

## 蔬菜和水果中 16 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（ $\alpha$ -666，六氯苯， $\beta$ -666， $\gamma$ -666，五氯硝基苯， $\delta$ -666，七氯，艾氏剂， $\alpha$ -硫丹，狄氏剂，p,p'-DDE，异狄氏剂， $\beta$ -硫丹，p,p'-DDD，o,p'-DDT，p,p'-DDT）有机氯的测定（该实验选用基质为梨）。

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、溶液的配制

- 1) 标准储备液：准确量取适量 16 种标准品，分别用正己烷溶液稀释为浓度为  $100\mu\text{g/mL}$  的混合标准储备液。
- 2) 混合标准工作液：分别移取  $0.1\text{mL}$  浓度为  $100\text{mg/L}$  的 16 种标准储备液，用正己烷定容至  $10\text{mL}$ ，浓度为  $1\mu\text{g/mL}$ 。
- 3) 正己烷-丙酮（9:1，体积比）：量取  $90\text{mL}$  正己烷， $10\text{mL}$  丙酮，混匀。

### 3、提取步骤

称取试样  $5\text{g}$  ( $\pm 0.05\text{g}$ ) 于  $50\text{mL}$  离心管中，加入  $5\text{g}$  氯化钠和  $10\text{mL}$  乙腈，涡旋混匀  $2\text{min}$ ，超声提取  $10\text{min}$ ， $6000\text{ r/min}$  离心  $5\text{min}$ ，再用  $10\text{mL}$  乙腈重复提取一次，合并提取液。吸取  $10\text{mL}$  提取液于  $15\text{mL}$  离心管中， $40^\circ\text{C}$  氮吹至近干，加入  $2\text{mL}$  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；

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°C氮吹至近干，用正己烷定容至 1mL，过 0.22 $\mu$ m 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 200 $\mu$ L 1 $\mu$ g/mL 标准使用液，得到加标水平为 40 $\mu$ g/kg。  
最终定容到 1mL，机读数为 0.1 $\mu$ g/mL。

## 6、色谱条件

色谱柱	WM-5MS, 30.0m $\times$ 0.25mm $\times$ 0.25 $\mu$ m
进样口温度	200°C
检测器（ECD）温度	320°C
载气	N <sub>2</sub>
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	1 $\mu$ L
升温程序	150°C保持 2min, 6°C/min 升到 270°C, 保持 8min;



## 7、色谱图或者加标回收率结果

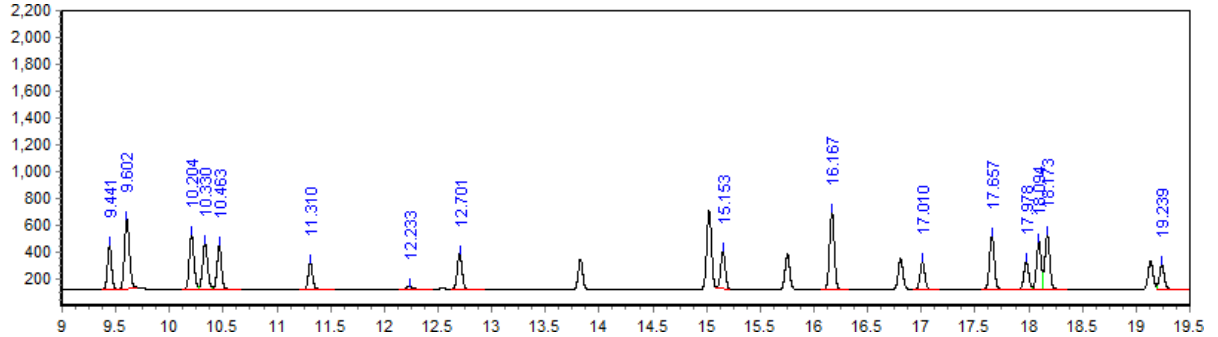


图 1. 16 种有机氯农药混标 0.1µg/mL 图谱

表 1、出峰情况

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)
$\alpha$ -666	9.441	326.41	866.87	5.5035	1.68	291624
六氯苯	9.602	517.81	1701.29	10.8008	2.077	202581
$\beta$ -666	10.204	404.74	1264.8	8.0297	1.571	247333
$\gamma$ -666	10.33	347.86	1129.35	7.1698	1.52	242201
五氯硝基苯	10.463	332.64	953.47	6.0532	1.697	323221
$\delta$ -666	11.31	203.67	583.61	3.7051	11.662	395160
七氯	12.233	23.48	117.05	0.7431	1.718	210730
艾氏剂	12.701	270.83	851.12	5.4034	1.786	391037
$\alpha$ -硫丹	15.153	277.08	826.48	5.247	30.493	573418
狄氏剂	16.167	580.36	1837.26	11.6641	12.488	609926
p,p'-DDE	17.01	209.04	654.51	4.1553	10.323	707977
异狄氏剂	17.657	404.09	1299.81	8.252	7.901	715850
$\beta$ -硫丹	17.978	207.75	667.39	4.237	3.829	731138
p,p'-DDD	18.094	354.96	1059.54	6.7266	1.412	786329
o,p'-DDT	18.173	410.25	1334.81	8.4742	0.946	712170
p,p'-DDT	19.239	188.26	604.1	3.8352	1.252	887159



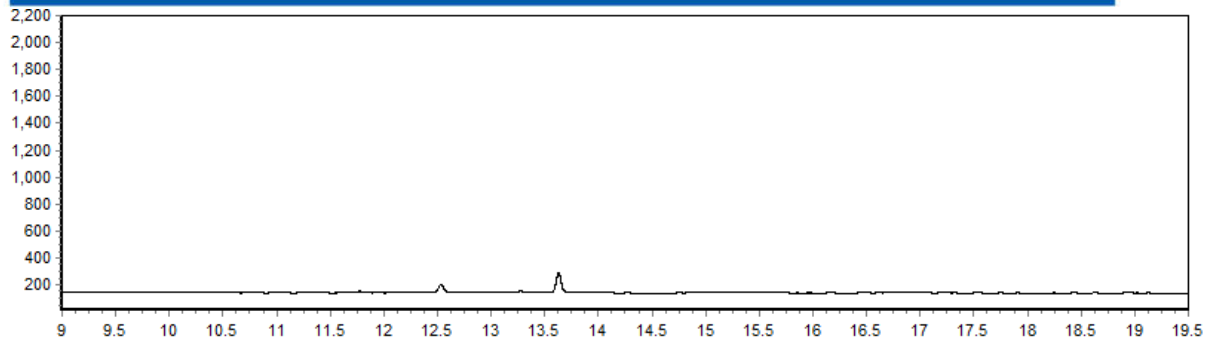


图 2. 梨样品空白图谱

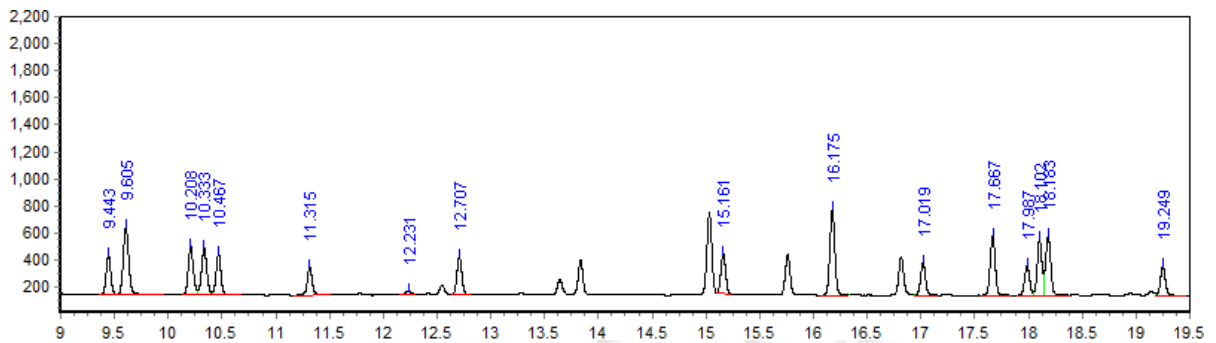


图 3. 梨样品加标 40µg/kg 图谱

表 2、加标回收率表

分类	加标水平 µg/kg	平均回收率%	RSD %
α-666	40	94.81%	7.69%
六氯苯		98.87%	8.43%
β-666		97.36%	3.09%
γ-666		99.40%	5.77%
五氯硝基苯		97.25%	3.24%
δ-666		112.67%	1.47%
七氯		99.53%	0.18%
艾氏剂		105.39%	0.27%
α-硫丹		110.73%	2.35%
狄氏剂		114.21%	1.90%
p,p'-DDE		118.71%	2.29%



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

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com

异狄氏剂		115.10%	4.20%
$\beta$ -硫丹		112.87%	6.55%
p,p'-DDD		119.78%	2.20%
o,p'-DDT		113.61%	3.45%
p,p'-DDT		116.59%	3.00%

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20007	SPE 小柱	Welchrom <sup>®</sup> Florisil PR, 1g/6mL, 30pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	Welchrom <sup>®</sup> 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 <sup>®</sup> 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 <sup>®</sup> 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 <sup>®</sup> 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-5MS, 30.0m×0.25mm×0.25 $\mu$ m
00826-H006P010	$\alpha$ -六六六标准品	A2S, CAS No.:319-84-6, 10mg
00826-H017P250	六氯苯标准品	A2S, CAS No.:118-74-1, 250mg
00826-H007P025	$\beta$ -六六六标准品	A2S, CAS No.:319-85-7, 25mg
00826-H009P050	$\gamma$ -六六六(林丹)标准品	A2S, CAS No.:58-89-9, 50mg
00826-Q005P250	五氯硝基苯标准品	A2S, CAS No.:82-68-8, 250mg
00826-H008P050	$\delta$ -666 标准品	A2S, CAS No.:319-86-8, 50mg
00826-H010P050	七氯标准品	A2S, CAS No.:76-44-8, 50mg
00826-A020P100	艾氏剂标准品	A2S, CAS No.:309-00-2, 100mg



00826-E008P010	$\alpha$ -硫丹/硫丹 I 标准品	A2S, CAS No.:959-98-8,10mg
00826-D074P050	狄氏剂标准品	A2S, CAS No.:60-57-1,50mg
00826-D010P250	p,p'-DDE 标准品	A2S, CAS No.:72-55-9,250mg
00826-E010P050	异狄氏剂标准品	A2S, CAS No.:72-20-8,50mg
00826-E009P100	$\beta$ -硫丹标准品	A2S, CAS No.:33213-65-9, 100mg
00826-D008P025	p,p'-DDD 标准品	A2S, CAS No.:72-54-8,25mg
00826-D007P010	o,p'-DDT 标准品	A2S, CAS No.:789-02-6,10mg
00826-D011P100	p,p'-DDT 标准品	A2S, CAS No.:50-29-3,100mg

