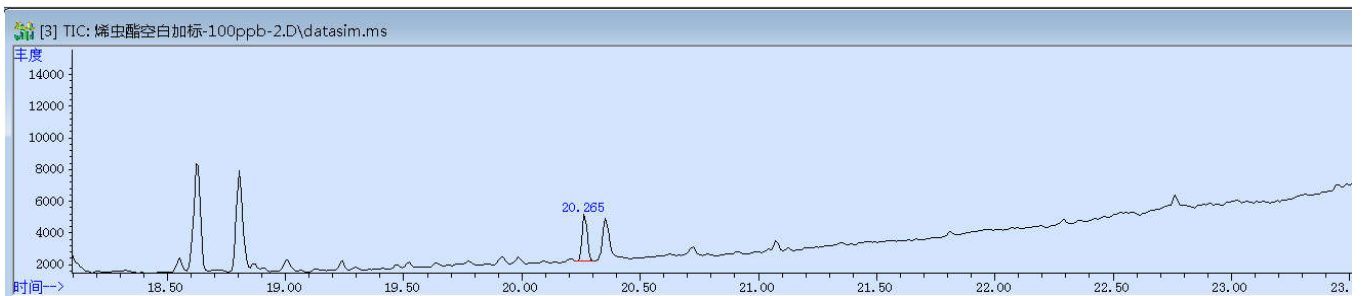


图 1. 烯虫酯空白后加标 0.1 $\mu$ g/mL 图谱

物质	峰号	保留时间	峰宽	面积	开始时间	结束时间
烯虫酯	1	20.265	0.024	43003	20.232	20.295

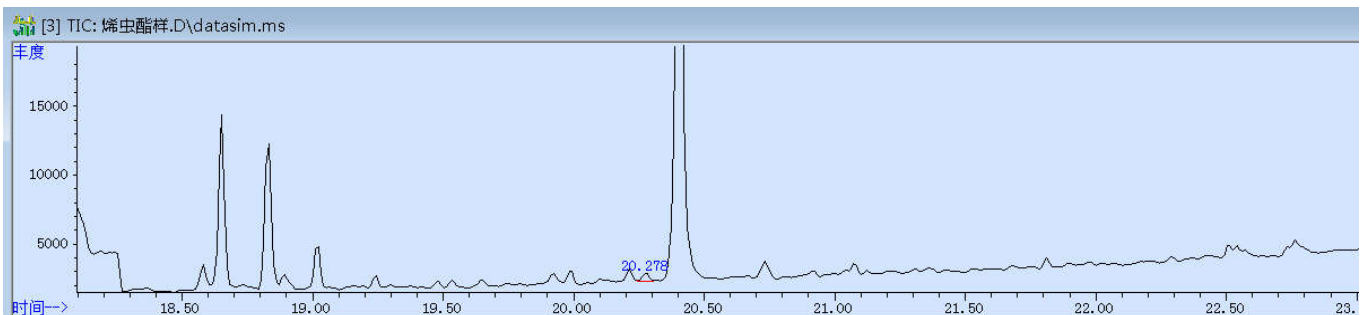


图 2. 茶叶样品空白图谱

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

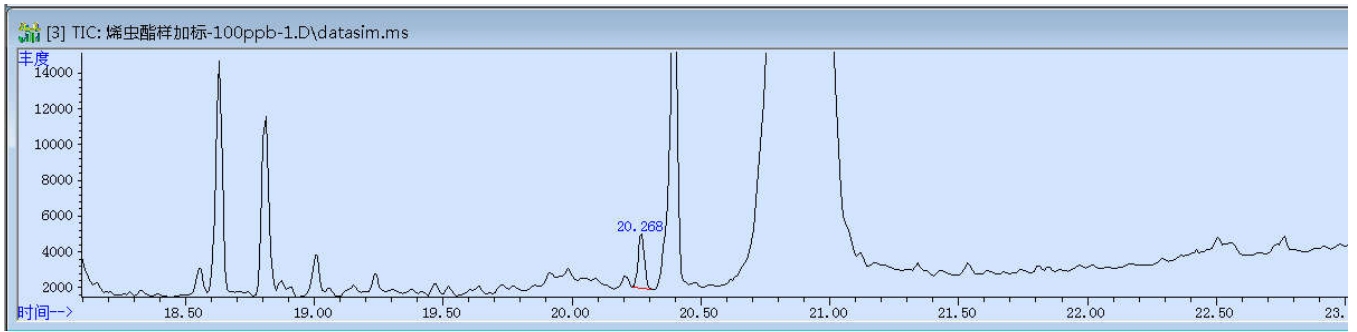


图 3.茶叶样品加标 0.05mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
烯虫酯	0.05mg/kg	102%	0.68%

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00545-20061	SPE 小柱	Welchrom® TPT,2000mg/12ml,20pk 茶叶专用柱
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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS ,30m×0.25mm×0.25μm
	烯虫酯标准品	CAS NO.40596-69-8

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