

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℃-60℃) 震荡 30min。取 35mL 上清液, 经无水硫酸钠滤于旋转蒸发瓶中, 30℃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

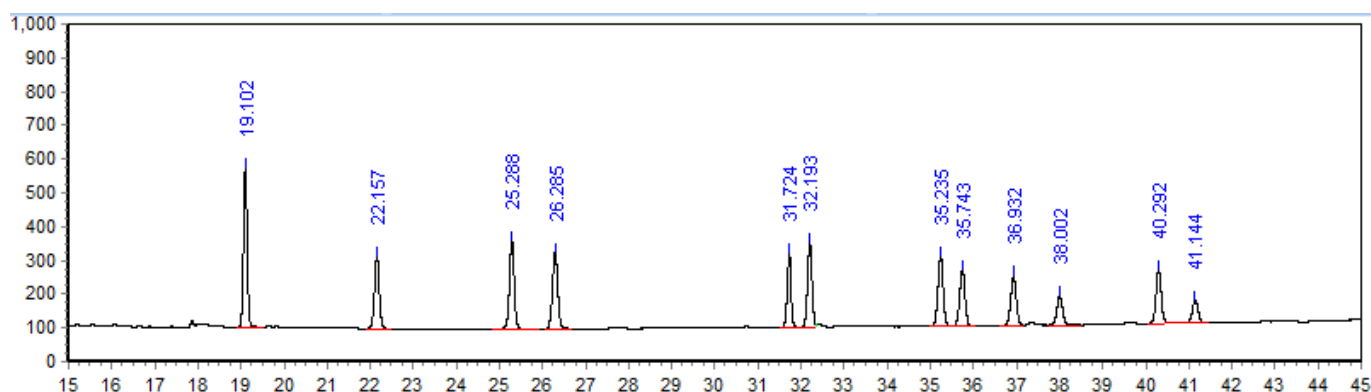


图 1.12 种有机氯标准品 0.1mg/L 图谱

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 |

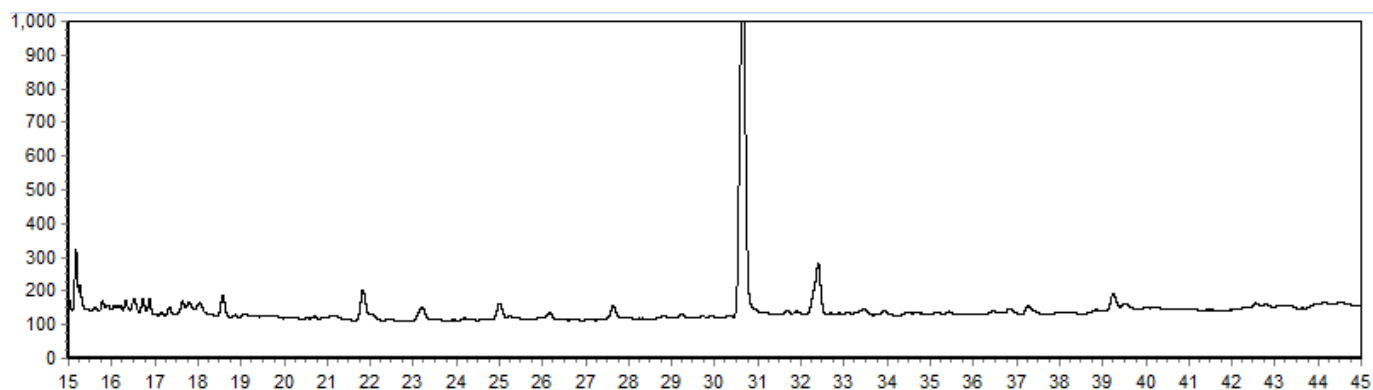
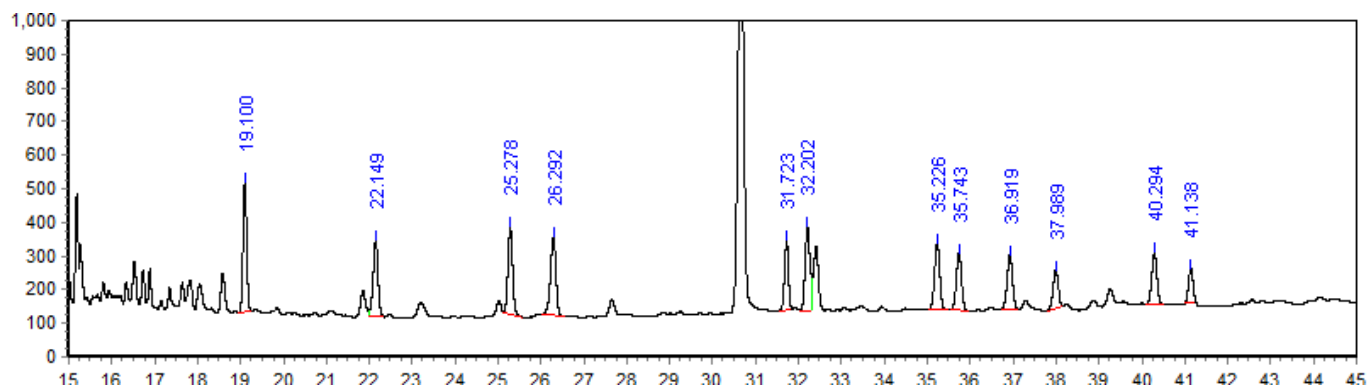


图 2.蔬菜样品空白图谱



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