

1、适用范围

适用于植物源性食品中多组分有机氯类农药残留量测定（本实验采用菠菜为样品）

参考标准：《风险监测-植物源性食品中多组分有机氯类农药残留量测定的标准操作程序》

2、溶液的配制

- 1) 标准工作液 10 μ g/mL：准确移取 1mL 标准贮备液，用正己烷稀释并定容至 10mL，冷藏保存。
- 2) 二氯甲烷-正己烷（95-5）：量取二氯甲烷 950mL，正己烷 50mL，混匀。

3、提取步骤

称取 10g 样（经搅拌器均质后的样品），加入 20mL 乙腈,涡旋超声 10min，加入 2.5g 氯化钠，离心 8000r/min（5min），准确移取上清液 10ml 置于鸡心瓶中，45 $^{\circ}$ C水浴减压至近干，加入 5mL 二氯甲烷-正己烷（95-5）待净化。

4、SPE 净化步骤

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

活化：10mL 二氯甲烷-正己烷（95-5），弃去

上样：待净化液，收集

洗脱：20mL 二氯甲烷-正己烷（95-5），收集于鸡心瓶中，并压干。

复溶：45 $^{\circ}$ C氮吹干，用 1mL 正己烷复溶，待检测。

5、注意事项

1) 加标水平：10g 样中加入 0.2 mL 10 μ g/mL 最后定容至 1mL，该加标水平为 0.2mg/kg ，机读数为 1 μ g/mL。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

| | |
|-------|---|
| 色谱柱 | WM-5MS 30m*0.25mm, 0.25 μ m |
| 进样口温度 | 250 $^{\circ}$ C |
| 升温程序 | 初始柱温 80 $^{\circ}$ C，保持 1min；以 40 $^{\circ}$ C/min 升温至 160 $^{\circ}$ C，保持 0min；再以 5 $^{\circ}$ C/min 升温至 200 $^{\circ}$ C，保持 5min；再以 8 $^{\circ}$ C/min 升温至 240 $^{\circ}$ C，保持 0min；再以 5 $^{\circ}$ C/min 升温至 290 $^{\circ}$ C，保持 3min；再以 30 $^{\circ}$ C/min 升温至 300 $^{\circ}$ C，保持 3min。 |
| 载气 | 高纯氦气（纯度>99.999%） |
| 进样方式 | 无分流进样 |
| 恒流模式 | 1mL/min |
| 进样量 | 1 μ L |

6.2 质谱条件

| | |
|-------|------------------|
| 电离方式 | 电子轰击电离源（EI） |
| 电离能量 | 70eV |
| 传输线温度 | 250 $^{\circ}$ C |
| 离子源温度 | 230 $^{\circ}$ C |
| 四极杆温度 | 150 $^{\circ}$ C |

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

| | |
|------|--------------|
| 监测方式 | 选择离子扫描 (SIM) |
| 溶剂延迟 | 8min |

7、色谱图或者加标回收率结果

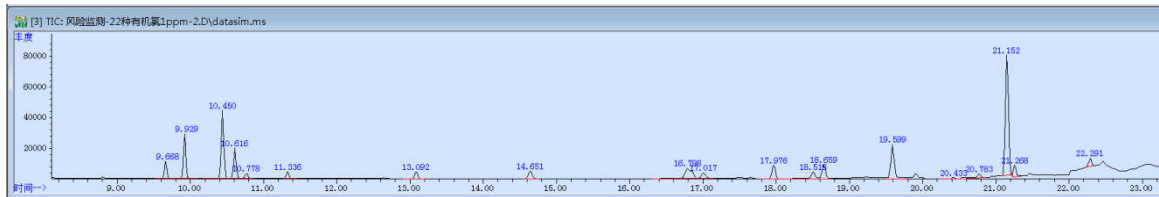


图 1 22 种有机氯混标标准品 1µg/mL 图谱

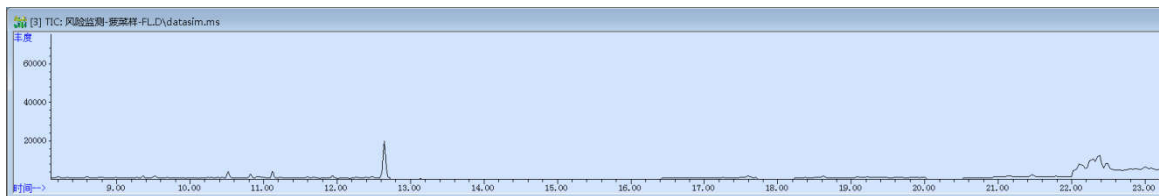


图 2 菠菜样过柱图谱

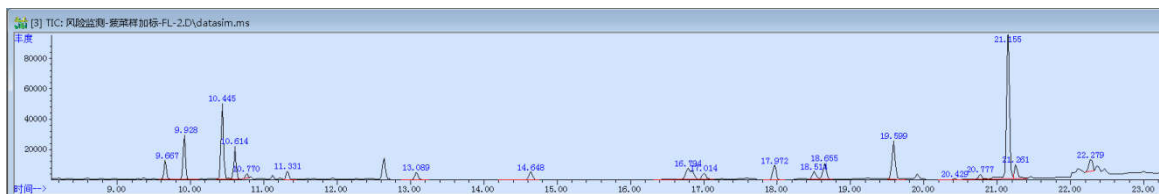


图 3 .菠菜样加标 0.2mg/kg 过柱图谱

表 2. 回收表

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

| | 名称 | 加标水平 mg/kg | 平均回收率% | RSD% |
|----|---------------|------------|---------|-------|
| 1 | α -666 | 0.2 | 109.71% | 1.08% |
| 2 | 六氯苯 | | 100.98% | 4.42% |
| 3 | β -666 | | 105.77% | 0.29% |
| 4 | γ -666 | | 107.45% | 0.90% |
| 5 | 五氯硝基苯 | | 87.17% | 5.17% |
| 6 | δ -666 | | 116.40% | 0.16% |
| 7 | 七氯 | | 112.36% | 1.88% |
| 8 | 艾氏剂 | | 106.63% | 9.51% |
| 9 | 顺式环氧七氯 | | 113.15% | 6.63% |
| 10 | 反式环氧七氯 | | 92.19% | 7.07% |
| 11 | 反式氯丹 | | 111.87% | 7.01% |
| 12 | α -硫丹 | | 100.70% | 5.37% |
| 13 | 顺式氯丹 | | 112.86% | 5.47% |
| 14 | p,p'-DDE | | 111.94% | 4.80% |
| 15 | 异狄氏剂 | | 131.01% | 5.05% |
| 16 | β -硫丹 | | 112.60% | 3.25% |
| 17 | p,p'-DDD | | 115.02% | 6.40% |
| 18 | o,p'-DDT | | 112.41% | 6.24% |
| 19 | 硫丹硫酸盐 | | 123.52% | 5.29% |

8、相关产品信息

| 货号 | 名称 | 规格 |
|-------------|--------------|---|
| 00516-20007 | SPE 小柱 | Welchrom® Florisil PR,1000mg/6ml,30pk |
| 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 |
| 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:321000

E-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 |
| 03904-22001 | 气相色谱柱 | WM-5MS, 30m*0.25mm, 0.25 μ m |

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