

QuEChERS-AOAC-白菜中多种有机氯及拟除虫菊酯类农药残留的测定

1、适用范围

适用于色素较多较复杂的水果、蔬菜及谷物中多种农药残留的测定。

参考标准：《AOAC Official Method 2007.01: Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate》

2、溶液的配制

有机氯及拟除虫菊酯类农药标准品储备液（固体标准品）/单标：称取适量标准物质，用适量丙酮溶解，浓度为 1mg/mL。

有机氯及拟除虫菊酯类农药标准中间液/单标：准确移取 5 种有机氯及 4 种拟除虫菊酯类农药标准储备液各 1mL，分别用丙酮稀释至 10mL，浓度为 100mg/L。

有机氯及拟除虫菊酯类农药标准中间液/混标：准确移取 5 种有机氯及 4 种拟除虫菊酯类农药标准储备液各 0.2mL，混合并用丙酮稀释至 10mL，浓度为 2mg/L。

3、提取净化

称取 15g 样品（样品预先粉碎，混匀）于 50ml 具塞离心管中，加入 15mL1%乙酸乙腈。加入 00528-20000 盐析包，剧烈震荡 1min。6000r/min 离心 5min，吸取 7mL 上清液到 00537-20021 净化管（净化管中预先加入 3mL 甲苯）中，涡旋混匀 1min，6000r/min 离心 5min，上清液经 0.22 μm 滤头过滤后，留待 GC 分析。

QuEChERS: 15ml 离心管-400mgPSA+400C18E+400mgGCB+1200mg MgSO₄。

盐析包: 1.5g 无水乙酸钠+6g 无水硫酸镁

4、注意事项

1) 加标水平: 15g 样中, 添加 0.75mL 2mg/L 标准使用液, 加标水平为 0.1mg/kg, 机读数为 0.1mg/L。

5、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	WM-5MS, 30.0m×0.25mm×0.25 μ m
进样口温度	220℃
检测器 (ECD) 温度	300℃
载气	N ₂ , 尾吹气流速: 60mL/min;
进样方式	分流进样, 分流比 10: 1
载气流量	1.6mL/min
进样量	2μL
升温程序	180℃保持 2min, 10℃/min 升到 200℃, 保持 2min; 10℃/min 升到 230℃, 保持 2min; 3℃/min 升到 260℃, 保持 6.5min; 20℃/min 升到 270℃, 保持 2min;

7、色谱图或者加标回收率结果

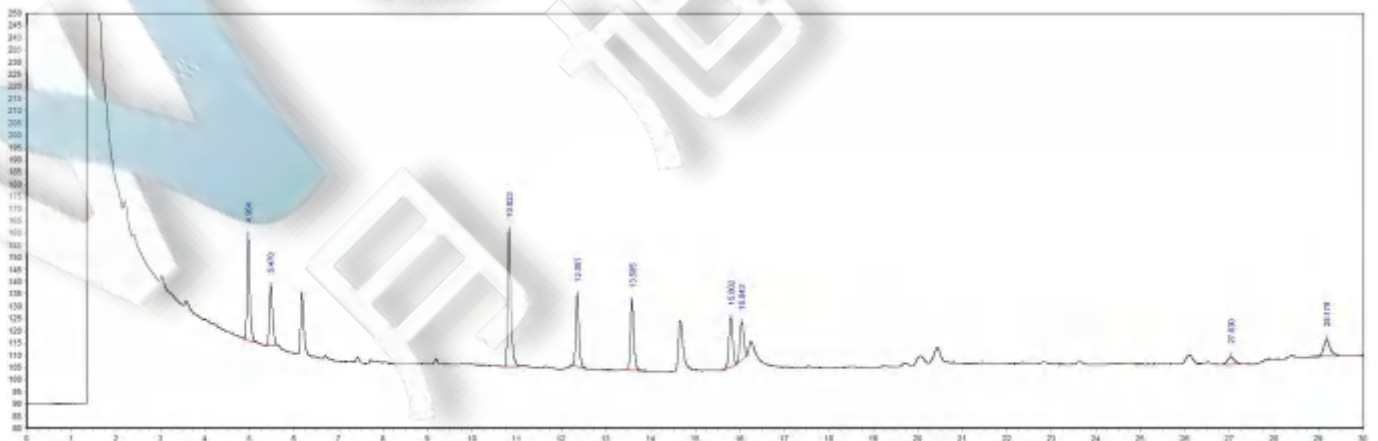


图 1.有机氯及拟除虫菊酯类农药混标标准品 0.1mg/L 图谱

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

表 1：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间	峰高	峰面积	相对峰面	分离度	塔板数
1	α -六六六	4.964	42.73	187.5	15.6243	0	32829
2	β -六六六	5.47	24.37	122.55	10.2116	4.235	28369
3	p, p' -DDE	10.823	55.79	276.29	23.0225	42.821	128511
4	o, p' -DDT	12.351	29.05	143.84	11.9861	12.428	154100
5	p, p' -DDT	13.585	28.17	145.76	12.1455	9.624	171241
6	联苯菊酯	15.802	19.98	122.63	10.2189	15.381	160663
7	甲氰菊酯	16.043	15.34	93.42	7.7843	1.501	151064
8	氰戊菊酯	27.03	3.03	34.82	2.9014	23.487	133499
9	溴氰菊酯	29.179	6.73	73.27	6.1054	7.737	199779

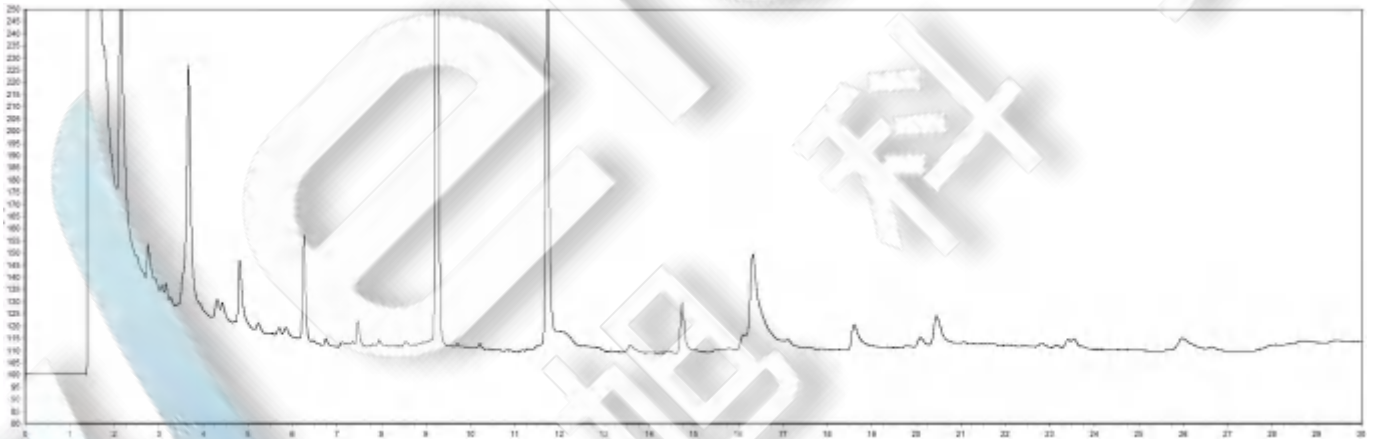
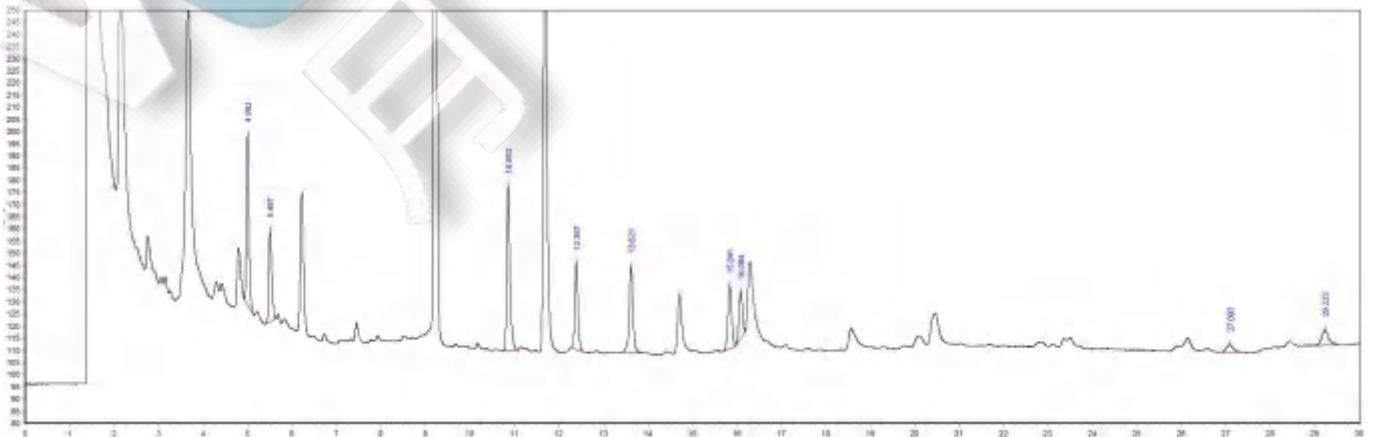


图 2.白菜样品空白图谱



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.白菜样品加标 100.0ng/g 图谱

表 2：加标回收率

分类	加标水平 ng/g	回收率/%	RSD (n=2) /%
α -六六六	100	140.07%	3.49
β -六六六		125.65%	1.78
p, p' -DDE		118.83%	1.63
o, p' -DDT		116.78%	2.72
p, p' -DDT		129.07%	7.43
联苯菊酯		122.19%	1.52
甲氰菊酯		114.79%	0.86
氰戊菊酯		114.46%	6.56
溴氰菊酯		90.17%	2.33

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
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
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY, 13mm*0.22 μ m, 100pk
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS 30m*0.25mm*0.25 μ m
00528-20000	盐析包	1.5 无水乙酸钠 g+6g 无水硫酸镁
00537-20021	QuEChERS	15ml 离心管-400mgPSA+400C18E+400mg GCB+1200mg MgSO ₄
00826-D007S100ANVC	o, p' -DDT 标准品	CAS No. :789-02-6, 100 μ g/ml 于 乙腈, 1.1ml
00826-D010S01MMEVC	p, p' -DDE 标准品	CAS No. :72-55-9, 1000 μ g/ml 于 甲醇, 1.1ml
00826-D011S100MEVC	p, p' -DDT 标准品	CAS No. :50-29-3, 100 μ g/ml 于 甲醇, 1.1ml
00826-H006S01MMEVC	α -六六六标准品	CAS No. :319-84-6, 1000 μ g/ml 于 甲醇, 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

00826-H008S01MACVC	δ -六六六标准品	CAS No. :319-86-8, 1000 μ g/ml 于 正己烷, 1ml
00826-H007S01MMEVC	β -六六六标准品	CAS No. : 319-85-7, 1000 μ g/ml 于 甲醇, 1.1ml
00826-D015P250	溴氰菊酯标准品	CAS No.:52820-00-5, 250mg
00826-F020P250	氰戊菊酯标准品	CAS No.:51630-58-1, 250mg
00826-71870	联苯菊酯标准品	CAS No.:82657-04-3, 1000 μ g/ml 于正己烷,1.1ml
00826-F012S01MACVC	甲氰菊酯标准品	CAS No.:39515-41-8, 1000 μ g/ml 于正己烷,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