

PrepElite-SV 测定蔬菜中有机磷及菊酯类农药残留

北京莱伯泰科仪器有限公司

前言：

农药残留污染等食品安全问题已严重危害到人们的身体健康，一些研究表明，菊酯类及有机磷农药等可引发癌症、免疫系统、神经系统疾病和激素功能破坏等健康问题。而目前农药残留检测存在前处理操作繁琐等缺点，需使用大量的有机溶剂，并且操作人员频繁地暴露在溶剂中对健康危害很大。



本文中使用的PrepElite-SV全自动固相萃取-定量浓缩前处理平台测定蔬菜中的有机磷和菊酯类农药残留，大大简化繁琐的样品前处理流程，降低实验室工作量，提高工作效率，保证结果的平行性和准确性，系统的密闭性及溶剂回收功能，也可保护操作人员免受有毒有害物质的危害，同时实验具有较高的回收率，能够完全满足农残测定实验需求。

1. 实验部分：

1.1 仪器与试剂

PrepElite-SV 全自动固相萃取-定量浓缩前处理平台（莱伯泰科有限公司，美国）

GC-2010 Plus 气相色谱仪，配备FPD检测器（岛津，日本）

Agilent 7890B 气相色谱仪，配备ECD检测器（安捷伦科技有限公司，美国）

市售100ppm有机磷农药标准品（敌敌畏，甲胺磷，氧乐果，毒死蜱，甲基对硫磷）

市售100ppm菊酯类农药标准品（三唑酮，联苯菊酯，甲氰菊酯）

乙腈（色谱纯），甲苯（色谱纯），丙酮（色谱纯），氯化钠（分析纯），无水硫酸钠（分析纯），超纯水

Carb/NH₂复合固相萃取柱（LabTech，500mg/6ml）

1.2 标样和样品处理

1.2.1 标样的处理

分别准确吸取8种农药标准品各0.2ml，用丙酮定容至10mL，配置成2ppm的混合标准使用液，于4℃冰箱中避光保存。

再吸取混合标准使用液2ml，用基质定容至10mL，配置成0.4ppm的GC标准使用液，于4℃冰箱中避光保存。（基质的制备见1.2.4）

北京莱伯泰科仪器股份有限公司

地址：北京顺义区空港工业区B区安庆大街6号

电话：010-80486450

传真：010-80486354

1.2.2 样品的提取及加标处理

提前选取已经过检测不含有农药残留的蔬菜样品（本实验为黄瓜）作为空白试样。

称取 15g 空白试样于烧杯中，加入 30ml 乙腈，匀浆提取 2min，通过滤纸过滤至 100ml 具塞量筒中。向量筒中加入 5g 氯化钠及 10ml 甲苯，充分震荡后静置分层。取上层清液 9ml 装入 PrepElite-SV 的进样瓶中，加入 1ml 混合标准使用液，混合均匀。

1.2.3 样品的净化

向 Carb/NH₂ 复合柱中填入无水硫酸钠，高约 2cm，放入 PrepElite-SV 的萃取柱架中。氮气压力调至 0.05MP，真空泵真空度为-0.03MP。固相萃取方法编辑如下：



浓缩方法编辑如下（置换溶剂和清洗溶剂均为丙酮，不设淋洗）：



样品经上述步骤处理后，最终收集在 PrepElite-SV 收集瓶中，为丙酮定容的 2ml 待测样品，经滤膜过滤后待检测。

1.2.4 基质的制备

空白样品经 1.2.2 提取后不加标，再经 1.2.3 的整个净化过程处理，最终的丙酮溶液即为配置 GC 标准使用液所需的基质。

1.3 检测仪器的检测条件

色谱柱：DB-1701 (30m×0.25mm×0.25 μm)

载气：氦气。流速 1.2ml/min

进样口温度：290℃

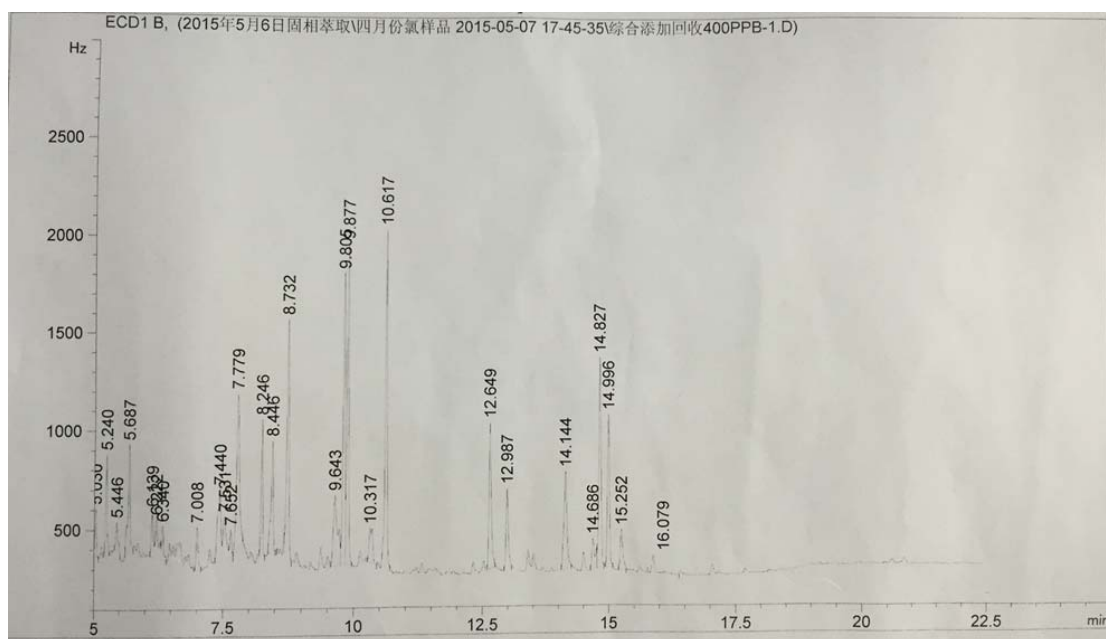
ECD 及 FPD 检测器温度：300℃

程序升温：40℃保持 1min，以 30℃/min 升至 130℃，再以 5℃/min 升至 250℃，再以 10℃/min 升至 300℃，保持 5min

进样量：1 μL。无分流进样

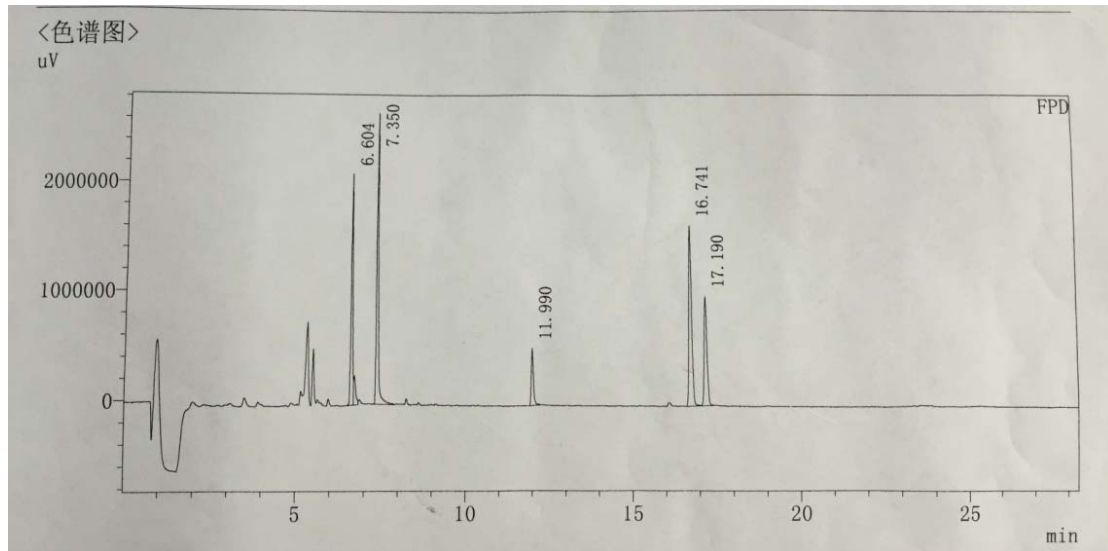
2. 结果与讨论

2.1 ECD 检测器气相色谱图



出峰顺序依次为：三唑酮 (9.877min)，联苯菊酯 (14.827min)，甲氰菊酯 (14.996min)

2.2 FPD 检测器气相色谱图



出峰顺序依次为：敌敌畏（6.604min），甲胺磷（7.350min），氧乐果（11.990min），毒死蜱（16.741min），甲基对硫磷（17.190min）

2.3 计算加标样品的加标回收率及相对偏差，平均回收率在 81.29%~98.08%之间，RSD 均在 5%以下，具体见下表：

组分	加标回收率 (%)				标准偏差
	一	二	三	平均	
敌敌畏	79.80	81.21	82.87	81.29	1.89%
甲胺磷	93.25	94.79	96.38	94.81	1.65%
氧乐果	93.80	97.88	102.57	98.08	4.47%
毒死蜱	93.30	94.22	93.57	93.70	0.50%
甲基对硫磷	94.91	94.86	96.10	95.29	0.74%
三唑酮	87.17	90.24	88.62	88.68	1.73%
联苯菊酯	93.70	96.23	94.17	94.70	1.42%
甲氰菊酯	88.19	90.22	91.89	90.10	2.06%

结论：

本方法采用 PrepElite—SV 全自动样品前处理平台，对蔬菜提取液进行 NH₂/Carb 复合固相萃取柱净化，并采用 GC 检测有机磷及菊酯类农药残留，回收率均在 81.29%~98.08%之间，RSD 均小于 5%。实验过程自动化程度高，结果数据理想，完全满足蔬菜中农药残留检测的要求。

参考文献：GB/T 19648-2006 水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法