

蔬菜中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯、氨基甲酸酯类等农药多残留检测方法

应用编号：MF10003

1. 样品制备

按 GB/T 8855 抽取菠菜、番茄样品，取可食部分，经缩分后，将其切碎，充分混匀放入食品加工器粉碎，制成待测样，放入分装容器中于 -16℃~ -20℃ 条件下保存，备用。

2. 样品提取净化

2.1 有机磷农药残留量的测定

提取：准确称取 25.0 g 试样放入匀浆机中，加入 50.0 mL 乙腈，在匀浆机中高速匀浆 2 min 然后用滤纸过滤，滤液收集到装有 5 g - 7 g 氯化钠的 100 mL 具塞量筒中，收集滤液 40 mL - 50 mL，盖上塞子，剧烈震荡 1 min，在室温下静置 30 min，使乙腈相和水相分层。

净化：从具塞量筒中吸取 10.0 mL 乙腈溶液，放入 150 mL 烧杯中，将烧杯放在 80℃ 水浴锅上加热，杯内缓缓通入氮气或空气流，蒸发至近干，加入 2.0 mL 丙酮，盖上铝箔，备用。

将上述备用液完全转移至 15 mL 刻度离心管中，再用约 3 mL 丙酮分三次冲洗烧杯，并转移至离心管中，最后定容 5.0 mL，在涡旋混合器上混匀，分别移入两个 2 mL 自动进样器样品瓶中，供色谱测定。如定容压后的样品液过于浑浊，应用 0.22 μm 滤器过滤后再进行测定。

2.2 有机氯、拟除虫菊酯类农药残留量的测定

提取：同上

净化及检测：从 100 mL 具塞量筒中吸取 10.00 mL 乙腈溶液，放入 150 mL 烧杯中，将烧杯放在 80℃ 水浴锅上加热，杯内缓缓通入氮气或空气流，蒸发近干，加入 2.0 mL 正己烷，盖上铝箔，待净化。将 Florisil 柱置于 Qdaura® 卓睿全自动固相萃取仪中，上述提取液转移至上样管中。设定操作程序如下：5.0 mL 丙酮+正己烷(10+90)、5.0 mL 正己烷活化(流速 2-3 mL/min)，加样(流速 1 mL/min)，用 10 mL 丙酮+正己烷(10+90)淋洗(流速 2 mL/min)，同时收

集上样液和淋洗液。取出收集液置于氮吹仪上，在水浴温度 50℃ 条件下，氮吹蒸发至小于 5 mL，用正己烷定容至 5.0 mL，在旋涡混合器上混匀，分别移入两个 2 mL 自动进样器样品瓶中，进气相色谱待测。

2.3 氨基甲酸酯类农药残留量的测定

提取：同上

净化：从 100 mL 具塞量筒中吸取 10.0 mL 乙腈溶液，放入 150 mL 烧杯中，将烧杯放在 80℃ 水浴锅上加热，杯内缓缓通入氮气或空气流，蒸发近干加入 2.0 mL 甲醇+二氯甲烷(1+99)溶解残渣。盖上铝箔待净化。将氨基柱和上述提取液置于 Qdaura® 卓睿全自动固相萃取仪中。设定操作程序如下：4 mL 甲醇+二氯甲烷(1+99)活化，加样；5 mL 甲醇+二氯甲烷(1+99)淋洗—收集(以上流速均为 1 mL/min)。取出上述收集液，氮吹仪上，在水浴温度 50℃ 条件下，氮吹蒸发至近干，用甲醇定容至 2.5 mL，旋涡混合器上混匀，滤膜过滤后待测。

备注：以上固相萃取过程亦可在 6 位大体固相萃取装置中完成。

3. 结果

选用色素含量较少的番茄和较多的油菜做添加回收率实验，添加两个浓度水平分别为 0.1 mg/kg、0.2 mg/kg。每个水平重复三次。结果见表 1

表 1 番茄和油菜的添加回收率

农药名称	添加浓度 0.1 mg/kg		添加浓度 0.2 mg/kg		平均值
	番茄	油菜	番茄	油菜	
百菌清	72.6	68.8	70.0	70.9	70.6
三唑酮	88.6	84.7	87.8	82.7	88.4
氯氟氰菊酯	91.0	97.6	97.1	98.0	93.4
氯氰菊酯	81.8	77.7	82.0	83.0	81.1
氰戊菊酯	77.0	72.0	78.0	79.8	76.7
甲氰菊酯	77.7	77.1	81.2	79.0	78.5

4. 订货指南

产品名称	规格包装	订货号
Qdaura [®] 卓睿全自动固相萃取仪	4通道24位	SPE-40
6位大体积固相萃取装置	1台	VM06
Cleanert [®] Florisil 固相萃取柱	1g / 6mL, 30支/pk	FS0006
Cleanert [®] NH ₂ 固相萃取柱	500mg / 6mL, 30支/pk	NH5006
DA-50+ 气相色谱柱	30 m × 0.53 mm × 1.0 μm	5053-3010
DA-1 气相色谱柱	30 m × 0.53 mm × 1.5 μm	0153-3015
针式过滤器 (Nylon)	0.22 μm, 直径13 mm, 200/pk	AS021320
一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk	ZSQ-5ML
1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写32 × 11.6 mm, 100/pk	1109-0519
1.5 mL 样品瓶盖	9 mm中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色PTFE隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk	0915-1819
乙腈	4 × 4L/箱	AH015-4
甲苯	4 × 4L/箱	AH347-4