

## QuEChERS-AOAC 黄瓜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

适用于黄瓜中 11 种（六氯苯、 $\beta$ -六六六、 $\alpha$ -六六六、 $\gamma$ -六六六（林丹）、七氯、 $\delta$ -六六六、环氧七氯（外环氧七氯 B）、p, p'-DDE、安特灵（异狄氏剂）、o, p'-DDT、p, p'-DDT）有机氯及 8 种（氯菊酯、溴氰菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、联苯菊酯、氟氯氰菊酯、高效氯氟氰菊酯、甲氰菊酯）拟除虫菊酯类农药残留的测定。

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

### 2、溶液的配置

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 11 种有机氯及 8 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 11 种有机氯及 7 种（高效氯氟氰菊酯取 2mL）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（样品预先捣碎成浆状，混匀）于 50ml 具塞离心管中，加入 15mL 1% 乙酸乙腈。加入 00528-20000 盐析包，剧烈震荡 1min。6000r/min 离心 5min，吸取 8mL 上清液到 00533-20021 净化管中，涡旋混匀 1min，6000r/min 离心 5min，上清液经 0.22  $\mu$ m 滤头过滤后，留待 GC 分析。

### 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（高效氯氟氰菊酯

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

为 1mg/kg)，机读数为 0.1mg/L（高效氯氟氰菊酯为 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 (FPD) 温度	300℃
载气	N <sub>2</sub> , 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	5μL
升温程序	180℃保持 2min, 4℃/min 升到 200℃, 保持 2min; 10℃/min 升到 230℃, 保持 2min; 2℃/min 升到 260℃, 保持 8.5min; 50℃/min 升到 270℃, 保持 2min;

## 6、色谱图或者加标回收率结果

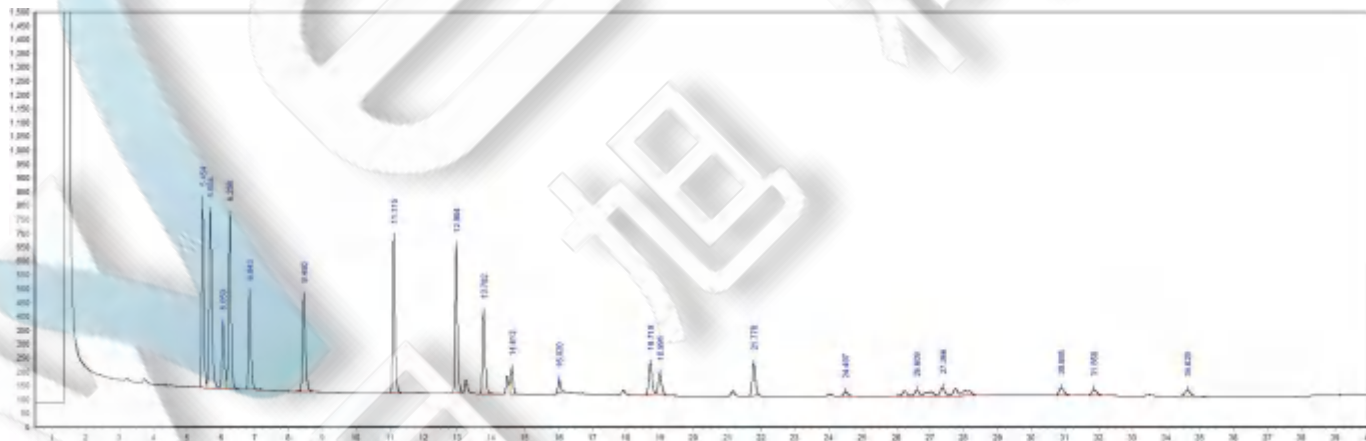


图 1.有机氯及拟除虫菊酯类农药混标标准品 0.1mg/L 图谱

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	峰高 /Hz	峰面积 /[Hz*s]	相对峰面积	分离度	塔板数
1	六氯苯	5.454	680.34	3093.28	11.4589	0	35589
2	α-六六六	5.684	639.44	3672.11	13.6032	1.794	25844
3	β-六六六	6.059	237.32	1341.82	4.9707	2.618	27640
4	γ-六六六	6.258	628.76	3043.98	11.2763	1.5	43907
5	七氯	6.843	346.78	1786.08	6.6165	4.322	46628
6	δ-六六六	8.45	345.73	2032.47	7.5292	11.806	53494
7	环氧七氯	11.115	564.59	2704.4	10.0183	20.129	138750
8	p, p' -DDE	12.964	530.41	2495.23	9.2435	15.644	194185
9	异狄氏剂	13.782	294.78	1597.73	5.9187	6.476	165602
10	o, p' -DDT	14.613	91.58	488.2	1.8085	0.887	171696
11	p, p' -DDT	16.02	44.01	244.37	0.9053	5.802	198604
12	联苯菊酯	18.719	112.09	744.32	2.7573	17.035	185279
13	甲氰菊酯	18.995	72.91	517.1	1.9156	1.538	167216
14	高效氯氟氰菊酯	21.778	116.76	799.91	2.9632	15.445	246476
15	氯菊酯	24.497	16.51	150.75	0.5585	13.362	177445
16	氟氯氰菊酯	26.609	21.98	646.47	2.3948	2.858	7252
17	氯氰菊酯	27.366	30.77	885.65	3.2809	0.59	6841
18	氰戊菊酯	30.885	26.49	284.98	1.0557	2.484	200359
19		31.858	20.95	232.87	0.8626	3.462	196151
20	溴氯菊酯	34.629	19.94	232.81	0.8624	9.253	196114

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

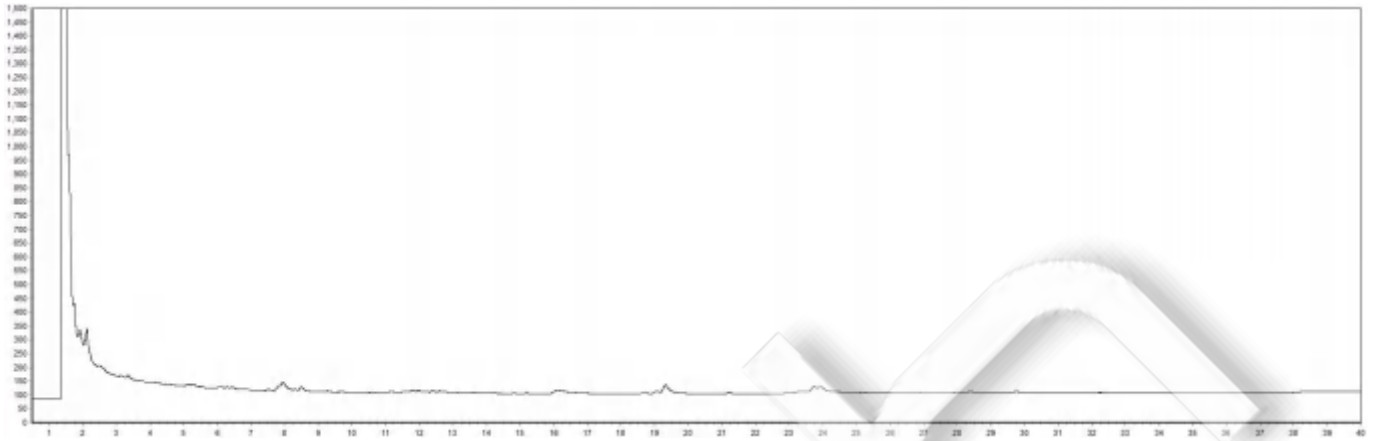


图 2.黄瓜样品空白图谱

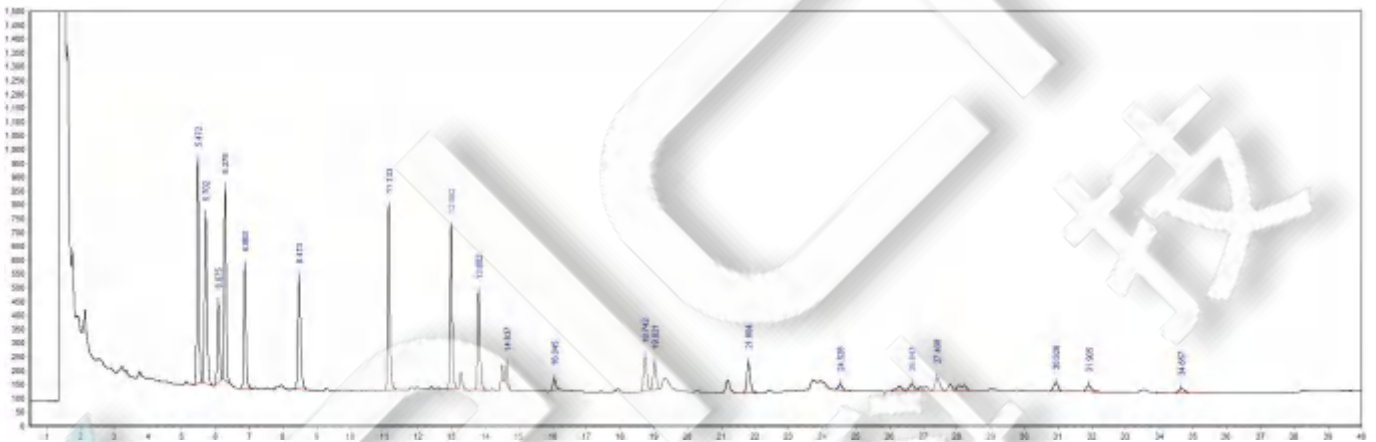


图 3.黄瓜样品加标 100.0ng/g 图谱

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 2：加标回收率

分类	加标水平 ng/g	回收率/%	RSD (n=2) /%
六氯苯	100	113.29%	3.01
α-六六六		86.17%	0.56
β-六六六		107.54%	4.05
γ-六六六		100.12%	3.37
七氯		114.34%	1.79
δ-六六六		113.83%	1.10
环氧七氯		111.99%	0.75
p, p' -DDE		106.34%	1.28
异狄氏剂		116.70%	0.40
o, p' -DDT		100.63%	2.38
p, p' -DDT		107.16%	1.86
联苯菊酯		111.68%	0.30
甲氰菊酯		122.75%	0.88
高效氯氟氰菊酯	1000	93.98%	0.03
氯菊酯	100	125.46%	5.03
氟氯氰菊酯		129.82%	1.68
氯氰菊酯		118.72%	4.09
氰戊菊酯		103.71%	3.00
		96.70%	5.18
溴氯菊酯		72.12%	5.30

## 7. 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

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

		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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS 30m*0.25mm*0.25um
00528-20000	盐析包	1.5 无水乙酸钠 g+6g 无水硫酸镁
00533-20021	QuEChERS	15ml 离心管-400mgPSA+400C18E+1200mg MgSO <sub>4</sub>
00826-T057P050	三唑磷标准品	CAS No.:24017-47-8,50mg
00826-C075S01MANVC	毒死蜱标准品	CAS No.:2921-88-2,1000μg/ml 于 乙腈,1.1ml
00826-70151	敌敌畏标准溶液	CAS No.:62-73-7, 1000 μ g/ml 于甲醇, 1ml
00826-70406	甲基对硫磷标准溶液	CAS No.:298-00-0, 1000 μ g/ml 于甲醇, 1ml
00826-D007S100ANVC	o, p' -DDT 标准品	CAS No. :789-02-6, 100μg/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-H007S01MMEVC	β-六六六标准品	CAS No. : 319-85-7, 1000μg/ml 于 甲醇, 1.1ml
00826-D015P250	溴氰菊酯标准品	CAS No.:52820-00-5, 250mg
00826-P033P250	氯菊酯标准品	CAS No.:52645-53-1, 250mg
00826-F020P250	氰戊菊酯标准品	CAS No.:51630-58-1, 250mg
00826-79055	氯氰菊酯标准品	CAS No.:52315-07-8, 1000μg/ml 于乙腈,1.1ml
00826-71870	联苯菊酯标准品	CAS No.:82657-04-3, 1000μg/ml 于正己烷,1.1ml
00826-70848	高效氯氟氰菊酯标准品	CAS No.:91465-08-6, 1000μg/ml 于正己烷,1.1ml
00826-C136S01MANVC	氟氯氰菊酯标准品	CAS No.:68359-37-5, 1000μg/ml 于乙腈,1.1ml
00826-F012S01MACVC	甲氰菊酯标准品	CAS No.:39515-41-8, 1000μg/ml 于正己

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

		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