

GC/ECD 方法测定有机氯农药残留

方法概要:

参考 GB/T 5009.19-2003 建立本法, 用 GB/T 5009.1-2003 附录 A 计算检出限、精密度、回收率等。
适用于检测食品中 α -666、 β -666、 γ -666、 δ -666、七氯、o,p'-DDT、p,p'-DDE、p,p'-DDT、p,p'-DDD 等 9 种有机氯农药的多组分残留。

仪器参数:

AutoSystem XL Gas ECD

色谱柱: DM-1701: 30m*0.53mm*0.50um

GC: Clarus 580

进样量: 分流进样 2: 1 1uL

进样口温度: 250℃

载气: 氮气, 60cm/s

升温程序: 120℃ 30℃/min 200℃ (1min) 1.5℃/min 220℃ (1min) 20℃/min 240℃ (2min)

ECD: 340℃

尾吹: 50mL/min

标准样品制备:

标准品: 100ug/mL 石油醚中 α -666、100ug/mL 石油醚中 β -666、100ug/mL 石油醚中 γ -666、100ug/mL 石油醚中 δ -666、100ug/mL 石油醚中七氯、100ug/mL 石油醚中 o,p'-DDT、100ug/mL 石油醚中 p,p'-DDE、100ug/mL 石油醚中 p,p'-DDT 和 100ug/mL 石油醚中 p,p'-DDD。

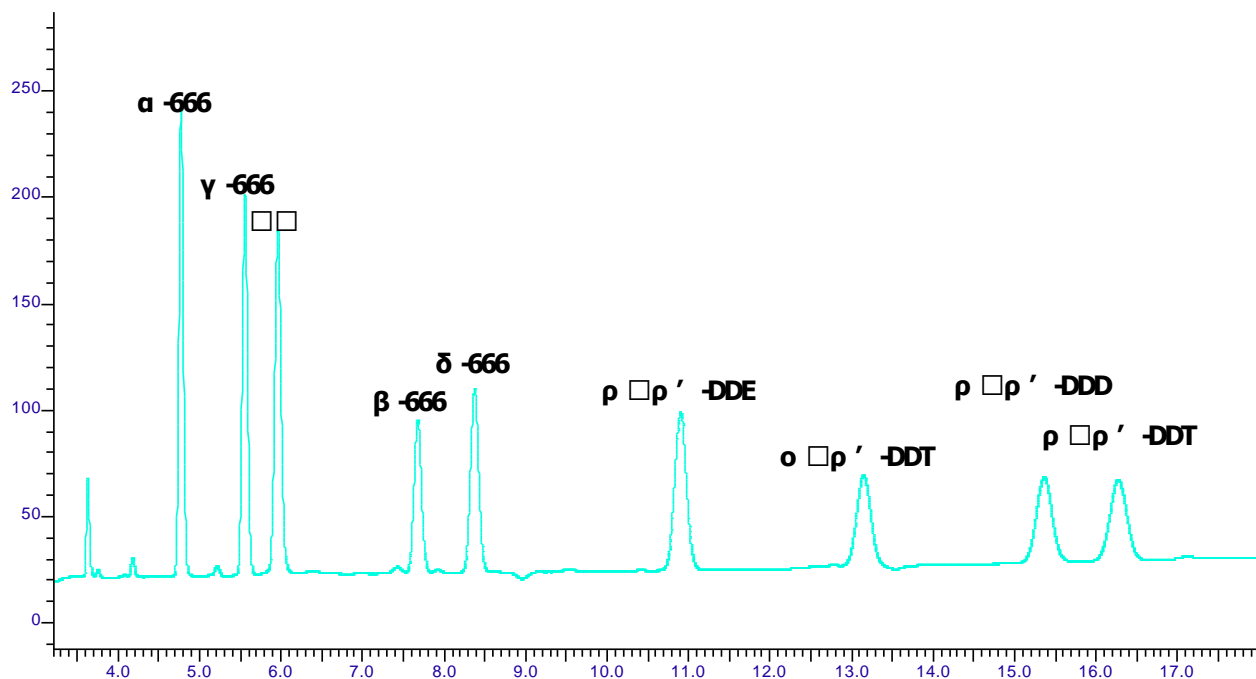
将以上 9 种标准品分别用正己烷稀释至 100ug/mL, 混合后稀释成 0.1ug/mL 混合标准溶液, 由 0.1ug/mL 混合标液依次稀释为以下浓度: 0.05ug/mL, 0.02ug/mL, 0.01ug/mL, 0.005ug/mL, 0.002ug/mL, 0.001ug/mL。

样品提取步骤:

按照 GB/T 5009.19-2003 方法进行处理样品。

标准品色谱图:

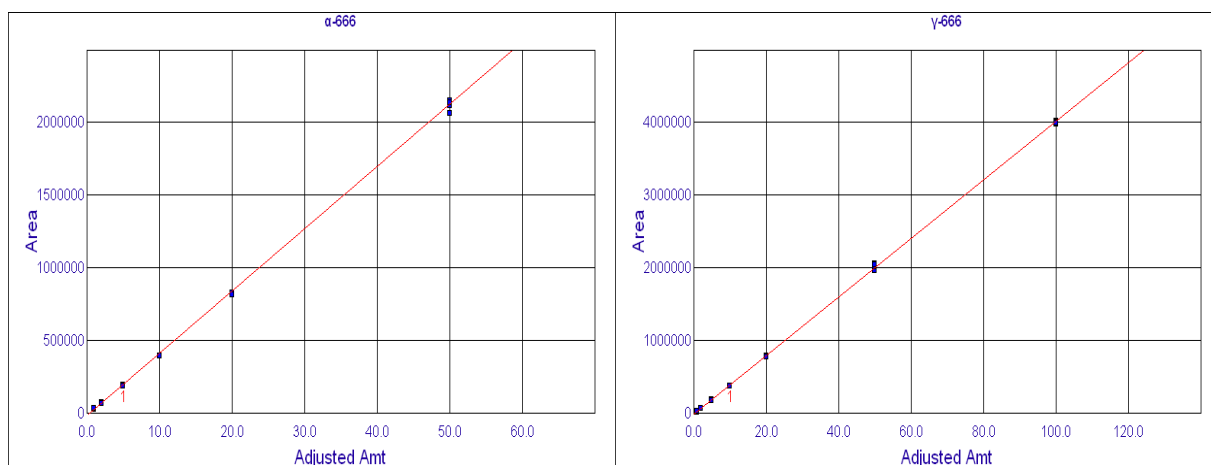
20ppb 标准样品色谱图:



校准曲线:

标准曲线浓度点依次为 0.001ug/mL, 0.002ug/mL, 0.005ug/mL, 0.01ug/mL, 0.02ug/mL, 0.05ug/mL, 0.1ug/mL。

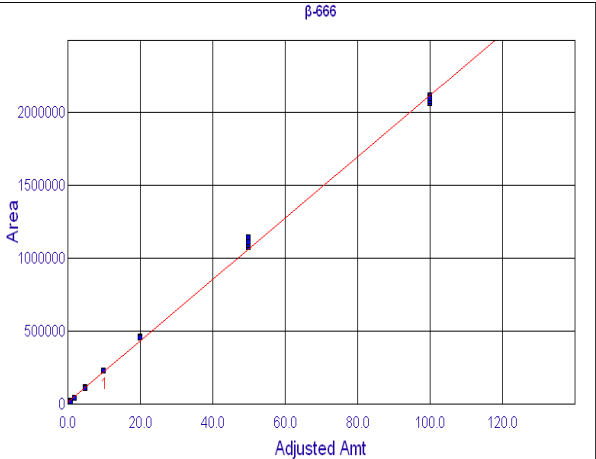
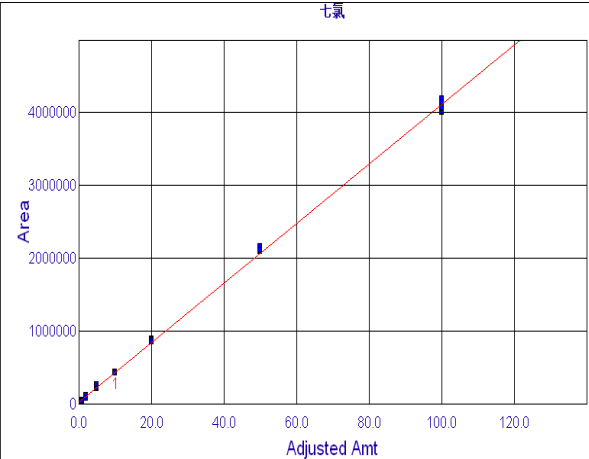
曲线类型为 1 阶线性拟合, 不过原点。



$$Y = (-11148.623610) + (42784.192140) X \quad Y = (4365.209569) + (40195.177381) X$$

R-Squared = 0.999709 R=0.999854

R-Squared = 0.999805 R=0.999902

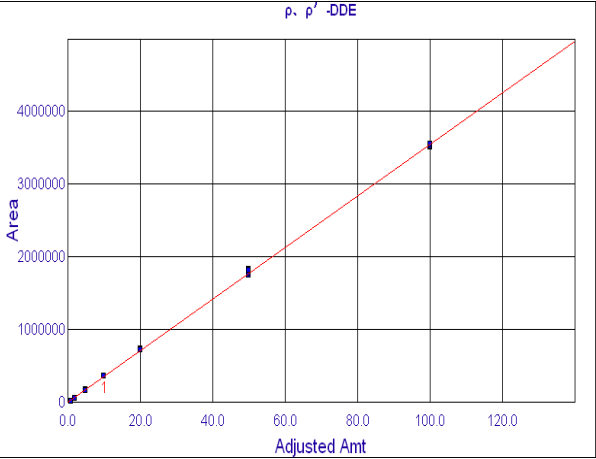
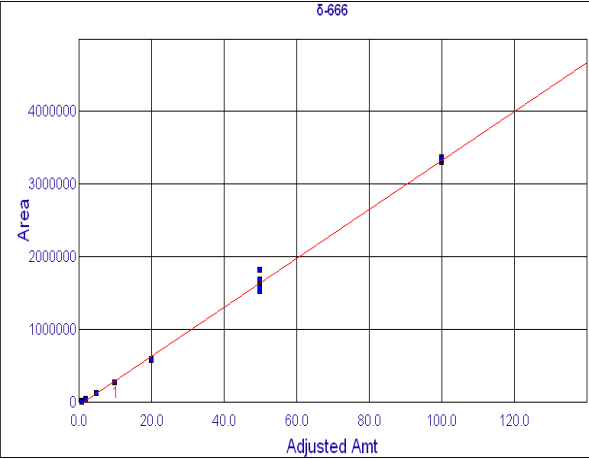


$Y = (45793.174386) + (40783.972520) X$

$Y = (23022.839074) + (20975.995764) X$

R-Squared = 0.999208 R=0.999604

R-Squared = 0.998728 R=0.999364

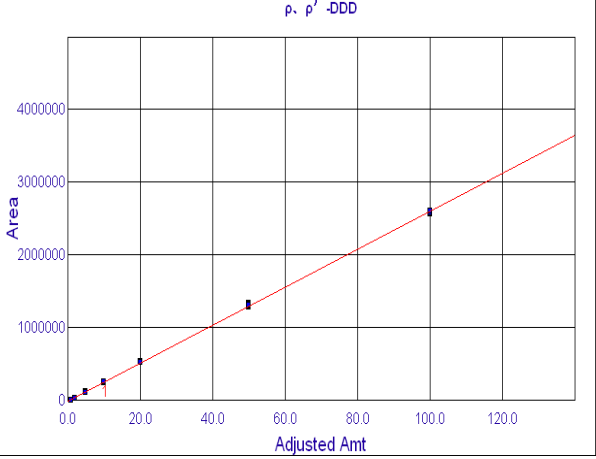
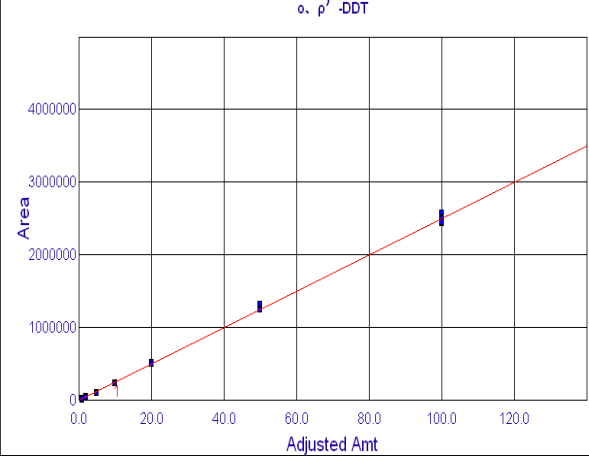


$Y = (-33394.666460) + (33686.647705) X$

$Y = (16391.174319) + (35490.938163) X$

R-Squared = 0.998782 R=0.999391

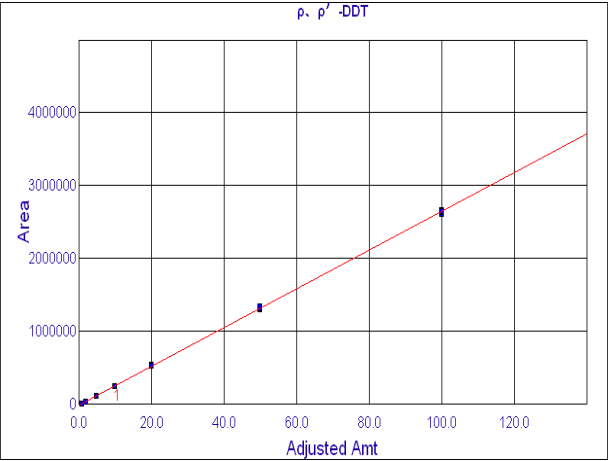
R-Squared = 0.999731 R=0.999865



$Y = (14266.011544) + (24957.704809) X$

$Y = (6742.289246) + (26081.435561) X$

R-Squared = 0.998959 R=0.999479 R-Squared = 0.999742 R=0.999871



$Y = (623.480945) + (26599.664518) X$

R-Squared = 0.999869 R=0.999934

方法检出限（MDL）：

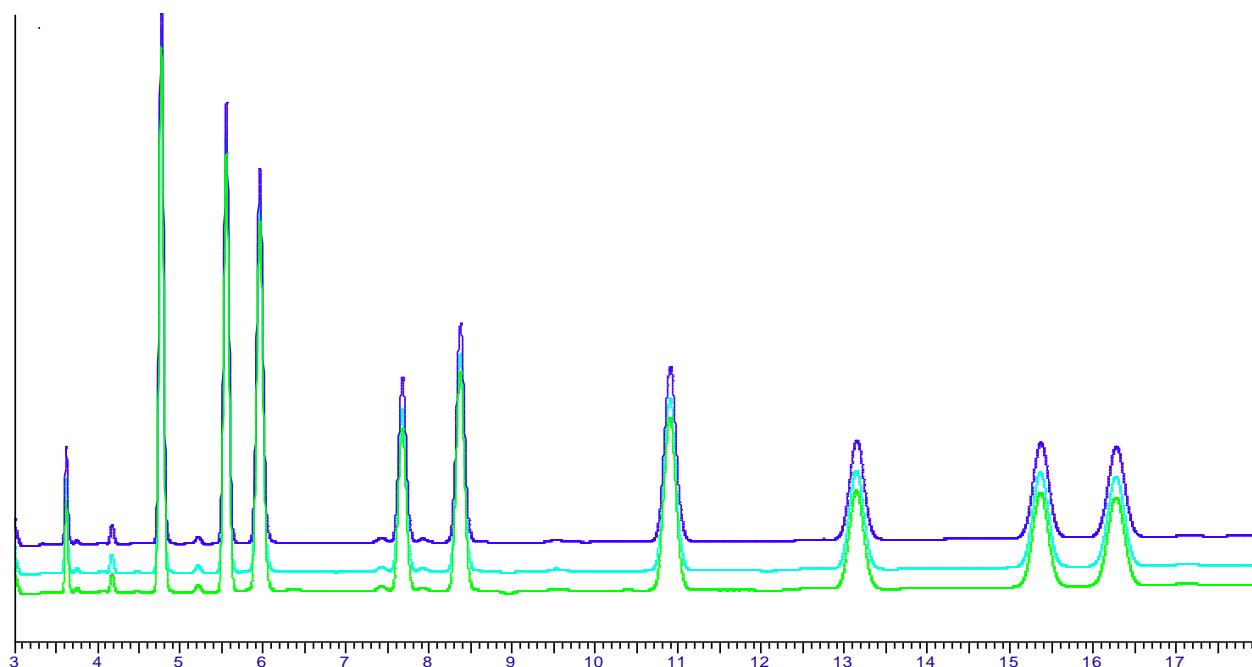
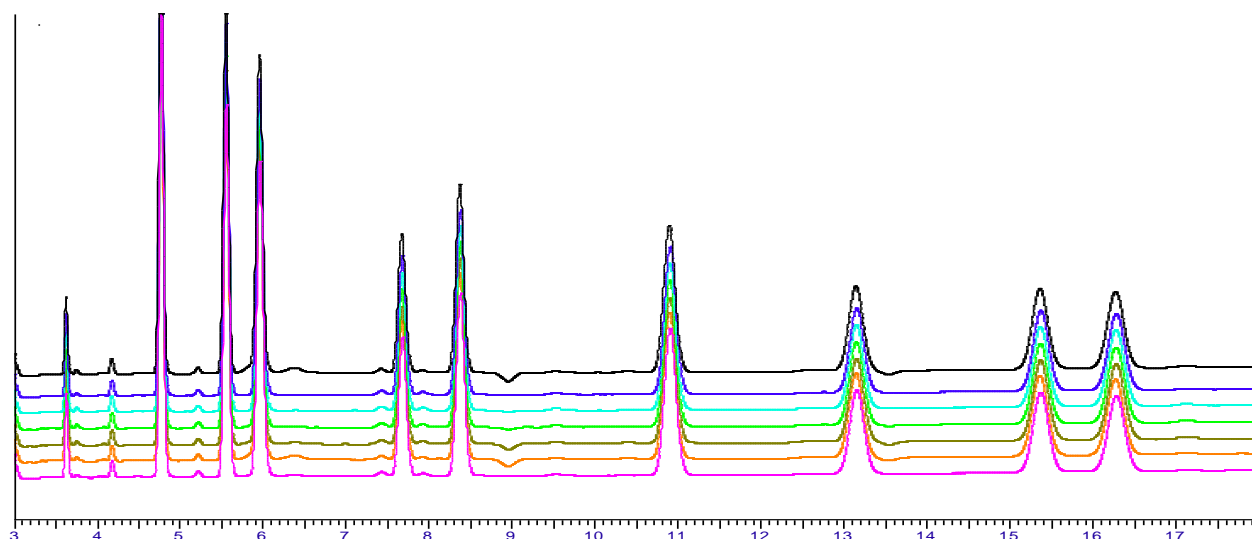
将空白值溶液重复分析 20 次，则检出限=最低响应值（仪器噪音的 3 倍）/标准曲线回归方程中的斜率。

名称	α -666	β -666	γ -666	δ -666	七氯	o , p ' -DDT	p , p ' -DDE	p , p ' -DDT	p , p ' -DDD
检出限 (ug/kg)	0.010	0.153	0.015	0.013	0.052	0.182	0.285	0.520	0.450

方法精密度：

1ppb 混合标准溶液重复 5 次分析汇总报告：（见附表一 Report）

保留时间重现性：



加标回收率:

称取 5.0000g 大米粉 1#, 同时吸取 0.050ug/mL 的标准品 1mL 于另一 5.0000g 大米粉中, 按照 GB/T 5009.19—2003 进行处理, 测得回收率为:

名称	α -666	β -666	γ -666	δ -666	七氯	o, p' -DDT	p, p' -DDE	p, p' -DDT	p, p' -DDD
回收率 %	91.73	100.06	100.28	118.81	93.39	107.96	99.68	111.71	104.50

称取 5.0000g 大米粉 2#, 同时吸取 0.100ug/mL 的标准品 1mL 于另一 5.0000g 大米粉中, 按照 GB/T 5009.19—2003 进行处理, 测得回收率为:

名称	α -666	β -666	γ -666	δ -666	七氯	o, p' -DDT	p, p' -DDE	p, p' -DDT	p, p' -DDD
回收率 %	90.79	84.94	93.67	103.76	91.96	95.74	91.33	96.08	94.09