

韭菜中农药多残留检测的固相萃取 (Copure® Florisil)

《NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定 第二部分》

一、样品提取

称取经粉碎的 10.00 g 韭菜 (精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 乙腈, 均质 2 min, 加入 5-7 g 氯化钠, 盖上盖子剧烈震荡 5 min, 在室温下静置 10 min, 5000 r/min 离心 4 min, 使乙腈和水相分层, 取乙腈层待净化。

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

活化: 向 Florisil 柱中加入 5 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v) 预淋洗, 活化。

上样和洗脱: 当溶剂液面到达柱吸附层表面时, 立即倒入上述待净化溶液 4 mL, 用 15 mL 离心管接收流出液, 再用 10 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v) 分两次淋洗 Florisil 柱, 流速控制在 1 mL/min 内, 收集流出液合并并流出液。

重新溶解: 50°C 缓慢氮气流条件下吹至近干, 用正己烷定容至 1 mL, 过 0.45 μm 微孔滤膜, 上气相色谱, 待测定。

三、仪器条件

气相色谱仪: Agilent 7890A

色谱柱: HP-5 柱 (30 m × 0.32 mm, 0.25 μm) 或相当者

进样口温度: 220°C

检测器温度: 300°C

升温程序: 100°C (保持 1 min)

以 20°C/min 升温到 160°C (保持 3 min)

以 25°C/min 升温到 200°C (保持 4 min)

以 8°C/min 升温到 240°C (保持 4 min)

以 25°C/min 升温到 280°C (保持 3 min)

载气: 氮气

流速: 1 mL/min

辅助气: 流速 60 mL/min

进样方式: 分流进样

分流比 10:1

四、实验结果

表 1 0.5 mg/kg 韭菜基质中农药多残留添加回收结果

目标物	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)
三氯杀螨醇	0.5	93.4
腐霉利	0.5	89.4
联苯菊酯	0.5	101.2
甲氧菊酯	0.5	90.4
高效氟氯菊酯	0.5	98.7
氟氯菊酯	0.5	92.4
氯菊酯	0.5	105.5
氰戊菊酯	0.5	103.5

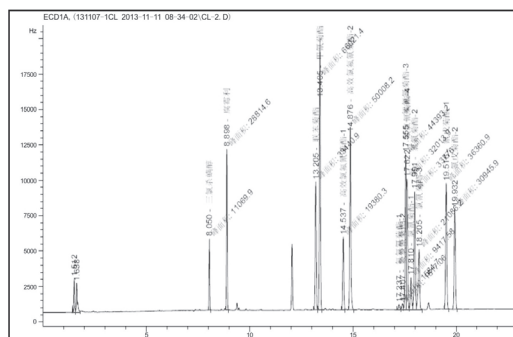


图 1 添加水平为 0.5 mg/kg 韭菜基质中农残检测色谱图

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
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒