

解决方案

绿茶中多种农药及其代谢物残留的测定

关键词

QUECHERS; GC-MS; 农残

介绍

我国作为茶叶生产大国，茶叶的质量问题越来越受到重视。为防治病虫害危害，在茶叶种植过程中使用化学农药，使得部分茶叶的农药残留量存在超标问题，这将对人体的神经系统和肝、肾等重要器官产生危害，甚至存在致畸致癌的风险。因此必须对农药的使用加强管理，并对茶叶中农药残留进行相应的测定。

本方法参考《GB 23200.113-2018 食品安全国家标准 植物源性食品中208种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法》，采用分散式固相萃取净化的方式，使用酸化乙腈作为提取溶剂，提取萃取盐包进行盐析，离心后所得上清液于RAYCURE QUECHERS净化管中进行净化，净化液经EVA-60睿科全自动氮吹仪浓缩至近干，加入内标并用乙酸乙酯复溶后，采用气相色谱/质谱联用仪检测，建立了绿茶中多农残的前处理和检测分析方法，具有快速高效、准确度好、重复性高的特点。

绿茶中多种农药及其代谢物残留的测定



我国作为茶叶生产大国，茶叶的质量问题越来越受到重视。为防治病虫害，在茶叶种植过程中使用化学农药，造成部分茶叶的农药残留量存在超标问题，这将对人体的神经系统和肝、肾等重要器官产生危害，甚至存在致畸致癌的风险。因此必须对农药的使用加强管理，并对茶叶中农药残留进行相应的测定。

本方法参考《GB 23200.113-2018 食品安全国家标准 植物源性食品中208种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法》，采用分散式固相萃取净化的方式，使用酸化乙腈作为提取溶剂，提取盐包为RayCure QuEChERS萃取盐包进行盐析，离心后所得上清液于RayCure QuEChERS净化管中进行净化，净化液经EVA-60睿科全自动氮吹仪浓缩至近干，加入内标并用乙酸乙酯复溶后，采用气相色谱/质谱联用仪检测，建立了绿茶中多农残的前处理和检测分析方法，具有快速高效、准确度好、重复性高的特点。

仪器、耗材与试剂

仪器	Raykol Auto EVA 80高通量全自动平行浓缩仪
	Agilent 8890B/7000D气相色谱/质谱联用仪
耗材	RayCure QuEChERS萃取管（货号：RC-50070）
	RayCure QuEChERS净化管（货号：RC-15097）
	RayCure QuEChERS陶瓷均质子（货号：RC-5003C）
	Agilent CP9151 VF-1701MS (30 m x 250 μm x 0.25 μm)
	有机相微孔滤膜：0.22 μm
试剂	乙腈（HPLC级）、乙酸乙酯（HPLC级）、冰醋酸（分析纯）、环氧七氯B使用液：2 μg/mL
	109种A组农药混合标准储备溶液：50 μg/mL
	7113种B组农药混合标准储备溶液：50 μg/mL

样品制备

提取

称取2g试样（精确至0.01g）于50mL塑料离心管中，加入1颗陶瓷均质子，加10mL水涡旋混匀，静置30min



准确加入15mL1%醋酸乙腈溶液和提取盐包（RC-50070，内含6g无水硫酸镁、1.5g醋酸钠）



盖上离心管盖，用V12振荡器以550rpm的速度剧烈震荡1min，以4200r/min离心5min，取上清液备用

净化

准确吸取8mL上清液于到15mL净化管中（RC-15097，内含1200mg硫酸镁、400mgPSA、400mgC₁₈及200mgGCB）



涡旋混匀1min后，4200r/min离心5min



准确吸取2mL上清液于EVA 80浓缩试管中，35℃水浴下氮气吹至近干

加入1mL乙酸乙酯复溶和内标溶液，涡旋混匀后过0.22 μm有机相微孔滤膜，于气相色谱质谱联用仪检测



EVA 80全自动平行浓缩仪

乙腈		保存
试管最大体积(ml)	15.0	试管架类型
溶剂	酸化乙腈	浓缩体积(ml)
气压(psi)	2.0	浓缩温度(°C)
针进样速度(mm/min)	1.0	氮吹针起始修正参数(mm)
浓缩时间(min)	35.0	工作模式
设备名	EVA60	倒计时浓缩

图-1 EVA 80氮吹浓缩条件

检测条件-气相色谱质谱联用条件

GC程序升温程序：初始温度40℃，保持1min；以40℃/min速度升温至120℃；以5℃/min升温至240℃，以12℃/min升温至300℃，保持6min。

进样口温度280℃，不分流进样，隔垫吹扫流量为3mL/min，进样量1.0μL；载气为高纯氮气，恒流模式，流速为1.0mL/min；离子源温度280℃，接口（传输线）温度280℃。

结果与讨论

选取绿茶空白基质样品，添加20 μg/L、40 μg/L、100 μg/L质量浓度水平的208种农药及其代谢物，使用上述前处理步骤进行加标回收验证，样品平均回收率如下表-1。

- 应准确移取、分取酸化乙腈的体积，否则易造成回收率不稳定、重复性差。
- 应先加入提取溶剂酸化乙腈后，再加入提取盐包，之后须立即振摇以防止结块；且剧烈振摇时间为1min左右，每个样品的振摇时间和频率应尽量一致。
- 萃取放热（提取包中的无水硫酸镁遇水会放出大量的热）可能对热不稳定农药的回收率造成影响，因此可通过较低的提取温度来提高回收率。
- 净化后的样液进行水浴氮吹浓缩时，不可完全吹干，否则回收率会大大降低。

表-1. 绿茶中A、B组部分农残加标回收率及相对标准偏差结果（n=4）

检测项目	20 μg/L		40 μg/L		100 μg/L	
	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
乙酰甲胺磷	87.72	9.33	84.89	3.1	88.43	2.6
乙草胺	91.57	2.98	86.37	2.89	86.1	1.16
苯草醚	81.46	6.45	77.88	2.88	87.24	4.22
甲草胺	94.54	0.82	88.14	3.6	85.82	3
烯丙菊酯	86.81	4.08	81.52	3.04	90.28	4.03
α-六六六	86.33	4.15	83.81	0.18	83.64	2.9
α-硫丹	79.38	11.19	73.63	1.49	79.16	2.33
莎稗磷	92.63	1.71	87.66	2.36	87.96	0.42
脱乙基莠去津	100.54	7.36	89.33	5.3	78.57	0.55
β-硫丹	95.78	13.35	83.59	1.3	80.18	4.31
联苯菊酯	71.61	8.72	78.54	7.1	92.98	5.87
啶酰菌胺	89.92	2.94	84.35	1.16	78.33	1.77
除草定	95.98	8.99	88.19	2.68	87.53	2.37
溴苯烯磷	96.31	3.67	91.44	2.21	87.32	0.63
溴硫磷	87.82	2.48	83.74	2.74	85.57	3
溴螨磷	92.73	1.8	84.7	2.88	85.06	2.37
乙啶酚磷酸酯	101.57	0.08	91.8	1	81.22	3.13
三硫磷	86.31	4.84	85.84	1.89	85.27	2.82

检测项目	20 μg/L		40 μg/L		100 μg/L	
	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
虫螨磷-1	88.47	4.29	84.1	1.57	85.89	2
虫螨磷-2	89.38	1.97	82.94	4.25	84.89	4.01
环草敌	85.45	5.04	81.58	2.25	82.22	3.03
环氟菌胺	109.3	2.77	96.77	2.52	89.41	4.81
氟氯菊酯	101.21	3	96.98	2.22	87.62	2.58
脱叶磷	87.13	10.42	84.35	2.86	82.82	3.58
溴氯菊酯	102.67	1.19	94.19	6.75	89.04	3.78
除线磷	91.31	2.98	84.61	0.87	84.34	2.45
敌草腈	87.58	3.95	84.67	2.47	83.46	2.41
敌敌畏	95.84	3.24	90.04	5.91	94.01	3.2
氯硝胺	83.47	5.47	81.42	2.42	82.25	1.01
三氯杀螨醇	80.39	5.82	77.84	2.38	81.85	3.47
乐果	89.9	0.61	87.07	3.97	95.16	1.42
敌噻磷	88.51	2.01	76.81	5.95	92.46	0.44
灭菌磷	78.77	15.01	75.58	6.5	76.79	0.31
敌瘟磷	87.59	2.41	92.82	5.47	86.88	7.35
异狄氏剂	84.42	12.95	84.5	6.88	82.78	2.1
苯硫磷	77.1	3.99	75.58	2.4	85.4	1.69

总结

- 本方法参考《GB 23200.113-2018 食品安全国家标准 植物源性食品中208种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法》，对于目标化合物农药的萃取和绿茶样品中叶绿素、有机酸等杂质的净化，本方法采用RayCure QuEChERS系列产品，从提取到净化一站式服务，不仅操作方便且净化效果好，提供了快速、准确的多农残前处理方案。
- 配合使用睿科Auto EVA 80高通量全自动平行浓缩仪，提高实验室样品前处理的效率，氮吹针的液面追踪系统，使得浓缩过程省时、省气、省力。



睿科集团股份有限公司
RayKol Group Corp., Ltd.

智能化、自动化实验室整体解决方案

网址: www.raykol.com

电话: 400-885-1816

邮箱: info@raykol.com



本文中的信息、说明和技术指标如有变更, 恕不另行通知

© 睿科集团股份有限公司

2020 年 10 月版