

# 茶叶中多种有机氯及拟除虫菊酯农药类残留量的测定 GB23204-2008

## 1.适用范围

适用于茶叶中 9 种有机磷农药残留量的测定（本实验采用茶叶为样品）

参考标准：《GB/T 23204-2008 茶叶中 519 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法》

## 2.溶液的配制

- 1) 9 种有机磷农药标准品储备液（固体标准品）/单标：称取适量标准物质，用适量丙酮溶解，浓度为 100 $\mu$ g/mL。
- 2) 9 种有机磷农药标准中间液/混标：准确移取 9 种拟除虫菊酯类农药标准储备液各 1mL，混合并用丙酮稀释至 10mL，浓度为 10 $\mu$ g/mL
- 3) 乙腈-甲苯（3-1）：量取 300mL 正己烷，100mL 甲苯，混匀。

## 3.提取步骤

称取 2.0g 样(粉碎后的样品)，加入 10mL 乙腈，涡旋超声 10min，并离心 8000r/min（5min），准确移取上清液于鸡心瓶中，再加入 10mL 乙腈提取一次，涡旋超声 10min，并离心 8000r/min（5min），合并两次上清液。将得到的上清液置于 40 $^{\circ}$ C 的水浴中，旋蒸至 1mL，待净化。

## 4.SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom<sup>®</sup>TPT 规格：1000mg/6mL。

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



活化：10mL 乙腈-甲苯（3-1），弃去

上样：待净化液上样，收集

洗脱：用 20mL 乙腈-甲苯（3-1），收集于鸡心瓶中，并压干。

浓缩：于 40°C 旋至近干后，加入 5mL 正己烷进行溶剂交换，重复两次，旋至近干后，用正己烷定容至 1mL，待检测。

## 5. 注意事项

1) 加标水平：2g 样中加入 0.01 mL 10 $\mu$ g/mL，最后定容至 1mL，该加标水平为 0.05mg/kg，机读数为 1 $\mu$ g/mL。

## 6. 色谱条件

### 6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-1701 30m*0.25mm*0.25 $\mu$ m
进样口温度	290°C
升温程序	初始柱温 40°C, 保持 1min; 以 30°C/min 升温至 130°C, 再以 5°C/min 升温至 250°C, 再以 10°C/min 升温至 270°C, 保持 5min
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	无分流进样
恒流模式	1.2mL/min
进样量	1 $\mu$ L

### 6.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源（EI）
------	-------------

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

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	6min

## 7. 色谱图或者加标回收率结果

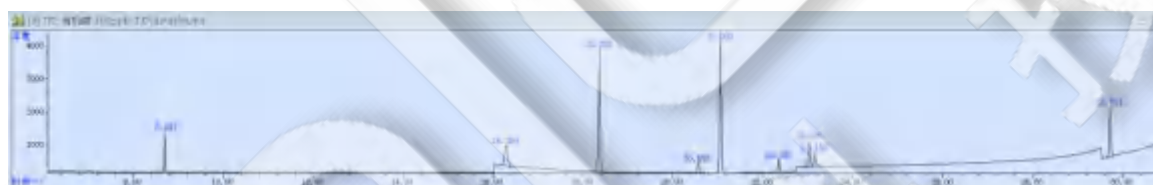


图 1.9 种有机磷标准品 0.1µg/mL 图谱



图 2. 茶叶样过柱图谱

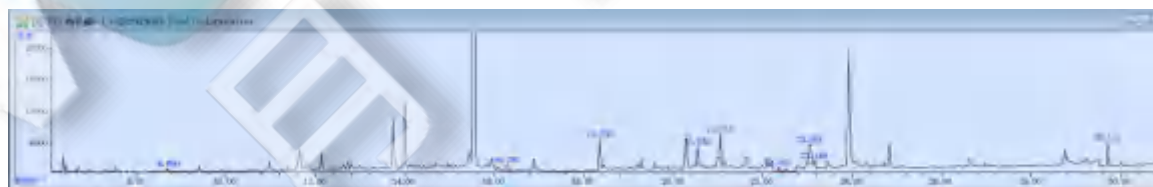


图 3 . 茶叶样加标 0.05mg/kg 过柱图谱

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

表 1. 有机磷类回收表

名称	加标水平	平均回收率	RSD 值
敌敌畏	0.05mg/kg	75%	4.05%
硫线磷		139%	0.54%
二嗪磷		128%	3.96%
乐果		133%	3.28%
皮蝇磷		135%	0.26%
甲基对硫磷		122%	4.16%
杀螟硫磷		136%	0.26%
马拉硫磷		127%	2.26%
三唑磷		159%	2.67%

## 8. 相关产品信息

货号	名称	规格
00545-20011	SPE 小柱	Welchrom® TPT,1000mg/6mL,30pk 茶叶专用柱
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
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
03907-22001	气相色谱柱	WM-1701 30m*0.25mm*0.25um
00826-70151	敌敌畏标准溶液	CAS No.:62-73-7, 1000µg/mL 于甲醇, 1mL
00826-F006S100 MEVC	皮蝇硫磷(皮蝇磷)标准品	CAS No.:299-84-3,100µg/mL 于 甲醇,1.1mL
00826-70406	甲基对硫磷标准溶液	CAS No.:298-00-0, 1000 µg/mL 于甲醇, 1mL
00826-70363	乐果标准溶液	CAS No.:60-51-5, 1000 µg/mL 于甲醇, 1mL
00826-M002P100	马拉硫磷标准品	CAS No.:121-75-5,100mg
00826-C001S100	硫线磷/克线丹标准品	CAS No.:95465-99-9,100µg/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:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

ANVC		
00826-T057P050	三唑磷标准品	CAS No.:24017-47-8,50mg
00826-F008S100A NVC	杀螟硫磷标准品	CAS No.:122-14-5,100 $\mu$ g/mL 于 乙腈,1.1mL
00826-D022S100 ANVC	二嗪磷标准品	CAS No.:333-41-5,100 $\mu$ 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:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com