

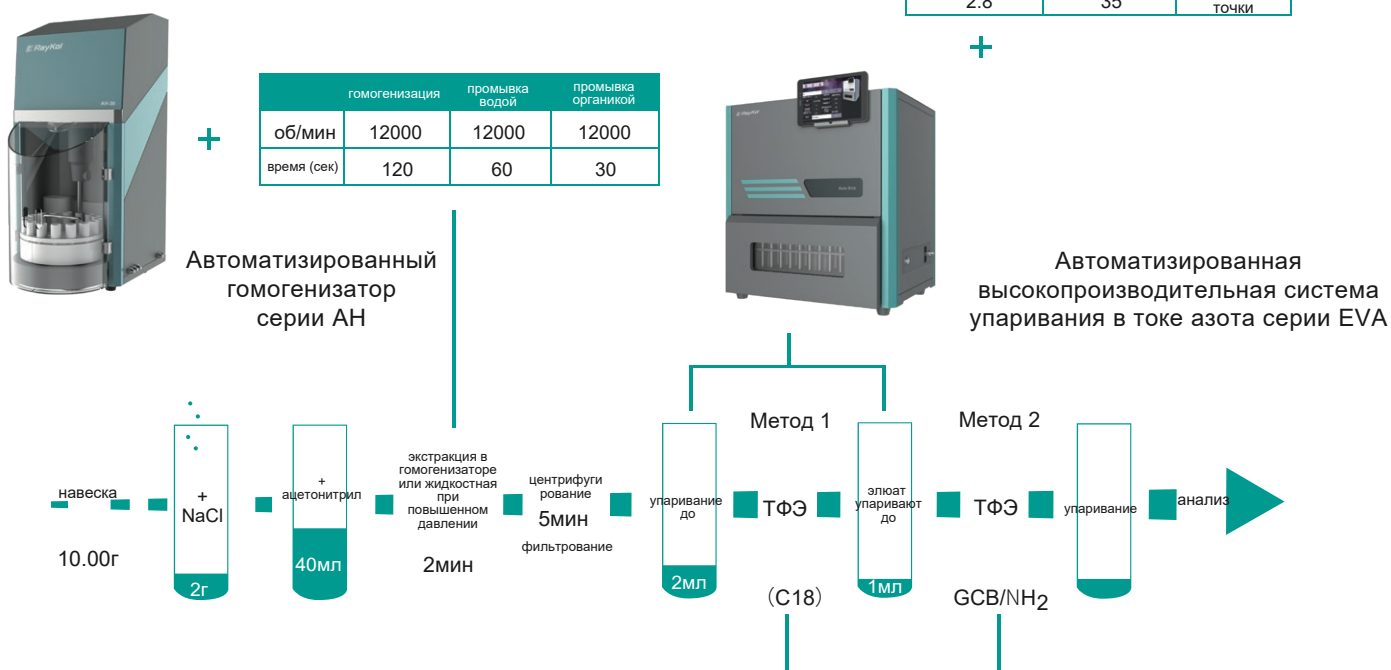


Определение остаточных содержаний различных веществ в зерне и маслах

Обнаружение остаточных содержаний различных веществ

Эта методика относится к GB 23200.9 - 2016 «Газовая хроматография-масс-спектрометрия для определения 475 остаточных пестицидов в пищевых продуктах». Используется колонка C18 Carb/H2. Описывается эффективный и точный, высокопроизводительный метод пробоподготовки для обнаружения различных видов остаточных веществ в таких сложных матрицах как образцы зерна и масла.

Пробоподготовка



Метод твердофазной экстракции № 1

этап	растворитель	слив	скорость потока (мл/мин)	объем (мл)
активация	ацетонитрил	орг.отходы	5	10
загрузка		сбор	3	16
очистка	ацетонитрил		40	10
промывка	ацетонитрил	сбор	3	5
продувка		сбор		20

Метод твердофазной экстракции № 2

этап	растворитель	слив	скорость потока (мл/мин)	объем (мл)
активация	ацетонитрил +толуол(3+1)	орг.отходы	5	5
загрузка		сбор	1	3
очистка	ацетонитрил +толуол(3+1)	сбор	60	5
очистка	ацетонитрил +толуол(3+1)	сбор	60	5
очистка пробирок	ацетонитрил +толуол(3+1)	сбор	60	5
продувка			60	20

Автоматизированная высокопроизводительная система ТФЭ серии Fotector



Условия анализа

Хроматография

объем инъекции	2μL			
Т на входе	290°C			
режим	без разделения потока			
разделение потока на выходе	60 mL/min, 0.75 min клапан открыт			
продувка септы	3 мл/мин			
режим экономии газа-носителя	20 мл/мин, в ремя ожидания 2мин			
газ-носитель	азот, скорость потока =1.0мл/мин			
программа нагрева	скорость нагрева (°C/мин)	Т (°C)	время выдержки (мин)	время работы (мин)
	-	40	1	1
	30	130	1	5
	5	250	0	29
	10	300	5	39

Условия МС-детектирования

источник ионов	150 °C
температура источника ионов	230 °C
температура масс-анализатора	150 °C
интерфейс (линия передачи)	280°C
режим настройки	etune
время задержки растворителя	3min
режим	режим выбранных ионов SIM
напряжение ЭУ	относительное 200V, о общее 1671V

Концентрации, степени извлечения, относительные стандартные отклонения для соединений группы А

название	содержание(мг/к г)	отн.ст.отклон	ст.извлечения
фосфор	0.005	3.26%	86.3%-94.7%
	0.01	4.43%	70.7%-79.2%
	0.025	2.16%	84.3%-89.0%
α-666	0.005	4.43%	84.5%-94.8%
	0.01	4.96%	71.0%-80.5%
	0.025	1.69%	85.0%-88.5%
хлорпирифосметил	0.005	4.10%	88.6%-97.6%
	0.01	5.01%	78.6%-92.0%
	0.025	3.35%	90.5%-98.4%
алахлор	0.01	3.19%	87.1%-94.6%
	0.02	4.00%	82.7%-93.5%
	0.05	3.29%	92.0%-99.3%
метолахлор	0.005	2.68%	90.4%-97.9%
	0.01	4.03%	86.5%-97.5%
	0.025	4.34%	91.0%-101.9%
γ-хлордан	0.01	6.68%	89.3%-107.2%
	0.02	4.39%	94.3%-107.4%
	0.05	3.10%	89.6%-98.0%
α-эндосульфан	0.02	4.42%	87.4%-97.3%
	0.04	4.01%	90.8%-101.2%
	0.1	3.07%	91.8%-99.0%
α-хлордан	0.01	4.47%	94.3%-106.5%
	0.02	2.86%	99.1%-106.9%
	0.05	4.59%	88.3%-100.9%
бутахлор	0.01	3.24%	86.5%-94.8%
	0.02	4.80%	80.6%-91.5%
	0.05	4.05%	90.5%-100.6%
профенофос	0.02	4.56%	88.6%-100.4%
	0.04	4.35%	90.0%-100.9%
	0.1	3.97%	89.2%-99.9%
pp'-DDE	0.005	5.36%	86.4%-98.9%
	0.01	3.16%	96.4%-104.1%
	0.025	2.77%	92.7%-99.6%
op'-DDD	0.005	8.90%	79.0%-99.1%
	0.01	3.84%	93.9%-102.7%
	0.025	4.05%	94.2%-105.0%

название	содержание(мг/к г)	отн.ст.отклон.	ст.извлечения
тиазид	0.01	3.21%	89.7%-98.2%
	0.02	3.61%	99.1%-107.9%
	0.05	4.12%	93.2%-105.2%
эндрин	0.02	8.13%	84.0%-100.3%
	0.04	4.25%	81.0%-91.7%
	0.1	3.83%	82.9%-92.1%
β-эндосульфан	0.02	3.67%	94.4%-103.4%
	0.04	2.93%	94.9%-102.4%
	0.1	3.68%	92.1%-101.3%
op'-DDT	0.005	8.83%	72.2%-90.6%
	0.01	2.61%	78.7%-84.4%
	0.025	5.69%	73.4%-85.5%
триазофос	0.015	3.86%	79.0%-87.0%
	0.03	6.55%	81.4%-97.2%
	0.075	4.35%	87.8%-97.4%
pp'-DDT	0.005	8.22%	71.4%-87.8%
	0.01	6.28%	85.4%-100.0%
	0.025	6.53%	60.9%-73.5%
бромид мефенацет	0.01	6.62%	82.4%-99.7%
	0.02	3.73%	92.3%-100.3%
	0.05	3.88%	93.2%-101.9%
фенпропа трин	0.01	6.30%	83.2%-97.4%
	0.02	5.28%	91.9%-105.6%
	0.05	3.96%	91.8%-100.8%
цифлутрин	0.02	4.67%	75.5%-84.5%
	0.04	2.93%	86.1%-91.2%
	0.1	3.14%	89.6%-97.6%
эретрин-1	0.02	8.60%	60.0%-72.7%
эретрин-2	0.02	7.87%	60.4%-71.5%
тербутион	0.01	2.90%	86.2%-93.7%
	0.05	3.58%	82.8%-91.1%
	0.01	7.32%	76.7%-94.4%
фосфор	0.02	8.33%	92.3%-111.0%
	0.05	7.64%	78.5%-96.3%

Концентрации, степени извлечения, относительные стандартные отклонения для соединений группы В

название	содержание(мг/к г)	отн. ст. отклон.	ст. извлечения
仲丁威	0.005	5.26%	85.4%-95.5%
	0.01	2.67%	80.8%-86.7%
	0.025	1.93%	80.7%-85.3%
γ-666	0.005	4.16%	87.0%-97.2%
	0.01	2.57%	85.5%-91.6%
	0.025	1.26%	82.8%-85.7%
пириметанил	0.005	4.58%	83.6%-93.1%
	0.01	3.92%	79.9%-89.0%
	0.025	2.80%	80.1%-87.5%
хлоразофос	0.01	3.84%	81.1%-88.9%
	0.02	3.19%	79.1%-86.6%
	0.05	2.79%	81.6%-89.1%
ор'-DDE	0.005	3.75%	85.9%-94.7%
	0.01	4.68%	81.2%-92.4%
	0.025	3.14%	83.7%-92.3%
перметрин	0.005	2.33%	90.2%-95.6%
	0.01	6.02%	85.2%-99.8%
	0.025	4.94%	89.9%-104.3%
эфирметрин	0.005	5.27%	91.5%-103.8%
	0.01	4.63%	89.1%-100.1%
	0.025	3.49%	91.6%-102.0%
S-цианопента н пиретроид	0.015	3.54%	85.8%-93.3%
	0.03	4.24%	78.5%-88.9%
	0.075	3.17%	86.8%-94.7%

Концентрации, степени извлечения, относительные стандартные отклонения для соединений группы С

название	содержание(мг/к г)	отн. ст. отклон.	ст. извлечения
изопрокарб-1	0.01	3.94%	80.1%-89.1%
	0.01	6.19%	77.1%-90.8%
	0.05	4.19%	80.4%-89.4%
изопрокарб-2	0.01	4.09%	77.8%-87.7%
	0.02	3.90%	79.4%-89.5%
	0.05	3.19%	86.2%-93.5%
пиримикарб	0.005	7.27%	80.6%-97.4%
	0.01	1.66%	90.6%-95.4%
	0.025	4.12%	89.2%-98.4%
ацетохлор	0.01	5.44%	72.9%-83.1%
	0.02	2.30%	82.8%-88.3%
	0.05	5.26%	87.0%-97.3%
металаксил	0.01	3.02%	92.3%-99.9%
	0.02	2.24%	92.7%-99.0%
	0.05	2.13%	94.5%-100.0%
аминофос	0.01	2.60%	91.0%-97.1%
	0.02	2.50%	92.9%-99.1%
	0.05	0.63%	97.9%-99.6%
фипронил	0.025	4.19%	65.6%-73.9%
	0.05	2.52%	72.9%-78.7%
	0.125	0.94%	80.3%-82.1%
ипродион	0.02	5.76%	77.0%-92.2%
	0.04	2.73%	85.1%-92.4%
	0.1	2.25%	82.4%-86.8%

Рекомендации

а) Неудовлетворительная степень извлечения

- Потери целевого компонента в процессе упаривания. Большинство целевых компонентов представляют собой полуплетучие органические соединения. Слишком интенсивное упаривание приводит к испарению целевых соединений;
- Потери в процессе проведения ТФЭ могут проявляться в отношении сильно полярных соединений. У разных производителей картриджей ТФЭ разная эффективность. Высокополярные соединения могут не элюироваться полностью, что приводит к уменьшению степени извлечения;
- Неполный перенос целевых компонентов при процедуре замены растворителя. Степень извлечения в н-гексане является наиболее высокой, учитывайте этот факт при проведении процедуры замены растворителя;
- Следует точно измерять объем ацетонитрила, в противном случае степень извлечения будет неудовлетворительной;
 - Влияние матрицы образца

б) Неудовлетворительный результат ТФЭ

- Слишком высокое значение скорости потока при загрузке образца в картридж ТФЭ из-за чего примеси не полностью адсорбируются;
- Неправильно проведена процедура кондиционирования картриджа ТФЭ;
- После сушки картриджа элюируется большое кол-во примесей;
- Неправильно выбраны размеры картриджа ТФЭ: масса сорбента слишком мала.