

茶叶中甲胺磷及噻虫嗪的测定 GB/T 20770-2008

1、适用范围

适用于茶叶中甲胺磷及噻虫嗪的测定。

参考标准：《GB/T 20770-2008 粮谷中 486 种农药及化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》

2、溶液的配置

甲胺磷、噻虫嗪标准使用液/混标：浓度为 1mg/L。

3、提取步骤

称取 5g 茶叶于 50mL 具塞离心管中，加入 5g 无水硫酸钠，加入 25mL 乙腈，涡旋混匀 2min，超声提取 10min，9000r/min 离心 5min；上清液移至 100mL 鸡心瓶中，残渣中再以 2*15mL 乙腈提取两次，合并上清液，30℃旋转蒸发至 0.5mL 以下，加入 2mL 乙酸乙酯-环己烷（1：1）溶解残留物，残液经 0.22 微米滤头过滤于 15mL 离心管中，再以 3mL 乙酸乙酯-环己烷（1：1）分两次润洗鸡心瓶，润洗液一并过滤于同一离心管中，以乙酸乙酯-环己烷（1：1）定容至 10mL，待净化。

4、净化步骤

凝胶渗透色谱条件如下：

GPC 仪器型号	月旭 GPC-1600 凝胶色谱仪
凝胶色谱柱	月旭 Bio-Beads S-X3 凝胶色谱柱，规格 25×400mm
流动相	乙酸乙酯-环己烷（1:1）
流速	5.0 mL /min
进样量	5.0mL
收集时间	19-30min
波长	254nm

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：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

将待净化液经凝胶色谱柱以乙酸乙酯-环己烷（1:1）洗脱，流速 5mL/min，收集 19-30min 流分，将其旋转蒸发至 1mL 左右，加入 2mL 甲醇，再次旋转蒸发至 1mL 左右，再加入 2mL 甲醇；旋转蒸发至近干，准确加入 5mL 甲醇润洗鸡心瓶。取 1mL 经 0.22 μ m 滤头过滤后，留待 LC-MS 分析。

5、注意事项

- 1) GPC 柱启用前以 1mL/min 冲洗 1-2h 后使用效果更佳。
- 2) 加标水平：5g 样中，添加 0.2mL、0.02mL 1mg/L 标准使用液，得到加标水平为 0.04mg/kg、0.004mg/kg。最终定容到 5mL，机读数为 0.02mg/L、0.002mg/L。
- 3) 提取液旋蒸浓缩后，使用乙酸乙酯-环己烷（1:1）过滤转移至离心管过程中，可将提取液及润洗液合并于注射器中再进行过滤。
- 4) 样品经过凝胶色谱柱后，浓缩完成后使用甲醇复溶时，可使用涡旋混匀及超声使得复溶更完全。

6、液相色谱串联质谱测定条件

仪器型号	AB SCIEX QTRAP 4500
色谱柱	Agilent RRHD C18, 2.1*50mm, 1.8 μ m
进样量	1 μ L;
柱温	40℃
流动相	A: 0.1%甲酸水；B: 甲醇
流速	0.2mL/min

梯度洗脱程序

时间	A	B
0	60	40
2	40	60
5	15	85
6	0	100
7	0	100
8	60	40
9	60	40

电离源模式：电喷雾离子化

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：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

电离源极性：正模式

雾化气：氮气

雾化气压力：0.28MPa

离子喷雾电压：4000V

干燥气温度：350℃

干燥气流速：10L/min

监测离子对见下表

名称	定量离子	定性离子
甲胺磷	142.1/94.0	142.1/125
噻虫嗪	292.1/211.2	292.1/181.1

7、色谱图或者加标回收率结果

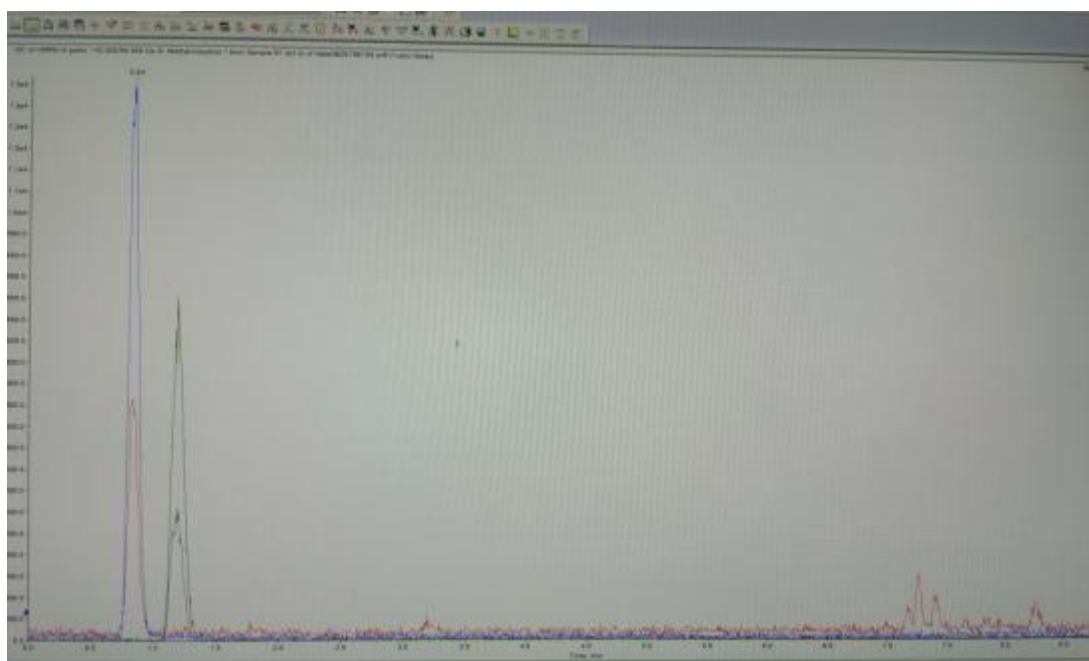


图 1.甲胺磷噻虫嗪标准品 2ng/mL 图谱

相关峰信息

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。

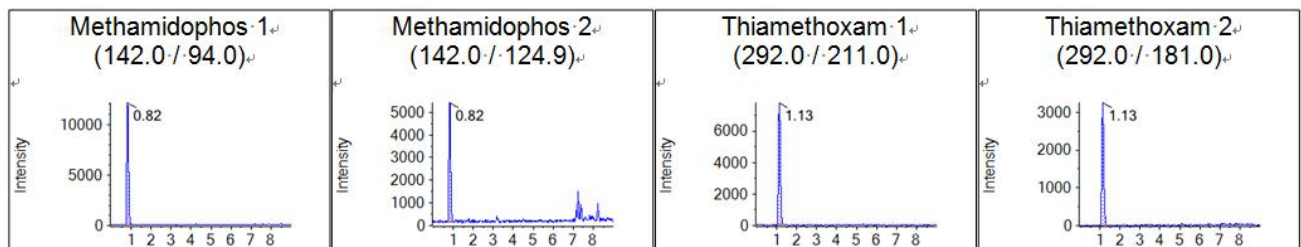
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

Results Summary

Analyte Peak Name	Area (cps)	Target conc. (ng/mL)	Calculated Concentration (ng/mL)	Analyte RT (min)	S/N
Methamidophos 1	6.874e+04	N/A	<2 points	0.82	992.2
Thiamethoxam 1	5.228e+04	N/A	<2 points	1.13	914.1

Peak View



分页符

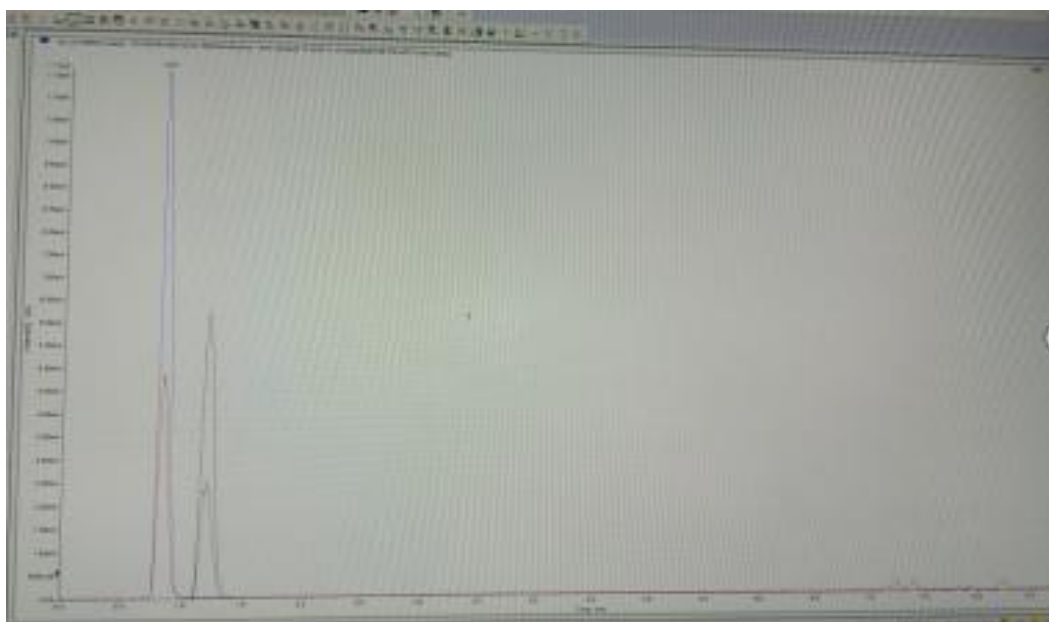


图 2.甲胺磷噻虫嗪标准品 20ng/mL 图谱

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

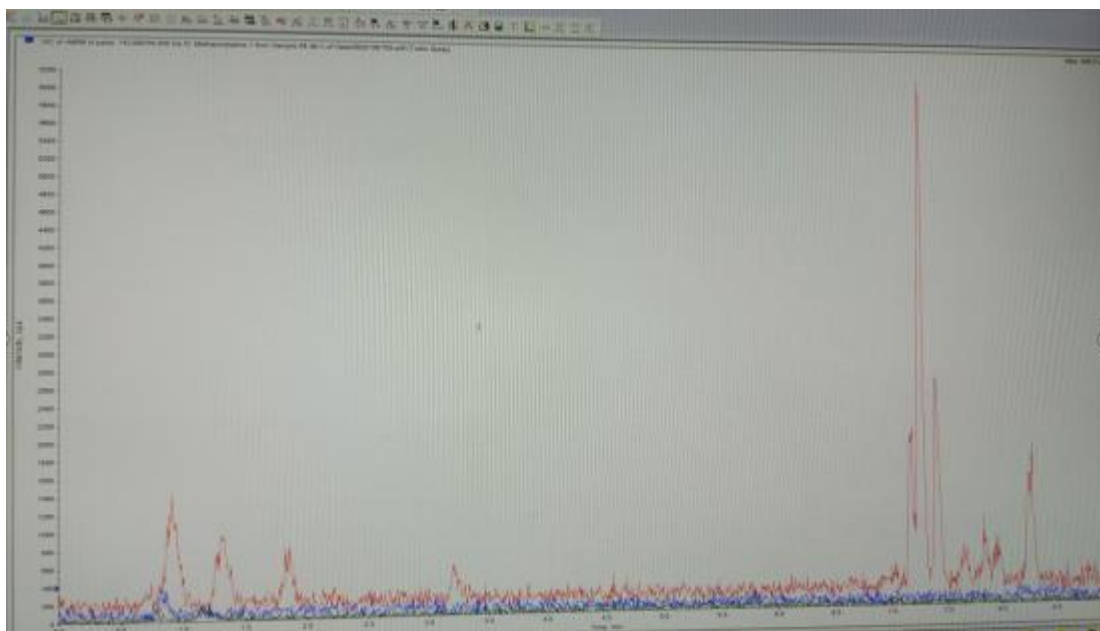


图 3.茶叶样品空白图谱

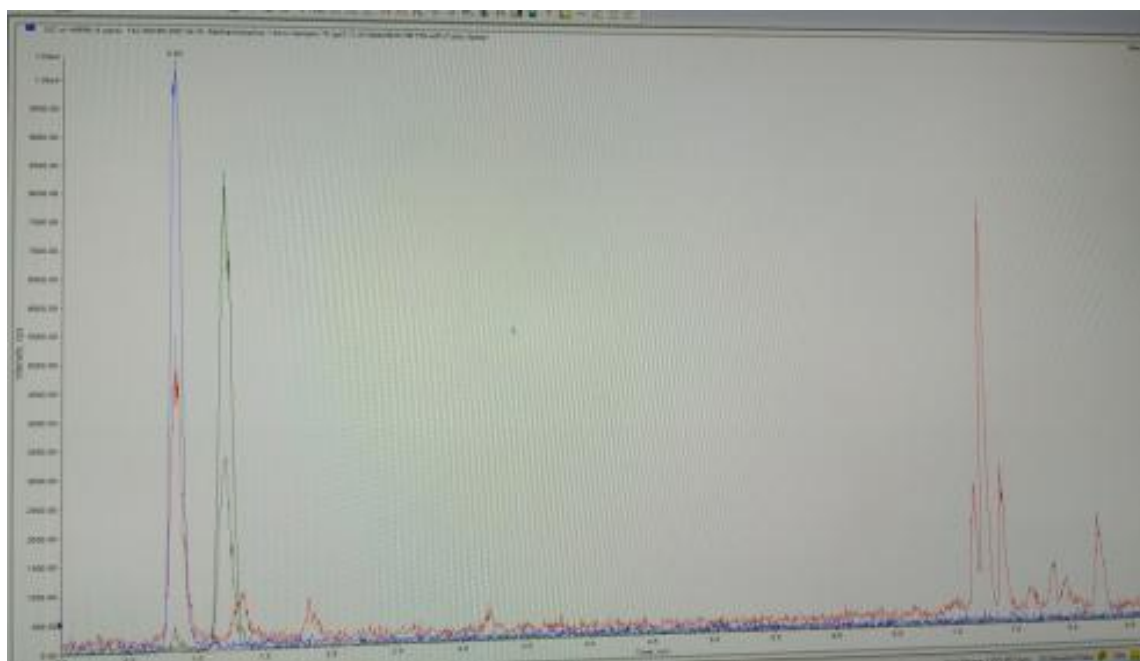


图 4.茶叶样品加标 4.0ng/g 图谱

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

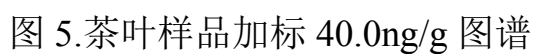


表 2：加标回收率

邮编: 321000 E-mail: linyuyu@welchmat.com