

蔬菜中有机氯的测定

1、适用范围

适用于蔬菜中 12 种 (p, p' -DDD 六氯苯、 α -六六六、 γ -六六六(林丹)、七氯、 δ -六六六、环氧七氯 (外环氧七氯 B)、p, p' -DDE、狄氏剂、安特灵(异狄氏剂)、o, p' -DDT、p, p' -DDT) 有机氯的测定 (本实验选用样品为番茄)

参考标准:《GB/T5009.162-2008 动物性食品中有机氯农药和除虫菊酯农药多组分残留量的测定》

2、溶液的配制

准确量取适量 12 种单标溶液, 用丙酮溶液稀释为浓度为 1mg/L 的混合标准使用液。

3、提取步骤

称取 20g 样品于 100ml 具塞锥形瓶中, 加入 40 mL 丙酮, 震荡 30min; 再加入 6g 氯化钠, 充分混匀后加入 30mL 石油醚 (30°C-60°C) 震荡 30min。取 35mL 上清液, 经无水硫酸钠滤于旋转蒸发瓶中, 30°C 浓缩至 1ml 左右, 加入 2mL 乙酸乙酯-正己烷 (1: 1) 溶液, 再浓缩至 1mL 左右, 如此重复三次, 直到溶剂完全转化为乙酸乙酯-正己烷 (1: 1)。将残液取出, 用乙酸乙酯-正己烷 (1: 1) 定容至 5mL。待净化。

4、净化步骤

凝胶渗透色谱条件如下:

GPC 仪器型号	月旭 Sail1000-ZBXY2050 凝胶色谱仪
凝胶色谱柱	月旭 Bio-Beads S-X3 凝胶色谱柱, 规格 25×400mm
流动相	乙酸乙酯-环己烷 (1:1)
流速	5.0 mL /min

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

进样量	5.0mL
收集时间	18-30min
波长	254nm



将待净化液经凝胶色谱柱以乙酸乙酯-正己烷（1:1）洗脱，流速 5mL/min，收集 18-30min 流分，将其旋转蒸发至 5mL 左右，用氮气吹除溶剂，丙酮定容至 1mL。经 0.22 μ m 滤头过滤后，留待 GC 分析。

5、注意事项

- 1) GPC 柱启用前以 1mL/min 冲洗 1-2h 后使用效果更佳。
- 2) 加标水平：20g 样中，添加 0.2mL 10mg/L 标准使用液，得到加标水平为 0.01mg/kg。最终定容到 1mL，机读数为 0.1mg/L。

6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	WM-1701, 30.0m×0.32mm×0.25 μ m
进样口温度	230℃
检测器 (ECD) 温度	300℃
载气	N ₂
进样方式	分流进样 5:1
载气流量	1.1mL/min
进样量	1μL
升温程序	60℃保持 5min, 10℃/min 升到 160℃, 保持 8min; 4℃/min 升到 200℃, 保持 2min; 4℃/min 升到 260℃, 保持 10min

7、色谱图或者加标回收率结果

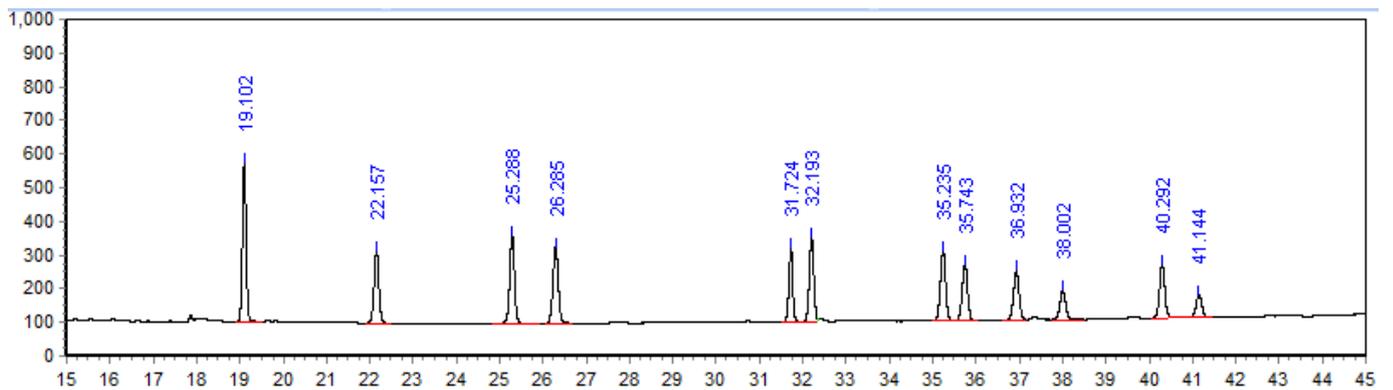


图 1.12 种有机氯标准品 0.1mg/L 图谱

表 1：相关峰信息

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

序号	峰名称	保留时间 /Min	峰面积 /[Hz*s]	峰高 Hz	相对峰面积 /%	分离度	塔板数
1	六氯苯	19.102	2869.06	473.1	15.0902	61.685	240963
2	α -六六六	22.157	1660.55	218.02	8.7339	17.349	201430
3	γ -六六六(林	25.288	2024	263.37	10.6455	15.921	263973
4	七氯	26.285	1939.82	226.13	10.2027	4.733	216808
5	δ -六六六	31.724	1323.57	222.7	6.9615	28.814	690187
6	环氧七氯(外环	32.193	1819.33	249.81	9.569	2.741	456853
7	p, p' -DDE	35.235	1767.21	210.75	9.2949	10.519	417855
8	狄氏剂	35.743	1456.28	169.44	7.6595	2.307	410798
9	安特灵(异狄氏	36.932	1331.23	150.8	7.0018	5.304	424056
10	o, p' -DDT	38.002	800.71	88.81	4.2114	4.666	425549
11	p, p' -DDD	40.292	1389.95	158.16	7.3106	10.112	531342
12	p, p' -DDT	41.144	631.04	69.38	3.319	3.72	478156

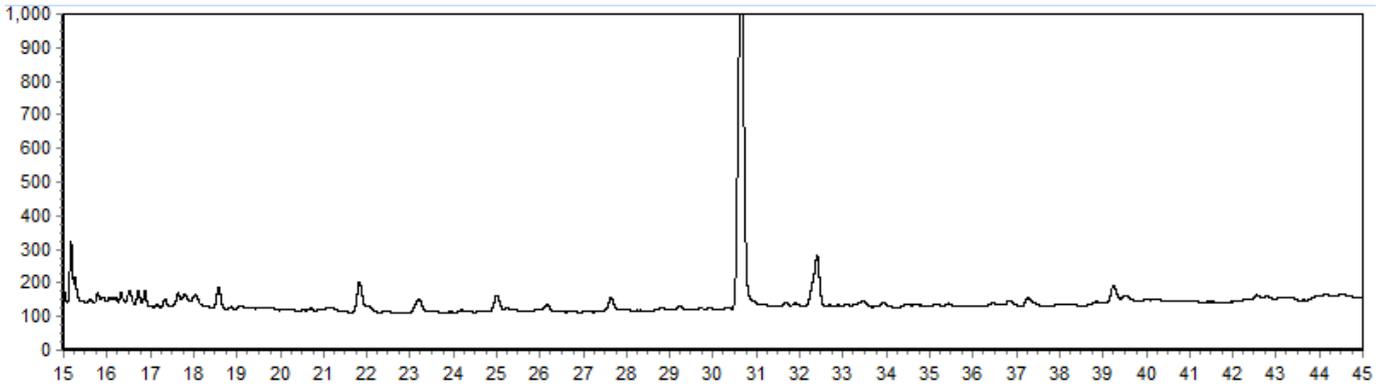
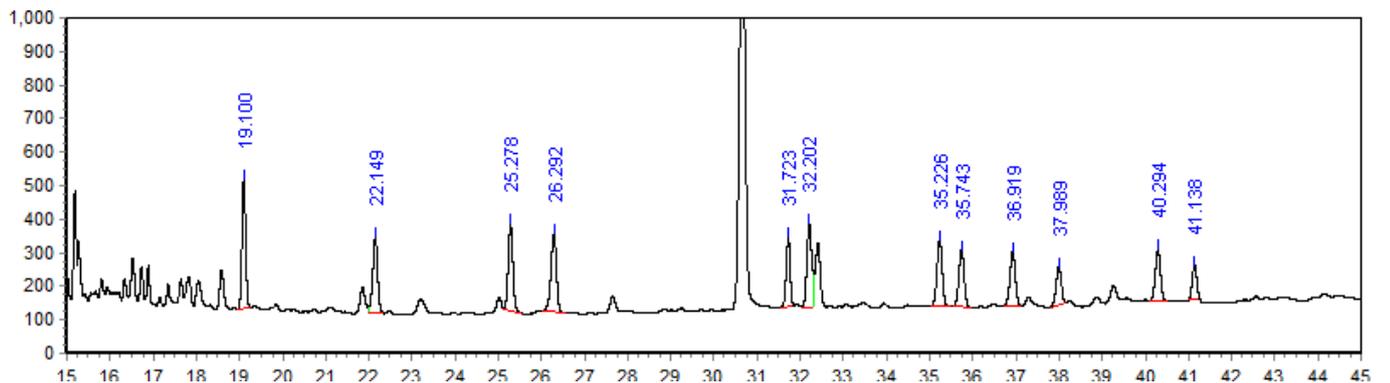


图 2.蔬菜样品空白图谱



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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

图 3.蔬菜样品加标 10.0ng/g 图谱

表 2：加标回收率

分类	加标水平 ng/g	回收率/%	RSD (n=2) /%
六氯苯	10	81.43%	2.52
α -六六六		107.51%	2.74
γ -六六六(林丹)		90.21%	0.14
七氯		107.58%	1.25
δ -六六六		103.44%	4.58
环氧七氯(外环氧七氯 B)		111.55%	0.63
p, p' -DDE		98.23%	4.35
狄氏剂		101.25%	2.65
安特灵(异狄氏剂)		110.55%	2.30
o,p' -DDT		119.47%	1.55
p, p' -DDD		95.73%	2.51
p,p' -DDT		123.41%	2.91

8.相关产品信息

货号	名称	规格
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30013	15mL 螺口尖底离心管	100 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	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

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

00821-40927	样品瓶	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
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
03907-32001	气相色谱柱	WM-1701 30m*0.32mm*0.25um
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	Welch Bio-Beads SX3 400*25mm
00826-D007S100ANVC	o, p' -DDT 标准品	CAS No. :789-02-6, 100μg/ml 于 乙腈, 1.1ml
00826-D008S01MANVC	p, p' -DDD 标准品	CAS No. :72-54-8, 1000μg/ml 于 乙腈, 1.1ml
00826-D010S01MMEVC	p, p' -DDE 标准品	CAS No. :72-55-9, 1000μg/ml 于 甲醇, 1.1ml
00826-D011S100MEVC	p, p' -DDT 标准品	CAS No. :50-29-3, 100μg/ml 于 甲醇, 1.1ml
00826-E010S01MMEVC	安特灵(异狄氏剂)标准品	CAS No. :72-20-8, 1000μg/ml 于 甲醇, 1.1ml
00826-H006S01MMEVC	α-六六六标准品	CAS No. :319-84-6, 1000μg/ml 于 甲醇, 1.1ml
00826-H008S01MACVC	δ-六六六标准品	CAS No. :319-86-8, 1000μg/ml 于 正己烷, 1ml
00826-H009S100MEVC	γ-六六六(林丹)标准品	CAS No. :58-89-9, 100μg/ml 于 甲醇, 1.1ml
00826-H010S100MEVC	七氯标准品	CAS No. :76-44-8, 100μg/ml 于 甲醇, 1.1ml
00826-H012S01MANVC	环氧七氯(外环氧七氯B)标准品	CAS No. :1024-57-3, 1000μg/ml 于 乙腈, 1.1ml
00826-H017S100MEVC	六氯苯标准品	CAS No. :118-74-1, 100μg/ml 于 甲醇, 1.1ml
00826-D074S100ANVC	狄氏剂标准品	CAS No. :60-57-1, 100μg/ml 于 乙腈, 1.1ml

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com