维普资讯 http://www.cqvip.com

茶叶中多种农药残留的快速检测

郑文慧

（厦门茶叶进出口有限公司品质管理部 361000）

本公司现使用的茶叶中农药残留的快速检测方法可一次性测定茶叶中多种有机氯及菊酯类农药的残留，茶叶样品的农药残留量可在检测当天得出结果，是一种快速、简便的检测方法。本文以本公司几年来茶叶中农药残留的检测经验及大量实验为基础，结合本公司与厦门大学海洋与环境学院联合开发的茶叶中农药残留前处理过程的快速检测方法，为茶叶中多种有机氯及菊酯类农药残留的测定提供若干选择与参考。

1 仪器及气相色谱检测方法的选择

本公司使用的气相色谱仪为美国惠普公司的 HP5890 Ⅱ，配有自动进样器。检测器为电子俘获检测器(ECD)，ECD 对于电负性物质具有很高的灵敏度和选择性，可广泛用于残留农药的定量分析。色谱柱为 HP－5 石英毛细管柱（30m×0.32mm×0.25um）。载气为高纯氮气(纯度> 99.999%)。

实验中我们选择的进样模式为不分流进样，进样口温度 250℃，检测器温度 300℃，柱前压 55kPa，烘箱一开始选择较低温度，恒温 2min 后，快速升温至 200℃。这种升温手段可以快速地把溶剂汽化赶出管柱，要分析的组分则留在管柱头，待后面较低的升温速率来提高分辨率。

2 试剂的选择

综合本工作中待测农药残留组分的物理化学性质以及操作的安全性，我们不使用苯这类毒性大的物质作为提取剂及洗脱剂。而选用基本上无毒害，长时间使用对健康没有影响的正已烷、石油醚和乙酸乙酯；丙酮属于有轻度毒害的试剂，我们在实验中则根据需要少量使用。

在试验过程中使用的试剂需要高纯度。如果这些试剂不纯，对检测器有响应的杂质成分。杂质与被测农药混淆不清，从而影响分析结果的准确性。因此，我们尽可能采用进口的农残级试剂。仅有石油醚为国产分析纯，石油醚在使用前要加 NaOH 于水浴上回流，再经全玻璃蒸馏装置重蒸。

3 提取方法的选择

行业标准中规定六六六、DDT 残留量用 100ml 的丙酮/石油醚（1：4）混合提取，用索氏提取法抽提 4h；黄雅俊等先用 80ml 苯/丙酮混合液振荡提取茶叶样品 2h，残渣再加入 60ml 苯/丙酮混合液振荡提取 1.5h。上述方法普遍存在操作时间长、溶剂消耗量大等问题。实验中我们采用 2.50g 茶叶磨碎过 20 目筛后用 10ml 正已烷/丙酮混合液（97.5：2.5，V/V）提取。样品在 40～45℃下，经振荡提取 40min 后，其农残测定结果与样品浸渍过夜提取方法的结果相比，二者基本一致[2]。这样的提取方法使提取时间由原来的 24 小时缩短为 40min。

4 净化条件的选择

在分析操作中，茶叶试样的提取液内，除残留农药外，还有色素等杂质要分离除去，因而在测定前要经过净化步骤。常见的净化方法有液－液分配法、硫酸磺化法以及柱层析法等，其中液－液分配法需耗费大量互不相溶的溶剂，而且样品处理步骤复杂，不适用于快速检测；硫酸磺化法操作时间较短，但不适用于菊酯类农药的检测；相比之下，柱层析法是一种简便可行的净化方法。

柱层析法中我们选用 5mm×70mm 的固相萃取小柱。柱内所装吸附剂为弗罗里硅土和活性炭。柱子经洗脱液预淋洗后加入样品提取液，然后用洗脱液洗脱，收集淋洗液。淋洗液再用高纯氮气吹扫浓缩，即成色谱分析用样品。与传统的柱层析法相比，此法能显著减少溶剂用量，简化预处理过程。整个柱层析和样品浓缩的操作过程约耗时 2.5h，故提取和净化浓缩可在半个工作日内完成。

在吸附剂的选择中，通过比较硅藻土、中性氧化铝、活性炭、弗罗里硅土等的净化效果，发现硅藻土去除杂质效果较差；中性氧化铝在活性强时吸附作用太大，待测物质难于完全洗脱，而降低活性后，色素则容易洗脱而无法达到分离目的；活性炭的对于有机氯和色素的吸附能力均很强，因此在实验中要严格控制在极少量，既保证色素能够留在柱上，又使有机氯农药可以洗脱；相比之下弗罗里硅土可以恰到好处地起到净化作用。

在洗脱液的选择中，我们发现正已烷对六六六和 DDT 的洗脱效果好，但对于菊酯类农药的洗脱效果不太理想。而加入丙酮的洗脱液则容易将色素洗下。比较结果显示石油醚/乙酸乙酯(9:1，V/V)净化和回收效果令人满意，加入的农药标准能定量回收，回收率在 72%～100% 之间，可以满足痕量分析的要求[2]。

5 其它影响因素

维普资讯 http://www.cqvip.com

提高春茶产量的主要技术措施

孙智敏

（宁德焦城八都茶技站　352100）

1 根据茶树的需肥特性进行科学施肥。

提高春茶产量的施肥措施：(1) 秋冬重施基肥加化肥：一般在10月上旬至10月下旬进行施，也可结合冬深翻，667m²施农家土杂肥1500kg或饼肥100kg以上，外加施20kg的复合肥或10kg的尿素，在树冠边缘垂直下方开沟(深20cm)与基肥同时施用，并及时覆土。(2)早施催芽肥，讲究施肥法：春茶是上年的越冬芽萌发的第一轮新梢采制而成，当茶芽伸长到鱼叶初展时就施催芽肥效果好。一般在开采前20d施下，一定要沟施，边施肥边覆土。(3)喷施叶面肥与生长激素相结合：在茶树萌发初期(1月上、中旬)，以1%尿素结合300倍液的茶叶催芽丰产素等喷施于叶面上，能促进茶芽早萌发，提前7－14d采摘，还能增产17.0%－30.0%，明显提高茶叶品质。

2 "剪、采、养"结合，培养"壮、宽、密、齐"的丰产茶园。

要培养"壮、宽、密、齐"的丰产茶园，就必须做好茶园的"剪、采、养"。(1)茶园修剪：对已投入正常生产的成年茶树轻修剪，可以提高树冠茶芽密度，减少鸡爪枝、细弱枝、干枯枝、病虫害枝，促使新生芽枝健壮，提高茶叶产量。众所周知，春茶主要靠树冠面上所留下的秋梢的越冬顶芽、腋芽而生长成的芽梢为原料．越冬芽发得早、多、密、齐、旺，春芽产量就高，品质就好。为使更多的越冬芽萌发成梢，成龄茶园的轻修剪时期应在秋茶后10月前修剪(之后就不要修剪，如果修剪就会引起春茶减产，待春茶采后立即修剪)，这样修剪后能长出一批新梢过冬。既能保留更多的经过整修秋冬季养精蓄锐的越冬芽抽发出茁壮有力和整齐的春梢，又可达到培养高产优质树冠。(2)茶园采养：在采摘时，要做到"五采五养"。即采面养里、采高养低、采中养侧、采密养稀、采大养小。不强采、抢采，通过合理的采养，能增加绿叶层厚度，加宽树幅，增加有效的生产小枝和提高树冠覆盖度。

3 茶园铺草覆盖，延长春茶采摘期

茶园秋冬深耕施肥后，因地制宜，利用稻杆、谷壳、杂草等在茶园周围全面铺盖，其主要作用有：(1)促进茶树生长，提高茶叶产量。(2)保水保土，减少养分流失。(3)防除杂草，调节地温。(4)增加土壤有机质，改善土壤理化性状。铺草覆盖能使茶树提前打破休眠，人为地延长春茶生长时间。

4 加强茶园管理

在冬季茶园封园后，结合茶园管理，剪去病虫弱枝，扫除枯枝落叶，耕除园内或园边杂草，以消灭越冬病虫，并以0.5波美度的石硫合剂进行一次全面喷药，对减少第二年的病虫发生能起很大作用。第二年早春，结合茶园喷施叶面肥的同时，掺进茶保、天王星等农药进行喷杀。为避免产生农药残留，在春茶采摘期间，不必进行化学防治。春茶结束后，根据虫害发生种类，选择杀虫广、效力高、能兼治数种害虫的农药，进行一次菌、药、肥混用的综合防治。尽可能减少农药的使用次数，避免杀死天敌，更重要的是不给茶叶残留农药。

5.1 标准品的影响

本实验根据标准品的保留时间定性，采用外标法定量。农药标准品是度量试样中农药残留含量的准绳，所以对其质量要求严格。实验使用的标准品中，α六六六、β六六六、ν六六六、δ六六六、o, p'－DDT、p, p'－DDT、p, p'－DDD、p, p'－DDE、氰戊菊酯（2种异构体）9种标准购于国家标准物质研究中心，三氯杀螨醇、甲氰菊酯、氯氰菊酯（4种异构体）、联苯菊酯购于农业部环境保护科研监测所，标准样品纯度均高于99%。上述标准品用正已烷配制成混合标准，封存于安瓿瓶中，置于4℃冰箱中。

5.2 检测条件的稳定性

检测条件的稳定对于检验有很重要的影响，这就需要操作者在操作中注意小节，注意仪器的日常维护。比如在条件允许时，应保持气相色谱仪的持续开机；控制GC分析仪器室温；使用高纯度的气体做载气，并使用气体过滤器，当压缩气体钢瓶的压力降至原始压力的10%时就更换气体；定期更换隔垫和衬管；处理标准品及样品时按规范的操作规程操作等等。

参考文献

1 郑成江，林智，杨亨旗编著．无公害茶叶．中国农业大学出版社．2001.

2 易军，李云春，马振成，张水坝，郑文慧．茶叶中多种农药残留的气相色谱法测定．厦门大学学报(自然科学版)，2002，41(3)：334－339.