

(GB/T 23204-2008, GB/T 23205-2008) 茶叶中519种农药及相关化学品残留量的测定 (GC-MS法) 和茶叶中448种农药及相关化学品残留量的测定 (LC-MS/MS法)

应用编号: MF10004

1. 气相色谱质谱法测定

1.1 样品提取

称取 5 g 试样(精确至 0.01 g), 于 80 mL 离心管中, 加入 15 mL 乙腈, 用均质器在 15000 r/min 均质提取 1 min, 将离心管放入离心机, 在 4200 r/min 离心 5 min, 取上清液, 置于 100 mL 鸡心瓶中。残渣用 15 mL 已经重复提取一次, 离心, 合并两次提取液, 将提取液于 40°C 水浴用旋转蒸发器旋转蒸发至约 1 mL, 待净化。

1.2 净化方法

在 Cleanert® TPT 柱中加入约 2 cm 高无水硫酸钠, 置于 Qdaura® 卓睿全自动固相萃取仪中, 上述提取液全部转移至上样管中。10 mL 乙腈+甲苯(3+1)活化, 加样, 用 25 mL 乙腈+甲苯(3+1)洗涤小柱, 同时收集上样液和淋洗液, 取出收集管, 并在 40°C 水浴中旋转浓缩至约 0.5 mL。加入 2×5 mL 正己烷进行溶剂交换两次, 最后使样液体积约为 1 mL, 加入 40 µL 内标溶液, 混匀, 用于气相色谱-质谱测定。

2. 液相色谱-串联质谱法测定

2.1 样品提取

称取 2 g 试样(精确至 0.01 g), 于 80 mL 离心管中, 加入 15 mL 乙腈, 用均质器在 15000 r/min 均质提取 1 min, 将离心管放入离心机, 在 4200 r/min 离心 5 min, 取上清液, 置于 100 mL 鸡心瓶中。残渣用 15 mL 已经重复提取一次, 离心, 合并两次提取液, 将提取液于 40°C 水浴用旋转蒸发器旋转蒸发至约 1 mL, 待净化。

2.2 净化方法

在 Cleanert® TPT 柱中加入约 2 cm 高无水硫酸钠, 置于 Qdaura® 卓睿全自动固相萃取仪中, 上述提取液全部转移至上样管中。10 mL 乙腈+甲苯(3+1)活化, 加样, 用 25 mL 乙腈+甲苯(3+1)洗涤小柱, 同时收集上样液和淋洗液, 取出收集管, 并在 40°C 水浴中旋转浓缩至约 0.5 mL, 浓缩液于 35°C 下氮气吹干, 用 1 mL 乙腈/水(3/2)溶解残渣, 经 0.22 µm 滤器过滤后, 供液相色谱-串联质谱测定。

3. 订货信息

产品名称	规格包装	订货号
Qdaura® 卓睿全自动固相萃取仪	4通道24位	SPE-40
Cleanert® TPT 固相萃取柱	2g / 12mL, 20支/pk	TPT200010
DA-1701 气相色谱柱	30 m×0.25 mm×0.25 µm	6125-3002
Venusil® ASB C18 液相色谱柱	3 µm, 2.1 mm×100 mm	VS931002-0
针式过滤器 (Nylon)	0.22 µm, 直径13 mm, 200/pk	AS021320
一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk	ZSQ-5ML
1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写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

详细方法请参如下:

GB/T 23204-2008 茶叶中519种农药及相关化学品残留量的测定 GC/MS法

GB/T 23205-2008 茶叶中448种农药及相关化学品残留量的测定 LC-MS/MS法