

## 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 $\mu$ 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。

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

## 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 <sub>2</sub>                    |
| 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

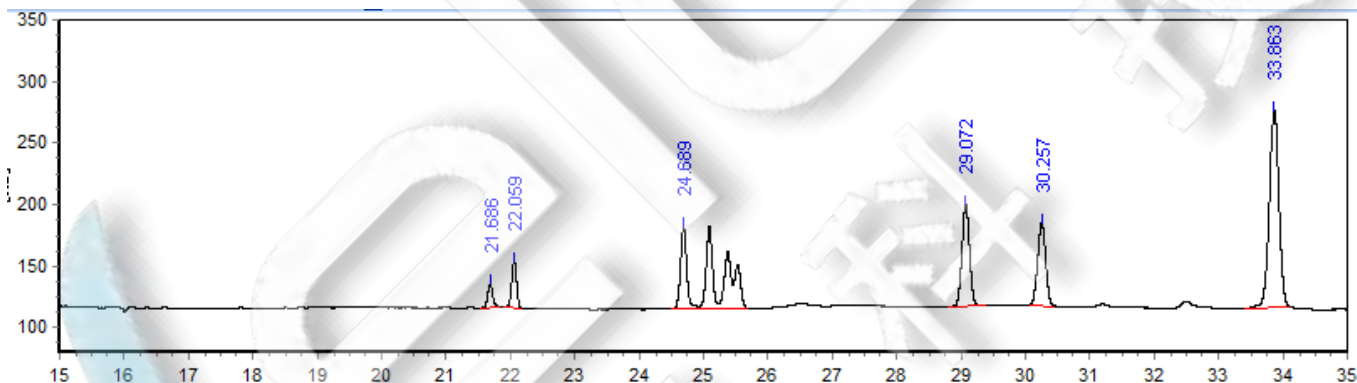


图 1.4 种菊酯标准品 1.0mg/L 图谱

表 1: 相关峰信息

| 序号 | 峰名称  | 保留时间<br>/Min | 峰面积<br>/[Hz*s] | 峰高<br>Hz | 相对峰面积<br>/% | 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

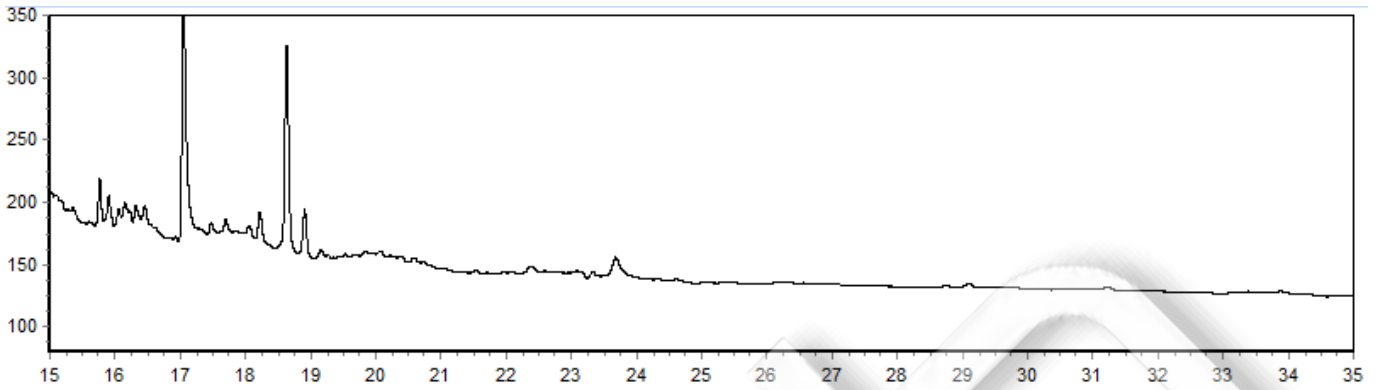


图 2.蔬菜样品空白图谱

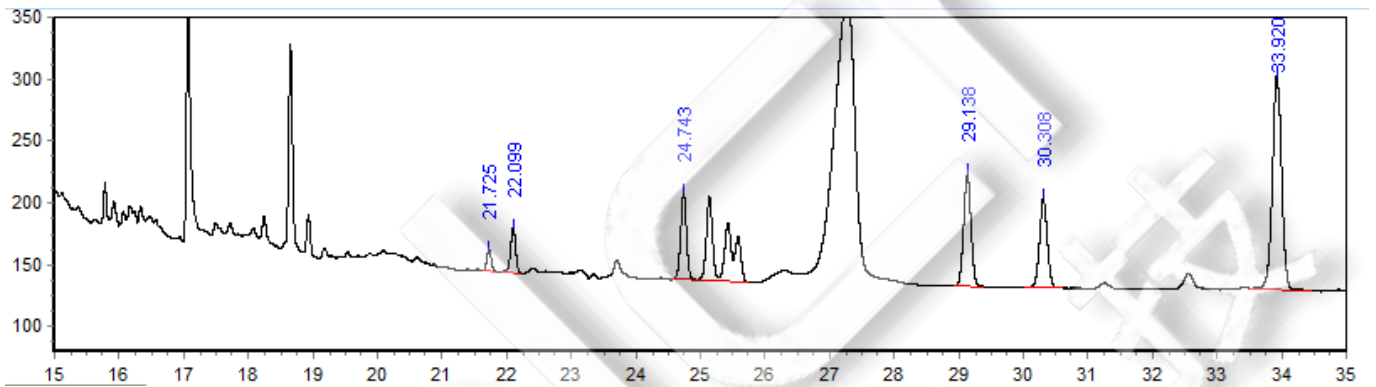


图 3.蔬菜样品加标 100.0ng/g 图谱

表 2: 加标回收率

| 分类   | 加标水平 ng/g | 回收率/%   | RSD<br>(n=2)<br>/% |
|------|-----------|---------|--------------------|
| 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               |
| 溴氰菊酯 |           | 98.60%  | 5.35               |
|      |           | 100.10% | 2.07               |

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

## 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<br>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