

茶叶中有机氯的测定 GB/T23376-2009

1、适用范围

适用于茶叶中 11 种（p, p' -DDD 六氯苯、 α -六六六、 γ -六六六(林丹)、七氯、 δ -六六六、环氧七氯（外环氧七氯 B）、p, p' -DDE、安特灵(异狄氏剂)、o, p' -DDT、p, p' -DDT）有机氯的测定（本实验选用样品为绿茶茶叶）

参考标准：《GB/T23376-2009 茶叶中农药多残留的测定 气相色谱/质谱法》

2、溶液的配制

准确量取适量 11 种单标溶液，用丙酮溶液稀释为浓度为 1mg/L 的混合标准使用液。

3、提取步骤

称取 5g 样品于 50ml 具塞离心管中，加入 5g 无水硫酸钠，加入 20 mL 乙腈，充分摇匀并超声提取 30min；再加入 2*20mL 乙腈提取两次。上清液合并于旋转蒸发瓶中，40℃浓缩至 1ml 左右，加入 2mL 乙酸乙酯-环己烷（1：1）溶液，再浓缩至 1mL 左右，如此重复三次，直到溶剂完全转化为乙酸乙酯-环己烷（1：1）。将残液取出，用乙酸乙酯-环己烷（1：1）定容至 10mL。待净化。

4、净化步骤

4.1、凝胶渗透色谱净化步骤：

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

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

收集时间	17-32min
波长	254nm



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 17-32min 流分，将其旋转蒸发至干，加入 10mL 正己烷溶解残渣，待 SPE 净化。

4.2.SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Florisil PR，规格：1000 mg/6mL。

活化：5mL 正己烷，弃去；

上样：待净化液全部上样，收集流出液于 100mL 鸡心瓶中；

淋洗：10mL 正己烷，收集流出液于 100mL 鸡心瓶中；

洗脱：10mL 10%丙酮/正己烷，收集流出液于 100mL 鸡心瓶中；

35℃旋蒸至干，用丙酮定容至 1ml，过 0.22μm 有机系滤膜后上 GC 检测。

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

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) SPE 净化过程中需保持 SPE 小柱湿润。
- 3) 整个 SPE 净化过程流速不宜过快，保持在 1-2mL/min 为宜。
- 4) 加标水平：5g 样中，添加 0.2mL 1mg/L 标准使用液，得到加标水平为 0.04mg/kg。最终定容到 1mL，机读数为 0.1mg/L。
- 5) 国标上要求的提取方法为二氯甲烷-乙腈（1-1）萃取仪提取，凝胶渗透色谱净化，气相色谱/质谱测定，此处改为乙腈浸泡超声提取，凝胶渗透色谱+SPE 小柱净化，简化了提取方法，提高了净化效果。

6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	WM-5MS, 30.0m×0.25mm×0.25μm
进样口温度	220℃
检测器（ECD）温度	300℃
载气	N ₂ , 尾吹气流速：60mL/min;
进样方式	不分流进样
载气流量	1.6mL/min
进样量	5μL
升温程序	60℃保持 0.3min, 60℃/min 升到 180℃, 保持 2min, 10℃/min 升到 230℃, 保持 2min; 2℃/min 升到 260℃, 保持 11.5min; 20℃/min 升到 270℃, 保持 4min;

7、色谱图或者加标回收率结果

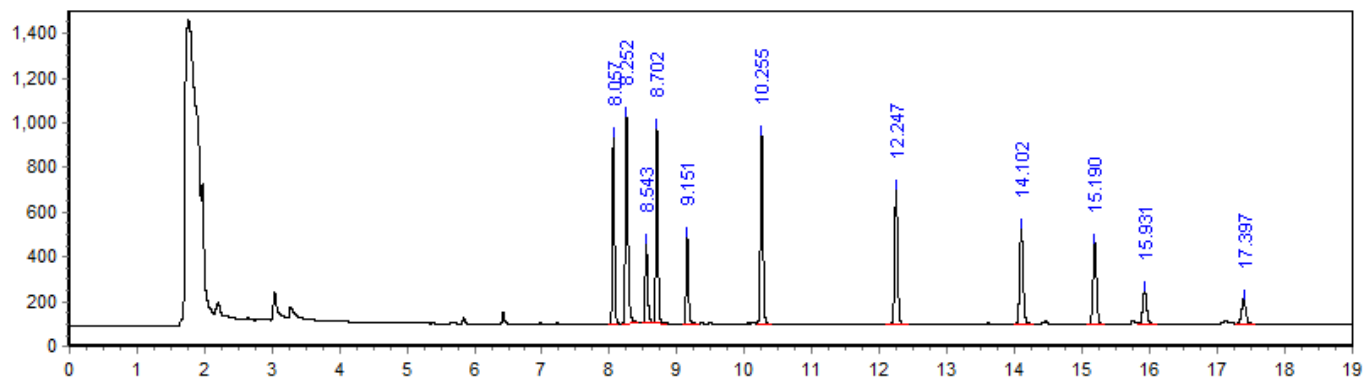


图 1.11 种有机氯标准品 0.1mg/L 图谱

表 1：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间	峰高 /Hz	峰面积 /[Hz*s]	相对峰面积	分离度	塔板数
1	六氯苯	8.057	841.17	1834.47	11.3166	0	312860
2	α -六六六	8.252	930.1	2511.35	15.4923	3.125	242803
3	β -六六六	8.543	360.42	910.92	5.6194	4.423	274154
4	γ -六六六	8.702	874.02	1943.83	11.9913	2.568	355370
5	七氯	9.151	394.29	930.6	5.7408	7.601	370791
6	δ -六六六	10.255	845.12	2239.12	13.8129	17.072	347461
7	环氧七氯	12.247	607.05	1878.18	11.5863	26.557	367519
8	p, p'-DDE	14.102	430.61	1538.33	9.4898	21.469	372144
9	异狄氏剂	15.19	360.78	1323.48	8.1644	11.631	407558
10	o, p'-DDT	15.931	150.9	622.77	3.8418	7.407	365499
11	p, p'-DDT	17.397	110.48	477.28	2.9443	13.611	395293

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

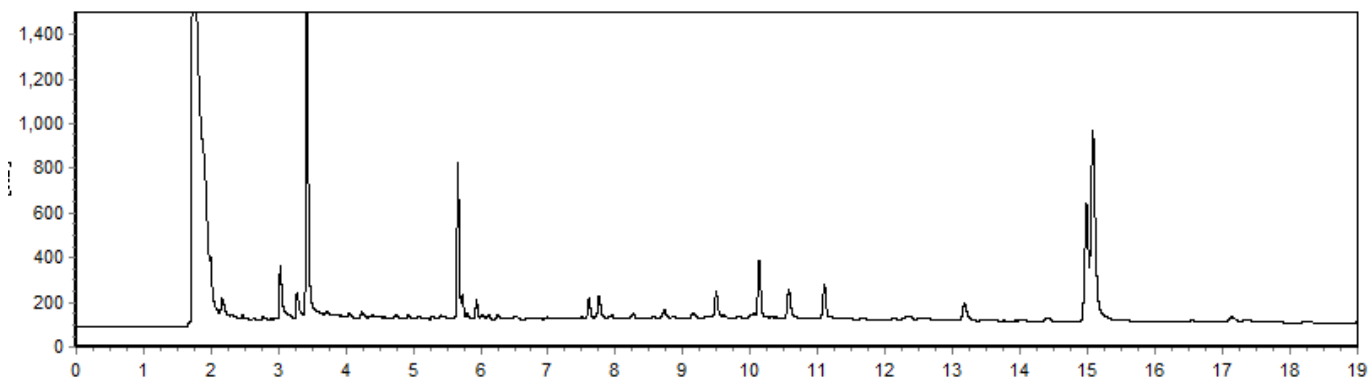


图 2.茶叶样品空白图谱

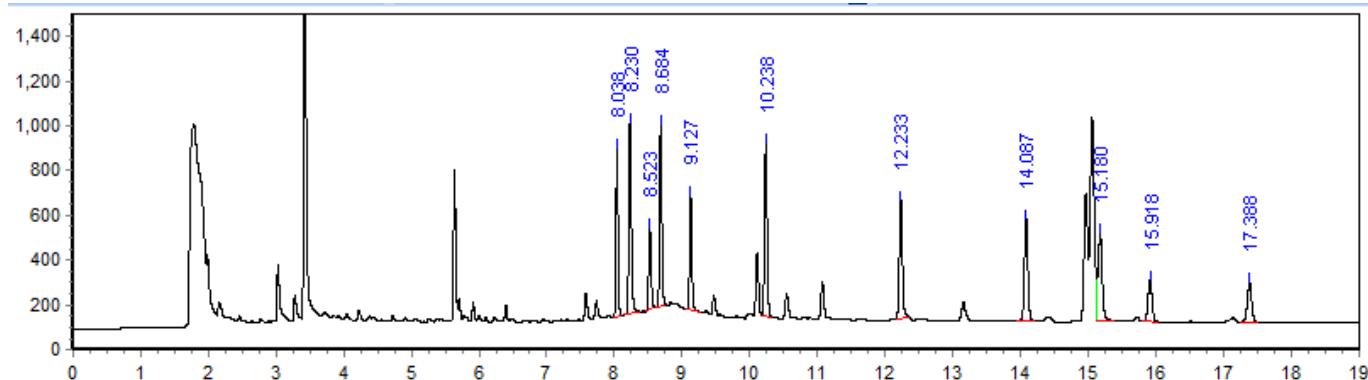


图 3.茶叶加标 40.0ng/g 图谱

表 2：加标回收率

分类	加标水平 ng/g	回收率/%	RSD (n=2) /%
六氯苯	40	93.02%	4.49
α-六六六		91.84%	2.71
β-六六六		102.77%	4.71
γ-六六六		100.12%	3.95
七氯		132.46%	2.60
δ-六六六		95.35%	3.27
环氧七氯		93.57%	1.64
p, p'-DDE		108.22%	2.19
异狄氏剂		131.55%	2.17
o, p'-DDT		128.44%	2.53
p, p'-DDT		136.09%	1.76

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

8.相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20007	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR ,1000mg/6mL 30pk
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	Welch Bio-Beads SX3 400*25mm
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
00837-05002	15mL 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, 15ml, 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
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
03904-22001	气相色谱柱	WM-5 MS 30m*0.25mm*0.25um
00826-D007S100ANVC	o, p' -DDT 标准品	CAS No. :789-02-6, 100μg/ml 于 乙腈, 1. 1ml
00826-D008S01MANVC	p, p' -DDD 标准品	CAS No. :72-54-8, 1000μg/ml 于 乙腈, 1. 1ml
00826-D010S01MMEVC	p, p' -DDE 标准品	CAS No. :72-55-9, 1000μg/ml 于 甲醇, 1. 1ml
00826-D011S100MEVC	p, p' -DDT 标准品	CAS No. :50-29-3, 100μg/ml 于 甲醇, 1. 1ml
00826-E010S01MMEVC	安特灵(异狄氏剂)标准品	CAS No. :72-20-8, 1000μg/ml 于 甲醇, 1. 1ml
00826-H006S01MMEVC	α -六六六标准品	CAS No. :319-84-6, 1000μg/ml 于 甲醇, 1. 1ml
00826-H008S01MACVC	δ -六六六标准品	CAS No. :319-86-8, 1000μg/ml 于 正己烷, 1ml
00826-H009S100MEVC	γ -六六六(林丹)标准品	CAS No. :58-89-9, 100μg/ml 于 甲醇, 1. 1ml
00826-H010S100MEVC	七氯标准品	CAS No. :76-44-8, 100μg/ml 于 甲醇, 1. 1ml
00826-H012S01MANVC	环氧七氯(外环氧七氯 B)标准品	CAS No. :1024-57-3, 1000μg/ml 于 乙腈, 1. 1ml
00826-H017S100MEVC	六氯苯标准品	CAS No. :118-74-1, 100μg/ml 于 甲醇, 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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com