

蔬菜水果中 500 种农药多残留的测定 GC-MS 法

应用编号：MF10002

1. 样品提取

称取 20 g 试样(精确至 0.01 g)于 80 mL 离心管中，加入 40 mL 乙腈，用均质器在 15000 r/min 匀浆提取 1 min，加入 5 g 氯化钠，再均浆提取提取 1 min，将离心管放入离心机，在 3000 r/min 离心 5 min，取上清液 20 mL (相当于 10 g 试样量)，待净化。

2. 净化方法

将 Cleanert® C18 柱置于 Qdaura® 卓睿全自动固相萃取仪，将上述 20 mL 上清液全部转移至上样管中，设置程序如下：10 mL 乙腈活化 (流速 2 mL/min)，加样 (流速 1 mL/min)，15 mL 乙腈洗涤柱 (流速 2 mL/min)，收集上样液和淋洗液，取出收集液在 40°C 水浴中旋转浓缩至约 1 mL，备用。

在 Cleanert® PestiCarb/NH₂ 复合柱中加入约 2 cm 高的无水硫酸钠，置于 Qdaura® 卓睿全自动固相萃取仪，4 mL 乙腈/甲苯(3: 1)活化，将样品浓缩液转移至上样管全部上样，用 25 mL 乙腈：甲苯 (3: 1) 淋洗 PestiCarb/NH₂ 复合柱(以上操作均为流速 1 mL/min)，收集上样和淋洗液，取出收集液并在 40°C 水浴中旋转浓缩至约 0.5 mL，每次加入 5 mL 正己烷在 40°C 水浴中旋转蒸发，进行溶剂交换两次，最后使样液体积约为 1 mL，加入 40 μL 内标溶液，混匀，过 0.22 μm 过滤器过滤，用于 GC-MS 测定。

备注：以上固相萃取过程亦可在 6 位大体积固相萃取装置中完成。

3. 色谱条件

色谱柱：DA-1701 (30 m×0.25 mm×0.25 μm)
温度程序：40°C 保持 1 min，然后以 30°C / min 程序升温至 130°C，再以 5°C / min 升温至 250°C，再以 10°C / min 升温至 300°C，保持 5 min

载气：He

流速：1.2 mL/min

进样口温度：290°C

进样量：1 μL

进样方式：无分流进样

电子轰击源：70 eV

离子源温度：230°C

GC-MS接口温度：280°C

SIM监测模式

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® C18 固相萃取柱	2g / 12mL, 20 支/pk	S18200012
Cleanert® PestiCarb/NH ₂ 复合固相萃取柱	500mg / 500mg / 6mL, 30 支/pk	PN0006
DA-1701 气相色谱柱	30 m×0.25 mm×0.25 μm	6125-3002
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	4×4 L/箱	AH015-4
甲苯	4×4 L/箱	AH347-4

具体方法请参考：GB/T 19648-2006 蔬菜水果中 500 种农药多残留方法，下载请到：www.agela.com.cn