

蔬菜中 4 种拟除虫菊酯类农残的测定

1、适用范围

适用于蔬菜中 4 种（氯菊酯、溴氰菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯）拟除虫菊酯的测定。

（本实验选用样品为菠菜）

参考标准：《GB/T5009.162-2008 动物性食品中有机氯农药和除虫菊酯农药多组分残留量的测定》

2、溶液的配制

标准储备液（固体标品）：分别准确称取 10mg 氯菊酯、溴氰菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯标准品，用丙酮溶解并定容至 10ml，浓度为 1.0mg/mL。

标准工作液：分别准确量取 0.1mL 氯菊酯、溴氰菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯标准储备液，用丙酮定容至 10mL，浓度为 10mg/L。

3、提取步骤

称取 20g 样品（样品预先粉碎、混合均匀）于 100ml 具塞锥形瓶中，加入 40 mL 丙酮，震荡 30min；再加入 6g 氯化钠，充分混匀后加入 30mL 石油醚（30℃-60℃）震荡 30min。取 35mL 上清液，经无水硫酸钠滤于旋转蒸发瓶中，30℃浓缩至 1ml 左右，加入 2mL 乙酸乙酯-正己烷（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-正己烷（1：1）。将残液取出，用乙酸乙酯-正己烷（1：1）定容至 5mL。待净化。

4、净化步骤

凝胶渗透色谱条件如下：

GPC 仪器型号	月旭 Sail1000-ZBXY2050 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
收集时间	16-30min
波长	254nm



将待净化液经凝胶色谱柱以乙酸乙酯-正己烷（1:1）洗脱，流速 5mL/min，收集 16-30min 流分，将其旋转蒸发至 5mL 左右，用氮气吹除溶剂，丙酮定容至 1mL。经 0.22 μ m 有机系滤头过滤后，留待 GC 分析。

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) 加标水平：20g 样中，添加 0.2mL 10mg/L 标准使用液，得到加标水平为 0.1mg/kg。最终定容到 1mL，机读数为 1mg/L。

6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	SR-5ms, 30.0m×0.25mm×0.25μm
进样口温度	260℃
检测器 (ECD) 温度	320℃
载气	N ₂
进样方式	分流进样 10:1
载气流量	1.0mL/min
进样量	1μL
升温程序	50℃初温, 20℃/min 升到 270℃, 保持 25min;

7、色谱图或者加标回收率结果

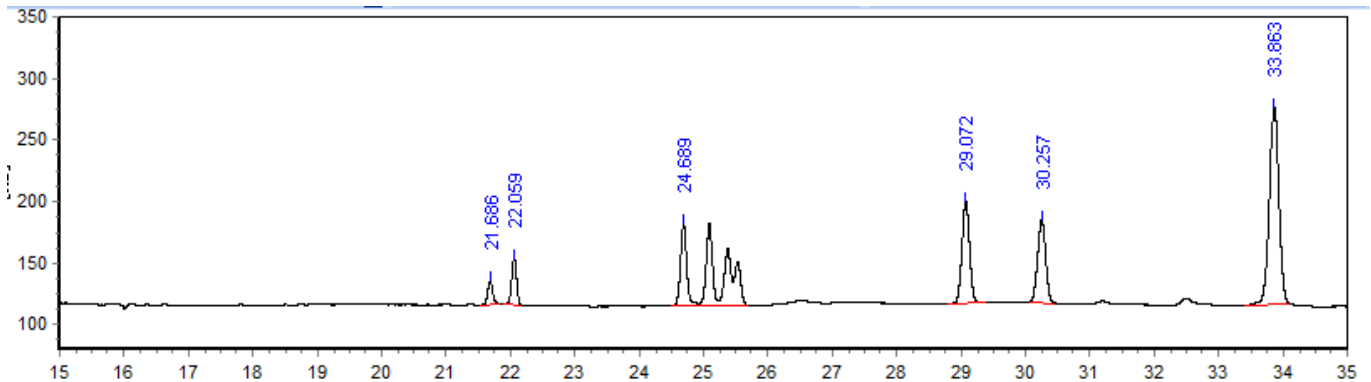


图 1.4 种菊酯标准品 1.0mg/L 图谱

表 1: 相关峰信息

序号	峰名称	保留时间 /Min	峰面积 /[Hz*s]	峰高 Hz	相对峰面积 /%	分离度	塔板数
1	氯菊酯	21.686	98.11	18.89	2.0888	0	401019
		22.059	202.31	37.73	4.3074	2.679	383415
2	氯氰菊酯	24.689	1448.62	66.88	30.8419	5.305	13448
3	氰戊菊酯	29.072	683.74	83.21	14.5572	8.227	288276
		30.257	581.82	67.21	12.3873	5.327	277414
4	溴氰菊酯	33.863	1682.32	160.22	35.8174	14.481	252542

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

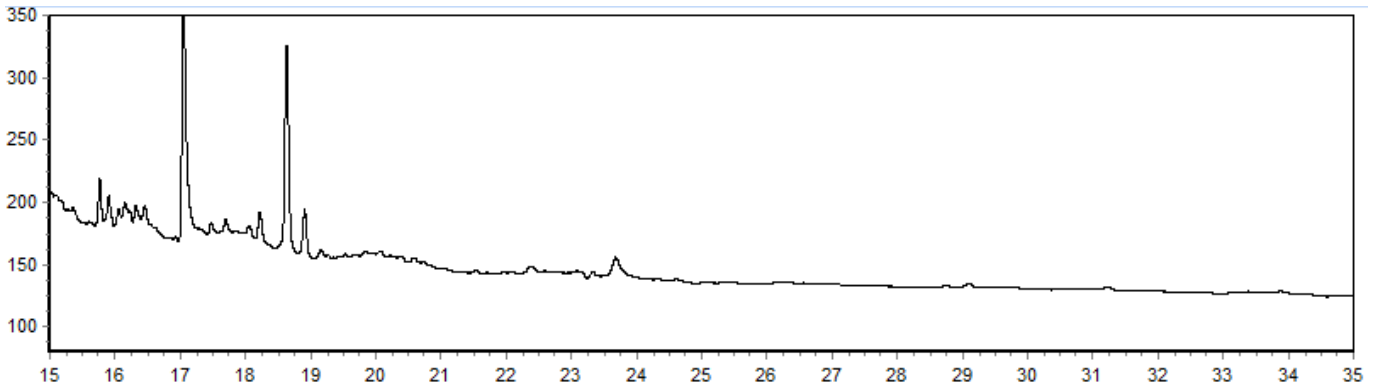


图 2.蔬菜样品空白图谱

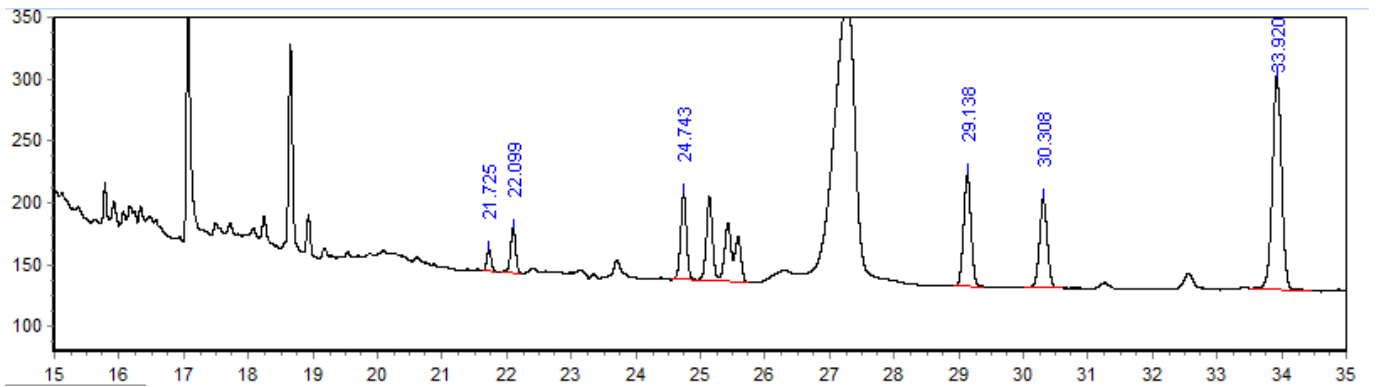


图 3.蔬菜样品加标 100.0ng/g 图谱

表 2: 加标回收率

分类	加标水平 ng/g	回收率/%	RSD (n=2) /%
氯菊酯	100	90.86%	5.18
		95.70%	2.58
氯氰菊酯		97.96%	4.44
氰戊菊酯		103.49%	2.55
		98.60%	5.35
溴氰菊酯		100.10%	2.07

8. 相关产品信息

货号	名称	规格
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30013	15mL 螺口尖底离心管	100 支/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
	气相色谱柱	SR-5ms 30m*0.25mm*0.25um
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	Welch Bio-Beads S-X3 400*25mm
00826-D015P250	溴氰菊酯标准品	CAS No.:52820-00-5, 250mg
00826-P033P250	氯菊酯标准品	CAS No.:52645-53-1, 250mg
00826-F020P250	氰戊菊酯标准品	CAS No.:51630-58-1, 250mg
00826-79055	氯氰菊酯标准品	CAS No.:52315-07-8, 1000μg/ml 于乙腈,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