蔬菜和水果中 7 种有机氯农药残留量的测定

1、适用范围

适用于蔬菜、水果中 7 种（莠去津，百菌清，乙烯菌核利，腐霉利，o,p'-DDE，丁草胺，氟胺氰菊酯）有机氯的测定（该实验选用基质为菠菜）。

参考标准：《NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》

2、溶液的配置

1) 标准储备液：准确量取适量 7 种标准品，分别用正己烷溶液稀释为浓度为 100μg/mL 的混合标准储备液。

2) 混合标准工作液：分别移取 0.1mL 浓度为 100mg/L 的 7 种标准储备液，用正己烷定容至 10mL，浓度为 1μg/mL。

3) 正己烷-丙酮（9:1，体积比）：量取 90mL 正己烷，10mL 丙酮，混匀。

3、提取步骤

称取试样 5g（±0.05g）于 50 mL 离心管中，加入 5g 氯化钠和 10mL 乙腈，涡旋混匀 2min，超声提取 10min，6000 r/min 离心 5 min，再用 10mL 乙腈重复提取一次，合并提取液。吸取 10mL 提取液于 15 mL 离心管中，40℃氮吹至近干，加入 2mL 正己烷溶解残渣待净化。

4、SPE 净化步骤

月旭 Welchrom® Florisil PR，规格：1000 mg/6mL。

活化：5mL 正己烷-丙酮（9:1），5mL 正己烷，弃去；

上样：待净化液全部上样，收集流出液；

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 E-mail:lingyuyu @welchmat.com

洗脱：加入 10mL 正己烷-丙酮（9:1）溶液洗脱，压干收集流出液于 15 mL 离心管中；

复溶：40℃氮吹至近干，用正己烷定容至 1mL，过 0.22μm 有机系滤膜后上 GC 检测。

5、注意事项

1） 加标水平：

5g 样品中，添加 400μL 1μg/mL 标准使用液，得到加标水平为 80μg/kg。最终定容到 1mL，机读数为 0.2μg/mL。

6、色谱条件

色谱柱	WM-5MS，30.0m×0.25mm×0.25μm
进样口温度	200℃
检测器（ECD）温度	320℃
载气	N_2
进样方式	分流进样，分流比为 10:1
载气流量	1.0 mL/min
进样量	1μL
升温程序	150℃保持 2min，6℃/min 升到 270℃，保持 8min；

7、色谱图或者加标回收率结果

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 E-mail:lingyuyu @welchmat.com

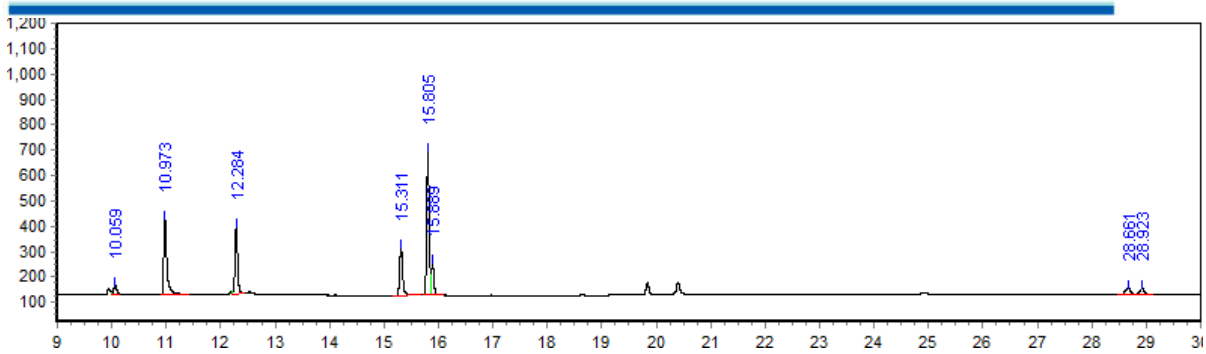


图 1. 混标标准品 0.2μg/mL 图谱

峰名称	保留时间 min	峰高 Hz	峰面积 Hz*s	相对峰面积%	分离度	塔板数 (EP)
莠去津	10.059	36.42	137.54	2.4375	1.163	171041
百菌清	10.973	296.46	1244.32	22.0519	2.041	221736
乙烯菌核利	12.284	264.33	907.59	16.0844	0.953	330151
腐霉利	15.311	190.49	744.64	13.1965	33.416	405984
o,p'-DDE	15.805	570.06	1823.23	32.3113	5.508	569253
丁草胺	15.889	124.88	411.05	7.2847	1.006	573475
氟胺氰菊酯	28.661	29.31	201.86	3.5774	60.782	421571
	28.923	24.52	172.45	3.0562	1.467	402654

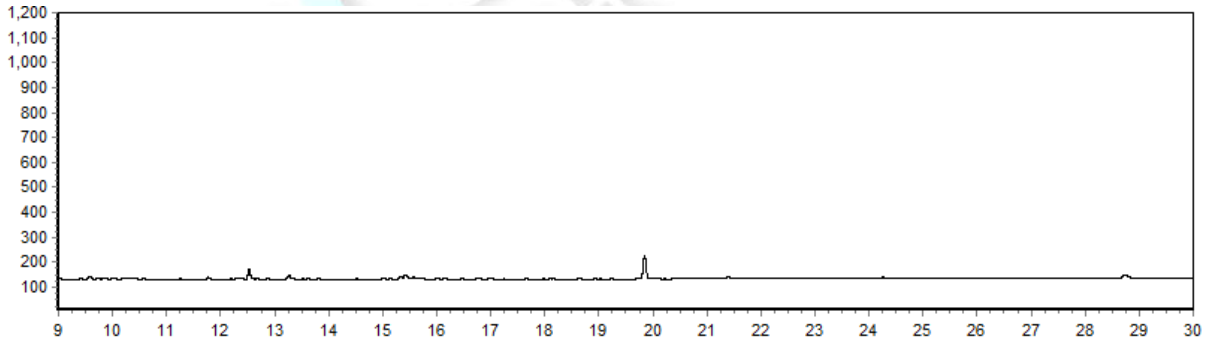
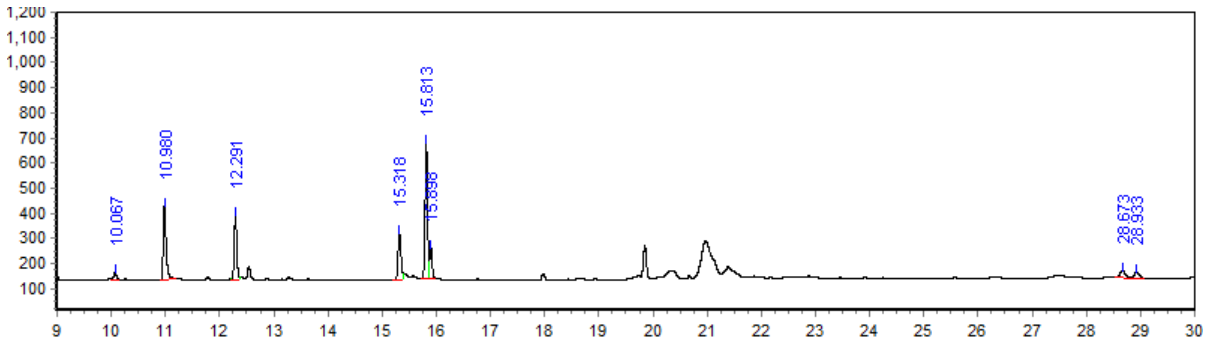


图 2.菠菜样品空白图谱



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 **E-mail:lingyuyu @welchmat.com**

图 3. 菠菜样品加标 80μg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

分类	加标水平 μg/kg	平均回收率%	RSD %
莠去津	80	79.59%	2.67%
百菌清		88.83%	0.81%
乙烯菌核利		91.37%	2.12%
腐霉利		99.49%	5.01%
o,p'-DDE		92.23%	2.52%
丁草胺		95.00%	2.32%
氟胺氰菊酯		90.12%	5.69%
		92.62%	3.36%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20007	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR, 1g/6mL,30pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	Welchrom® 离心管 一次性离心管，平盖，锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌，50mL，50/包
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	Welchrom® 离心管 一次性离心管，平盖，锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌，15mL，50/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	Welch 固相萃取装置，12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	Welchrom® 预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫，9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	Welchrom® 2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
03904-22001	气相毛细管柱	WM-5MS 30m*0.25mm*0.25μm
00826-A038P100	莠去津标准品	A2S, CAS No.:1912-24-9,100mg

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 E-mail:lingyuyu @welchmat.com

00826-C067P250	百菌清标准品	A2S, CAS No.:1897-45-6,250mg
00826-V004P100	乙烯菌核利/乙酰菌核利标准品	A2S, CAS No.:50471-44-8,100mg
00826-P068P100	腐霉利标准品	A2S, CAS No.:32809-16-8,100mg
00826-D006P010	o,p'-DDE 标准品	A2S, CAS No.:3424-82-6,10mg
00826-B274P025	丁草胺标准品	A2S, CAS No.:23184-66-9,25mg
00826-F064P050	氟胺氰菊酯标准品	A2S, CAS No.:102851-06-9,50mg

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼 邮编：201600
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000
Tel:400-810-6969 **E-mail:lingyuyu @welchmat.com**