油料作物及植物油中氟乐灵的测定 GB/T5009.172-2003

1、适用范围

适用于油料作物及植物油中氟乐灵的测定（该实验选用基质为大豆、菜籽油）

参考标准：《GB/T5009.172-2003 大豆、花生、豆油、花生油中的氟乐灵残留量的测定》

2、溶液的配置

1) 标准工作液：氟乐灵标品中间液：准确移取 0.1mL 氟乐灵标准品储备液，用正己烷定容至 10mL，浓度为 1mg/L。

2) 氟乐灵标品使用液：准确移取 1mL 氟乐灵标准品中间液，用正己烷稀释至 10mL，浓度为 0.1mg/L。

3) 10%二氯甲烷/正己烷：量取 10mL 二氯甲烷，90mL 正己烷，混匀。

4) 60%二氯甲烷/正己烷：量取 60mL 二氯甲烷，40mL 正己烷，混匀。

3、提取步骤

油料作物：

称取 5g 样品（样品预先搅碎、混匀）于 100mL 具塞离心管中，加入 50mL 丙酮；过夜浸渍提取；次日 8000r/min 离心 5min；取 10mL 上清液转移至一 50mL 具塞离心管中；加入 10mL 水，1g 无水硫酸钠，20mL 正己烷，涡旋混匀 2min，8000r/min 离心 5min，上清液转移至 100mL 鸡心瓶中，残渣中再加入 2*20mL 正己烷萃取两次，合并上清液，40℃旋蒸至干；加入 5mL 正己烷溶解残渣，待净化。

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：321000 **E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com**

植物油：

称取 1g 样品于 10mL 容量瓶中，加入乙酸乙酯/环己烷（1/1）定容至 10mL，分取 5mL 注入 GPC-1600 凝胶色谱仪，以 5mL/min 流速洗脱，收集 16-22min 内流出液，40℃旋蒸至干，加入 5mL 正己烷溶解残渣，待净化。

4、SPE 净化步骤

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

活化：5mL 二氯甲烷，弃去，挤干小柱；5mL 正己烷，弃去；

上样：待净化液全部上样，弃去流出液；

淋洗：10mL 正己烷，10mL10%二氯甲烷/正己烷，弃去流出液；

洗脱：10mL 60%二氯甲烷/正己烷，收集流出液于 10mL 玻璃离心管中；

复溶：40℃氮吹至干，准确加入 1mL 正己烷溶解残渣，过 0.22μm 有机系滤膜后上 GC 检测。

5、注意事项

1） 加标水平：

大豆：5g 样中，添加 250μL 0.1mg/L 标准使用液，得到加标水平为 0.005mg/kg。最终定容到 1mL，机读数为 5μg/L。

菜籽油：1g 样中，添加 100μL 0.1mg/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 5μg/L。

2） SPE 净化过程中，淋洗液可先润洗鸡心瓶后并入 SPE 小柱。

3） 在油料作物的检测中，若出现基线干扰大、样品中油脂含量过高时，可在 SPE 净化步骤前增加 GPC 净化的步骤，GPC 条件同植物油的处理；

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：321000 **E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com**

4） 《GB/T5009.172-2003 大豆、花生、豆油、花生油中的氟乐灵残留量的测定》标准中，前处理方法与本标准存在较大差异，本方法优化了部分前处理步骤，提高了实验效率，同时加标水平在 5-10ng/g 时，本方法回收率在 87%-95%之间，RSD 值在 5%以下；

6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	WM-5MS，30.0m×0.25mm×0.25μm
进样口温度	230℃
检测器（ECD）温度	300℃
载气	N_2，尾吹气流速：60mL/min；
进样方式	不分流进样
载气流量	1.2/min
进样量	2μL
升温程序	70℃保持 1min，30℃/min 升到 185℃，保持 2.5min，25℃/min 升到 280℃，保持 10min；

7、色谱图或者加标回收率结果

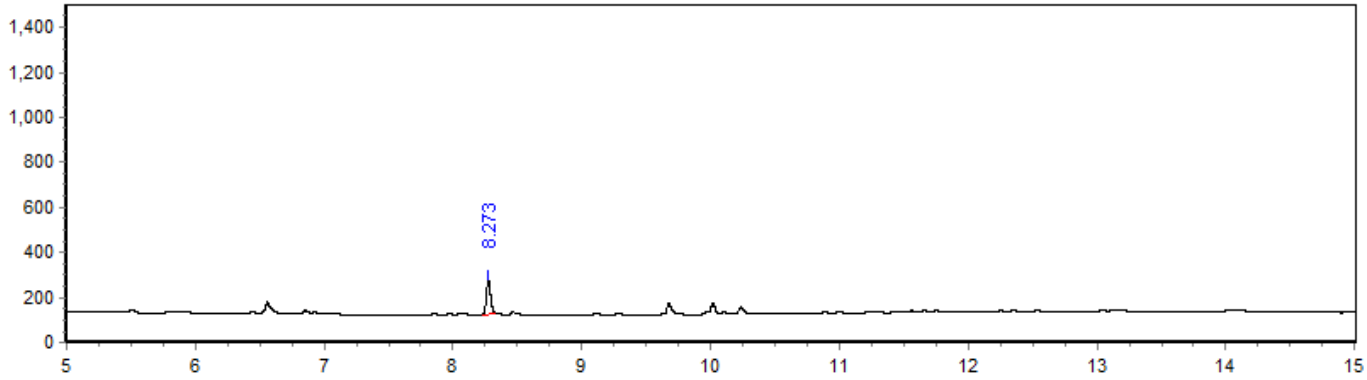


图 1. 氟乐灵标准品 5μg/L 图谱 L 图谱

峰名称	保留时间	峰高	峰面积	相对峰面积	拖尾因子	塔板数
	min	Hz	Hz*s	%		(EP)
氟乐灵	8.273	154.16	344.08	100	1.171	319153

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：321000 **E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com**

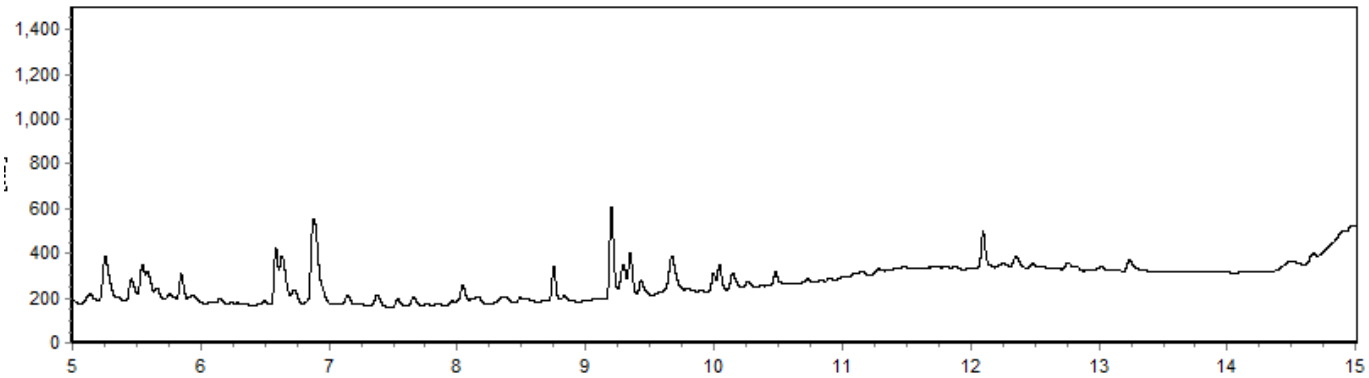


图 2.大豆样品空白图谱

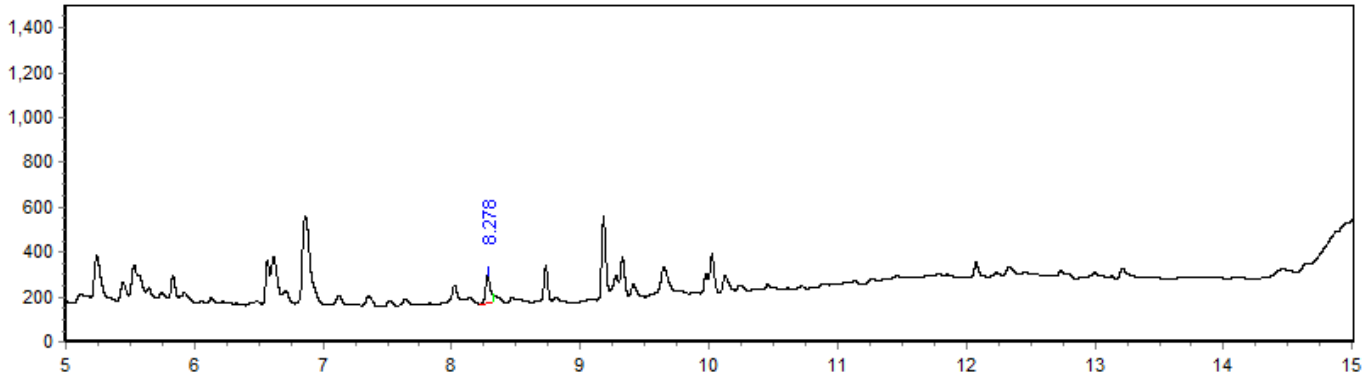


图 3. 大豆样品加标 5ng/g 图谱

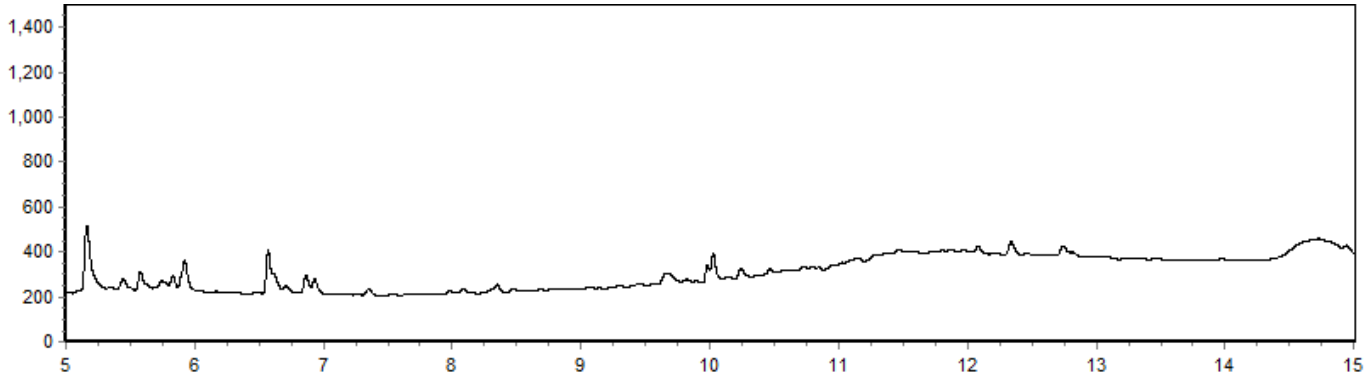
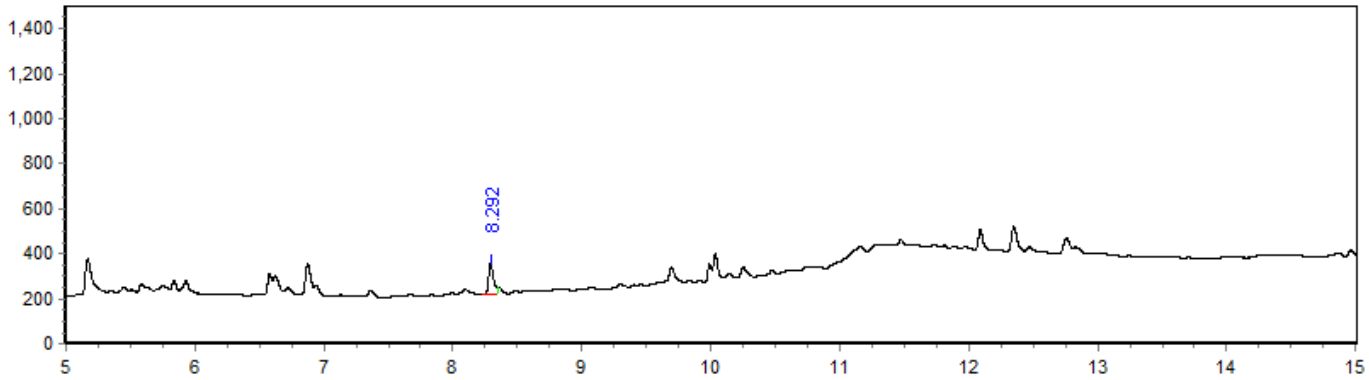


图 4.菜籽油样品空白图谱



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：321000 **E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com**

图 5.菜籽油样品加标 10ng/g 图谱

表 1.加标回收率表

样品名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
大豆	5	91.92	2.57
菜籽油	10	87.10	1.27

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20007	SPE 小柱	Florisil PR,1000mg/6mL,30pk
00823-00002	GPC 柱	Welch Bio-Beads S-X3,400*25mm
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	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	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	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
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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5 MS,30m*0.25mm*0.25um
	氟乐灵标准品	CAS.1582-29-9

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：321000 **E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com**