

乳制品中多种有机氯农药残留检测的固相萃取 (Copure® Florisil)

本方法适用于牛奶中有机氯类、拟除虫菊酯类农药多残留的测定

一、样品提取

称取牛奶样品 10.00 g(精确到 0.01 g) 加入 10 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v) 涡旋混合 1 min, 再依次加入 10 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v), 5-7 g 氯化钠, 2 mL 200 g/L 乙酸铅溶液, 涡旋振荡 5 min, 4000 r/min 离心 5 min, 取上清液 10 mL, 待净化。

二、SPE 柱净化 (Copure® Florisil, 1000 mg/6 mL)

活化: Florisil 固相萃取柱使用前用 5 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v) 活化。

上样和洗脱: 当溶液液面到达柱吸附层表面时, 立即倒入上述待净化溶液 10 mL, 用 15 mL 离心管接收流出液, 加入 5 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v) 洗脱固相萃取柱。流速控制在 1 mL/min 内, 合并收集流出液。

重新溶解: 流出液于 40°C 氮吹吹干, 用 1 mL 正己烷定容, 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 供 GC-MS 上机测定。

三、仪器条件

仪器: Agilent 7890A

色谱柱: Agilent J&W HP-5 (30 m×0.32 mm, 0.25 μm) 或相当者

进样口温度: 260°C

升温程序: 100°C (保持 2 min)

以 10°C/min 升温到 240°C (保持 2 min)

载气: 氦气

流速: 0.8 mL/min

进样体积: 1 μL

进样方式: 不分流

表 1 各组分名称、保留时间及特征离子一览表

化合物	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
α-666	9.473	217	183,254
β-666	10.071	217	183,254
γ-666	10.693	217	183,254
δ-666	11.573	217	187,254
p,p'-DDE	14.296	235	165,318
p,p'-DDD	15.095	235	165
p,p'-DDT	15.144	235	165
o,p'-DDT	15.378	235	165

四、实验结果

表 2 0.5 mg/kg 牛奶中部分农药添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
α-666	86.0	88.0	90.0	88.0	2.3
β-666	90.0	90.0	92.0	90.7	1.3
γ-666	84.0	88.0	92.0	88.0	4.6
δ-666	90.0	96.0	98.0	94.7	4.4
p,p'-DDE	94.0	88.0	94.0	92.0	3.8
p,p'-DDD	90.0	98.0	94.0	94.0	4.3
p,p'-DDT	92.0	90.0	94.0	92.0	2.2
o,p'-DDT	98.0	100.0	94.0	97.3	3.1

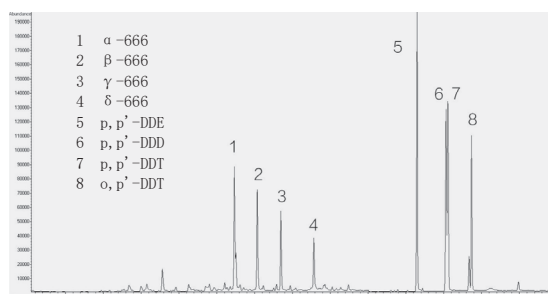


图 1 添加水平为 0.5 mg/kg 牛奶中部分农药多残留检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COFL61000	Copure® Florisil 固相萃取柱, 1000 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-45-NL	尼龙 /Φ13 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPFMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒