

洋葱中多种农残的检测 (SPE-GC/MS)

使用 QueChERS 方法 (部件号: 60105-210, 60105-206, 60105-203)

样品制备

15g 样品, 加入 15mL 含 1% 醋酸的乙腈溶液, 缓慢加入 Thermo QueChERS extraction, 剧烈震荡 5min, 室温下 3000rpm 离心 5min, 取上层 11mL。

初级净化

上层 11mL 溶液加入 Thermo QueChERS initial clean-up 管中, 剧烈震荡 2min, 室温下 3000rpm 离心 5min。取上清液 5mL, 40 °C 下氮气吹干 1 小时。残留重溶在 1mL 正己烷/丙酮 9:1 中。

再次净化

取 1mL 溶液, 加入 Thermo QueChERS final clean-up 管, 剧烈震荡 5min, 室温下 3000rpm 离心 5min, 取上层液体进样。

GC/MS 方法

色谱柱

Thermo Scientific TraceGOLD TG-35MS, 30m × 0.25mm ID, 0.25µm

货号

26094-1420

温度程序

40 °C (保持 1.5min), 25 °C/min 到 150 °C, 5 °C/min 到 225 °C (保持 7.5min), 25 °C/min 到 290 °C (保持 12min)

载气

He

流速

1mL/min

进样量

2µL

分流比

不分流, 290

检测

MS

结果

1. GC/MS 色谱图

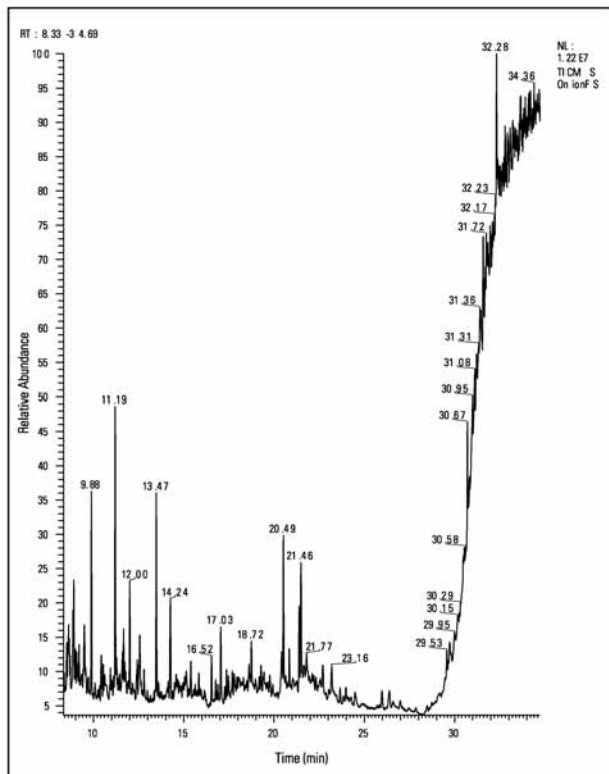


Figure 3 : Total ion chromatogram of full scan data for 50ng/g of pesticides in onion matrix

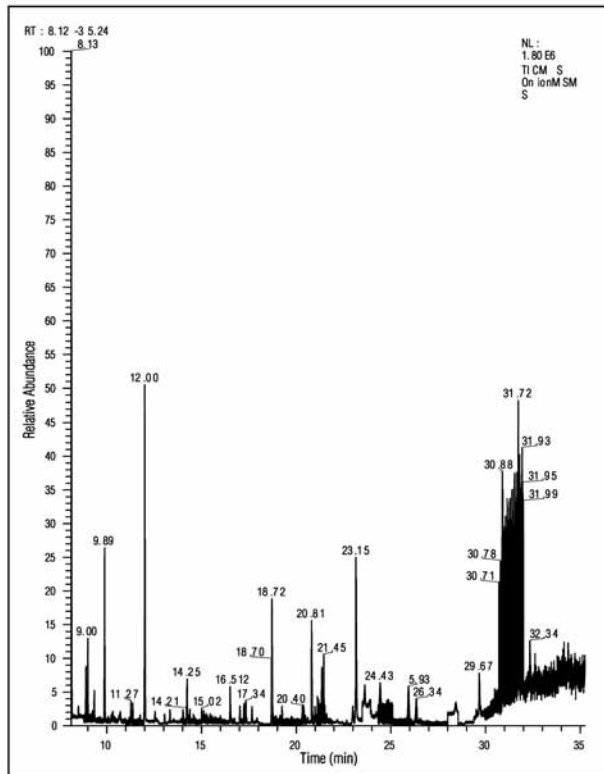


Figure 4 : Total ion chromatogram of the MS/MS analysis of 50ng/g pesticides in onion matrix

2.LOD 和 LOQ : 45 种农残在洋葱中的 LOQ 在 5-78ng/g。

Component	Ave.Conc. (ng/g)	Std.Dev.	% Recovery	%RSD	LOD (ng/g)	LOQ (ng/g)	Japan ¹	US-EPA ²	EU ³	EU ³	WHO ⁴
							MRL (ng/g)	MRL (ng/g)	MRL (ng/g)	LOD ³	MRL (ng/g)
Dichlorvos	63	3.00	126	5	8	30	100		100		
EPTC	22	1.95	86	9	6	20	40				
Mevinphos	48	3.84	96	8	11	38	100		100		
Etridazole	34	2.46	135	7	7	25	100				
Molinate	6	0.62	123	10	2	6	20				
Trifluralin	31	1.55	126	5	4	16	50				
Cyanophos(Thionazin)	27	3.16	108	12	9	32	50				
Ethoprophos	28	1.90	111	7	5	19	20				
Di-allate	31	2.47	125	8	7	25	50		50	50	
Propazine	66	6.47	132	10	18	65	100				
Atrazine	12	1.56	116	13	5	16	20		100	100	
Diazanone	15	0.88	149	6	3	9	50	750			50
Gamma-BHC (Lindane)	12	1.40	121	12	4	14	2000	1000	10	10	
Disulfoton	15	1.81	152	12	6	18	50		20	20	
Heptachlor	5	1.21	92	26	4	12	30		10	10	
Vinclozolin	13	1.03	130	8	3	10	1000	1000	1000	50	1000
Prometryn	60	7.45	120	12	21	74	50				
Metalaxyl	22	3.04	88	14	9	30	2000	3000	500	50	2000
Metribuzin	30	2.54	120	8	7	25	500				
Triadimefon	28	2.24	111	8	6	22	500		500	100	
Thiobencarb	30	3.00	120	10	8	30	200				
Dursban (Chlorpyrifos)	15	2.07	102	13	7	21	50	300	200	50	200
Sevin (Carbaryl)	23	2.45	92	11	7	25	3000		100		
Malathion	29	4.41	114	15	12	44	8000	8000	3000		1000
Methiocarb	26	2.63	103	10	7	26	50				500
Parathion	31	2.45	124	8	7	24	300		50	50	
Heptachlor-2,3-exo-epoxide	4	1.08	79	27	3	11		30			
Cyprodinil	32	4.17	128	13	12	42	50	600			300
Cyanazine	27	3.40	108	13	10	34	50				
trans-Chlordane	3	0.84	54	31	3	8	20				
Terbufos Sulfone	14	2.20	138	16	7	22	50				
cis-Chlordane	5	0.55	99	11	2	5	20				
Endosulfan A	26	3.24	103	13	9	32	200				
Tetrachlorvinphos (Stirofos)	34	2.26	136	7	6	23	300				
p,p-DDE	29	2.74	116	9	8	27		500			
Thiabendazole	28	3.54	111	13	10	35	2000				
Dieldrin	28	2.58	114	9	7	26		50			
Chlorobenzilate	14	1.20	138	9	4	12	20		20	20	
Endrin	5	0.96	104	18	3	10	10		10	10	
Endosulfan B	31	2.37	125	8	7	24	200		50	50	
p,p-DDT	40	2.09	159	5	6	21	500				
Endosulfan Sulfate	40	7.77	79	20	22	78	200				
Bifenthrin	33	3.15	134	9	9	32	50		50	50	
Methoxychlor	7	2.12	135	31	7	21	10		10	10	
cis-Permethrin	60	5.32	120	9	15	53	3000*	100*	50*	50*	
trans-Permethrin	13	3.091	133	23	10	31					
Average			116	12	8	27					

3. 回收率：45 种农残的提取回收率在 87 到 125% 之间。

Component	Avg Conc	Theo Conc	%Recovery	%Difference	%RSD
Dichlorvos	241	200	107	7.12	16.64
EPTC	112	100	112	12.33	24.48
Mevinphos	193	200	96	-3.54	19.36
Etridazole	112	100	112	11.94	17.12
Molinate	120	100	120	20.00	19.34
Trifluralin	80	100	80	-19.51	19.09
Cyanophos(Thionazin)	101	100	101	1.36	21.82
Ethoprophos	114	100	114	13.87	20.90
Di-allate	111	100	111	10.67	21.27
Propazine	229	200	114	14.50	20.42
Atrazine	257	200	128	28.36	24.38
Diazanon	228	200	114	14.10	22.53
Gamma-BHC (Lindane)	223	200	111	11.39	20.86
Disulfoton	247	200	123	23.47	22.14
Heptachlor	124	100	124	24.06	22.85
Vinclozolin	233	200	116	16.31	22.60
Prometryn	193	200	96	-3.74	20.98
Metalaxyl	77	100	77	-23.22	25.68
Metribuzin	99	100	99	-1.21	22.83
Triadimefon	86	100	86	-13.68	23.48
Dursban (Chlorpyrifos)	364	300	121	21.17	22.38
Thiobencard	110	100	110	9.75	21.79
Sevin (Carbaryl)	98	100	98	-2.21	24.95
Malathion	117	100	117	17.00	25.17
Methiocarb	90	100	90	-10.14	23.42
Parathion	87	100	87	-12.96	22.42
Heptachlor-2,3-exo-epoxide	125	100	125	25.23	24.25
Cyprodinil	108	100	108	7.56	26.09
Cyanazine	94	100	94	-5.90	22.36
<i>trans</i> -Chlordane	104	100	104	3.98	17.04
Terbufos Sulfone	209	200	105	4.67	25.76
<i>cis</i> -Chlordane	109	100	109	8.94	23.67
Endosulfan A	106	100	106	5.61	23.16
Tetrachlorvinphos (Stirofos)	107	100	107	7.03	23.07
p,p-DDE	102	100	102	2.00	21.46
Thiabendazole	99	100	99	-0.62	24.37
Dieldrin	102	100	102	2.27	22.48
Chlorobenzilate	160	200	80	-19.79	27.40
Endrin	93	100	93	-7.26	25.35
Endosulfan B	94	100	94	-5.52	23.00
p,p-DDT	97	100	97	-2.74	20.85
Endosulfan Sulfate	203	200	102	1.57	28.03
Bifenthrin	105	100	105	4.57	22.49
Methoxychlor	100	100	100	0.34	24.71
<i>cis</i> -Permethrin	189	200	95	-5.34	20.97
<i>trans</i> -Permethrin	197	200	99	-1.32	19.13
Average			104		22