

油菜芯中多种农药残留检测的固相萃取方法 (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

取试样油菜芯，粉碎混匀，称取样品 10.00 g(精确到 0.01 g)，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 30 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：Florisil 固相萃取柱使用前依次使用 5 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v) 和 5 mL 正己烷活化。

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 2 mL，用 15 mL 离心管接收流出液，用 10 mL 丙酮 - 正己烷 (1:9, v/v) 分两次淋洗小柱。流速控制在 1 mL/min 内，收集流出液，合并流出液。

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-ECD 上机测定。

三、仪器条件

仪器：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，流速为 1 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 油菜芯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		
五氯硝基苯	89.8	91.4	92.6	91.3	1.5
乙烯菌核利	89.2	92.6	93.2	91.7	2.4
腐霉利	86.6	92.0	92.0	90.2	3.5
甲氧菊酯	100.0	100.2	102.6	100.9	1.4
联苯菊酯	87.0	86.8	93.0	88.9	4.0
高效氟氯菊酯	88.0	84.0	92.0	88.0	4.6
氟氯菊酯	96.2	104.0	97.0	99.1	4.3

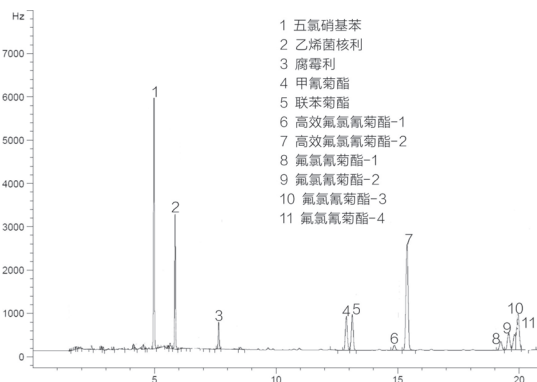


图 1 添加水平为 0.5 mg/kg 油菜芯中部分农药残留检测色谱图

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
SC2-5	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