



绿茶中菊酯类农药残留的分析方法

AF10127

应用及技术服务部

摘要: 本实验重现了 GB/T 23204-2008, 样品经乙腈提取, Cleanert TPT 固相萃取柱净化, DA-1701 气相柱 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm) 分离, 外标法进行定量。结果表明, 菊酯类农药添加量为 0.25 mg/kg 时, 回收率在 60% ~ 100% 之间, 能够满足检测要求。

关键词: 菊酯类; Cleanert TPT

前言

农药残留 (Pesticide residues), 是农药使用后一个时期内没有被分解而残留于生物体、收获物、土壤、水体、大气中的微量农药原体、有毒代谢物、降解物和杂质的总称。农药施用于作物上, 其中一部分附着于作物上, 一部分散落在土壤、大气和水等环境中, 环境残存的农药中的一部分又会被植物吸收。残留农药直接通过植物果实或水、大气到达人、畜体内, 或通过环境、食物链最终传递给人、畜。农药尤其是有有机农药大量施用, 造成严重的农药污染问题, 成为对人体健康的严重威胁。

本实验通过优化前处理方法建立了菊酯类农药在茶叶中的检测方法。

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

Agilent 气相色谱串连质谱仪;

博纳艾杰尔 12 位负压 SPE 装置。

试剂材料

乙腈、甲苯、正己烷为色谱纯; 无水硫酸钠为分析纯; 菊酯类标准品 (纯度 99%);

一次性无菌注射器; Nylon 针式过滤器 (0.22 μm, 直径 13 mm);

Cleanert TPT 固相萃取柱: 2000 mg/12 MI



样品制备

样品提取

称取绿茶 2 g 于 50 MI 离心管中，加乙腈 15 MI，15000 r/min 均质提取 1 min，4200 r/min 离心 5 min，取上清液于鸡心瓶中，残渣用 15 MI 乙腈重复提取一次，合并两次提取液，于 40°C 旋蒸至 1 MI 左右，待净化。

样品净化

在 Cleanert TPT 固相萃取柱中加入约 2 cm 高无水硫酸钠，用 10 MI 乙腈/甲苯（3：1，V/V）预洗小柱，待液体全部流出，将待净化液倒入到固相萃取柱中并进行接收，用 2 MI 乙腈/甲苯（3：1，V/V）洗涤样品瓶，重复三次，并将洗涤液倒入柱中，最后用 25 MI 乙腈/甲苯（3：1，V/V）进行洗脱。收集洗脱液于 40°C 水浴中旋转浓缩至 0.5 MI，加入 5 MI 正己烷进行溶剂交换，重复两次。使样液体积约为 1 MI，过 0.22 μm Nylon 针式过滤器后待测。

以上净化步骤可用 SPE-M08 正压型多功能固相萃取装置完成。

结果与讨论

实验结果

由表 1 可知，采用固相萃取结合气相色谱串联质谱法检测菊酯类农药，加标回收率在 60% ~ 100% 之间，变异系数值小于 10%，能够满足检测要求。

表 1. 绿茶中菊酯类农药加标回收实验结果（添加水平 0.25 mg/kg）

物质名称	保留时间/min	平均回收率	CV
		/%	/%
联苯菊酯	31.6	89.6	6.8
氯菊酯	37.6	87.9	7.4
氟氯氰菊酯	38.9	68.9	5.5
氯氰菊酯	40.1	90.0	9.5
氟氰戊菊酯	40.3	66.5	7.7



氰戊菊酯	41.9	75.9	8.1
溴氰菊酯	44.1	78.5	5.5

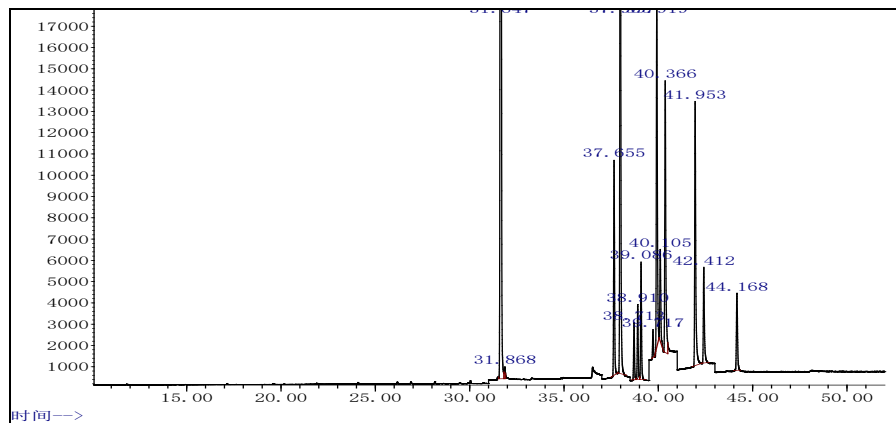


图1. 0.5 µg/ml菊酯类农药标准溶液GC-MS色谱图

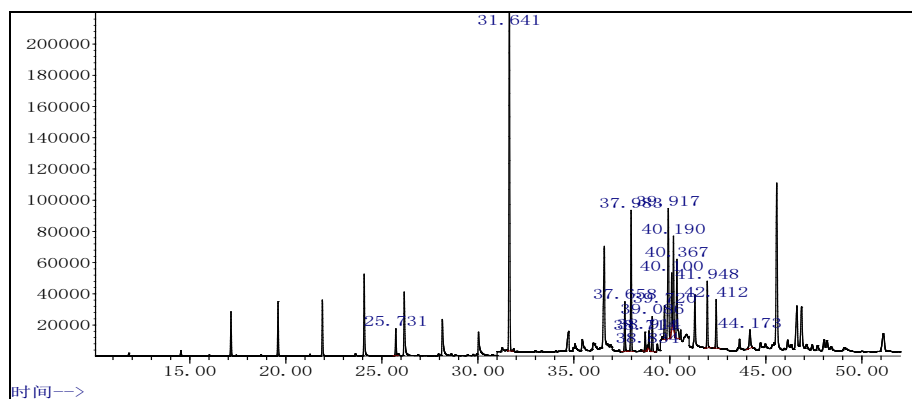


图2. 0.25 mg/kg绿茶基质混合标准溶液GC-MS色谱图

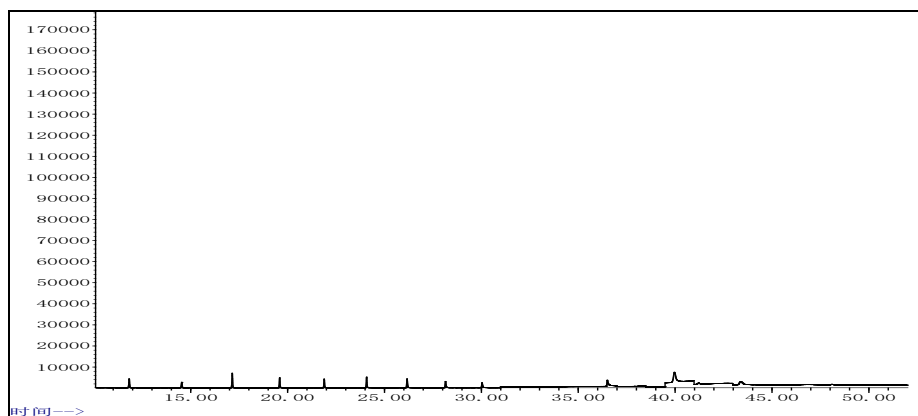


图3. 绿茶基质空白GC-MS色谱图

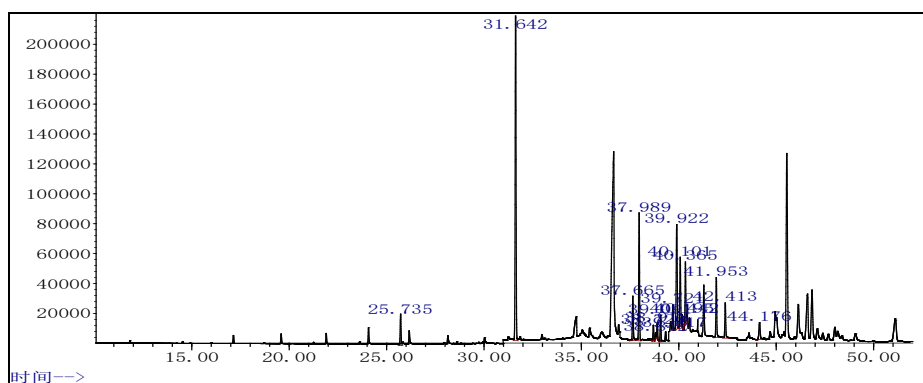


图4. 0.25 mg/kg绿茶基质加标GC-MS色谱图

结论

本实验依据 GB/T 23204-2008 建立了绿茶中菊酯类农药残留量的检测方法,并结合气相色谱串联质谱法对绿茶中菊酯类农药残留的含量进行了测定。对于加标量为 0.25 mg/kg 的绿茶样品,回收率在 60% ~ 100%之间,符合实验要求。

附：相关产品

产品名称	规格描述	包装数量	订货号
Cleanert TPT	2000 mg/12 Ml	20 支/包	TPT200010
DA-1701	30 m × 0.25 m × 0.25 μm	1 支	6125-3002
M08 型正压固相萃取装置	8 通道, 配大体积上样	1 台	SPE-M08
15 位氮吹仪	15 位	1 台	NV15-M
1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk	1109-0519
1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色 橡胶/米色 PTFE 隔垫 45° Shore A; 1.0 mm	100/pk	0915-1819
针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.22 μm	200 个/包	AS021320
一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包	LZSQ-2ML