

T/GZTPA

团体标准

T/GZTPA 0004- 2019

茶叶中多种农药残留测定液相色谱法

Determination of pesticide residues in tea by liquid chromatography

2019-12-26 发布

2020-01-01 实施

贵州省绿茶品牌发展促进会发布

目 次

前言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器与设备.....	2
6 分析步骤.....	2
7 平行试验及空白试验.....	3
8 结果计算.....	3
9 精密度.....	4

T/GZTPA

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则第 1 部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由贵州省农产品质量安全监督检验测试中心提出。

本标准由贵州省绿茶品牌发展促进会归口。

本标准起草单位：贵州省农产品质量安全监督检验测试中心、贵州大学。

本标准主要起草人：庞宏宇 罗华兰 蔡滔 王艺蓉 王晓鹭 卢平 王震 杜楠 周雪丽 丁静

T/GZTPA

茶叶中多种农药残留测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了同时测定茶叶中吡虫啉、啶虫脒、多菌灵、除虫脲、灭幼脲、辛硫磷和阿维菌素多种农药残留的检测方法。

本标准适用于我省县级农产品质量安全检测站开展茶叶生产基地茶叶中农药残留例行监测和风险评估时使用。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规则和试验方法

GB/T 8302 茶 取样

3 原理

茶叶样品经水浸泡后乙腈高速匀浆提取，盐析离心，氨基固相萃取小柱净化，用乙腈+甲苯（3:1）洗脱农药，用液相色谱测定，以保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 乙腈：色谱纯

4.2 甲苯：色谱纯

4.3 氯化钠：分析纯

4.4 提取液：乙腈

4.5 淋洗液：乙腈+甲苯= 3:1 (V:V)

4.6 氨基固相萃取小柱：6mL/500mg 或相当

4.7 滤膜：0.20 μm ，有机相滤膜

4.8 农药标准溶液：具有有效性证书

4.9 标准溶液配制

4.9.1 单一组分标准溶液：

用移液管准确量 1000 $\mu\text{g/mL}$ 各标准品 1.00mL，用甲醇定容 10mL，配制成 100.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准储备液，0~4 $^{\circ}\text{C}$ 冷藏避光保存。

4.9.2 混合标准储备液：

将配置好的单一组分标准溶液（4.10.1）用甲醇作为溶剂配置成 $10.0 \mu\text{g}/\text{mL}$ 混合标准储备液， $0\sim 4^\circ\text{C}$ 冷藏避光保存。

4.9.3 混合标准工作液

用 15% 甲醇水溶液作为溶剂将混合标准储备液稀释成 $0.1 \mu\text{g}/\text{ml}$ 的混合标准工作溶液，临用现配。

5 仪器与设备

5.1 液相色谱仪：配有可变波长紫外检测器

5.2 旋转蒸发器

5.3 匀浆机：转速不低于 $10000\text{r}/\text{min}$

5.4 离心机：转速不低于 $4000\text{r}/\text{min}$

5.5 天平：百分之一

6 分析步骤

6.1 试样的制备

按 GB/T 8302 抽取茶叶样品，将样品粉碎，混匀，缩分，密封，作为试样。试样于 4°C 冷藏保存，备用。

6.2 提取

称取 5g 试样（精确至 0.01g ），于 50mL 离心管中，加入 10mL 纯水浸泡 20min 加入 20.0mL 乙腈，在匀浆机中高速匀浆 2min ，加入 4g 氯化钠，盖上盖子剧烈震荡 1min ，将离心管放入离心机中以 $4000\text{r}/\text{min}$ 离心 5min ，取 10mL 上清液于梨形瓶中， 45°C 旋转蒸发至 1mL 左右，待净化。

6.3 净化

用 5mL 淋洗液（4.6）预淋洗氨基固相萃取小柱，弃去流出液。下接梨形瓶，将 6.2 中待净化的浓缩液转移至氨基固相萃取柱中，用 2mL 淋洗溶液洗涤梨形瓶；并将洗涤液移入萃取柱中，重复三次，再用 25mL 淋洗液淋洗小柱，收集上述所有流出液于梨形瓶中， 45°C 水浴旋转蒸发至近干，用甲醇水溶液（15:85）定容 1mL ，用液相色谱仪测定。

6.4 测定

6.4.1 仪器条件

a) 色谱柱：C18 柱， $4.6\text{mm}\times 5\mu\text{m}\times 25\text{cm}$ ；

b) 流动相、梯度洗脱及波长条件见表 1，表 2

表 1 洗脱梯度

时间 min	水 %	甲醇/乙腈 (7+3) %
0.00	85	15
20.00	0	100
23.00	0	100
23.01	85	15
30.00	85	15

表 2 波长条件设置

时间/min	0	6.00	12.30	13.10	18.00	29.00
波长/nm	254	270	247	286	245	254

c) 柱温: 40 °C;

d) 流速: 1.0 mL /min;

e) 进样量: 10 μL;

6.4.2 液相色谱检测及确证

在相同的条件下进行样品测定,以保留时间定性。以样品溶液峰面积与标准溶液峰面积比较定量(定量时标准溶液的峰面积与样品峰面积在3倍范围内)。色谱图参见附录B。

7 结果计算

试样中被测农药残留量以质量分数 w 计,单位以毫克每千克 (mg/kg) 表示,按公式 (1) 计算。

$$w = \frac{V1 \times A \times V3 \times C_s}{m \times V2 \times A_s} \quad (1)$$

式中:

w — 试样中被测物残留量,单位为毫克每千克 (mg/kg);

C_s — 基质标准工作溶液中农药的浓度,单位为微克每毫升 (μg/mL);

A — 试样溶液中被测物的色谱峰面积;

A_s — 基质标准工作溶液中被测物的色谱峰面积；

V_1 — 提取溶剂总体积，单位为毫升（mL）；

V_2 — 吸取出用于检测的提取液的体积，单位为毫升（mL）；

V_3 — 试样最终定容体积，单位为毫升（mL）；

m — 试样溶液所代表试样的质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的15%。

T/GZTPA

附录 A

(参考性附录)

农药检测检出限参考数据

吡虫啉、啶虫脒、多菌灵、除虫脲、灭幼脲、辛硫磷和阿维菌素检出限参考数据

序号	中文名	英文名	保留时间 min	检出限 mg/kg
1	吡虫啉	Imidacloprid	11.887	0.03
2	啶虫脒	Acetamiprud	12.021	0.03
3	多菌灵	Carbendazim	13.518	0.05
4	除虫脲	Diflubenzuron	21.265	0.03
5	灭幼脲	Chlorbenzuron	21.724	0.04
6	辛硫磷	Phoxim	22.342	0.05
7	阿维菌素	Avermectins	25.421	0.05

附录 B
(资料性附录)
液相标准溶液色谱图

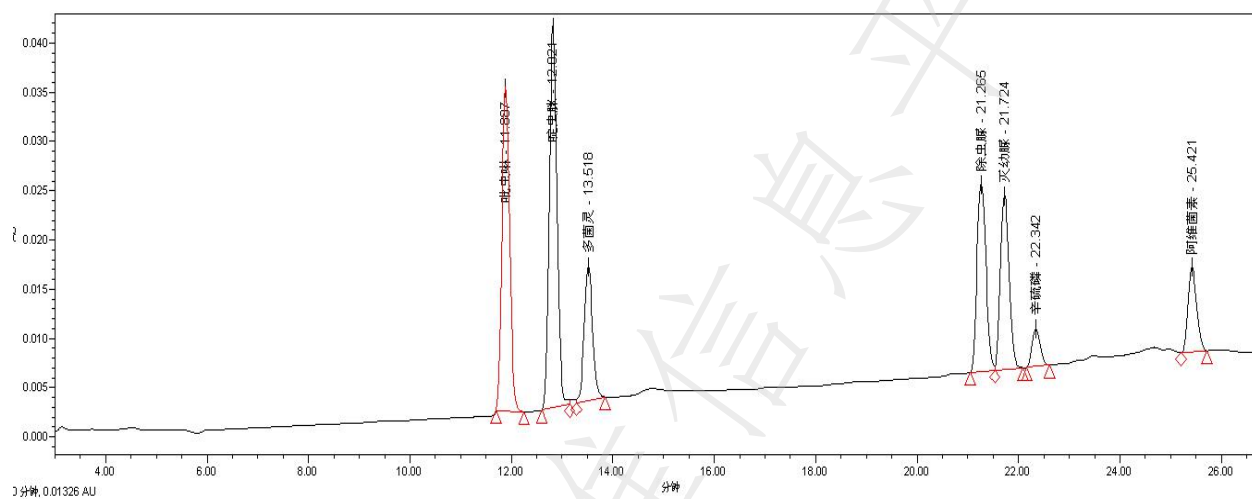


图 1 吡虫啉、啉虫脒、多菌灵、除虫脲、灭幼脲、辛硫磷
和阿维菌素标准溶液色谱图