

乳品中 12 种有机氯农药残留的测定

1、适用范围

适用于乳品中 12 种 (p, p' -DDD 六氯苯、 α -六六六、 γ -六六六(林丹)、七氯、 δ -六六六、环氧七氯(外环氧七氯 B)、p, p' -DDE、狄氏剂、安特灵(异狄氏剂)、o, p' -DDT、p, p' -DDT) 有机氯的测定(本实验选用样品为纯牛奶)

参考标准:《GB/T5009.162-2008 动物性食品中有机氯农药和除虫菊酯农药多组分残留量的测定》

2、溶液的配制

准确量取适量 12 种有机氯单标溶液,用丙酮溶液稀释为浓度为 1mg/L 的混合标准使用液。

3、提取步骤

称取 20g 样品于 100ml 具塞锥形瓶中,加入 40 mL 丙酮,震荡 30min;再加入 6g 氯化钠,充分混匀后加入 30mL 石油醚(30°C-60°C)震荡 30min。取 35mL 上清液,经无水硫酸钠滤于旋转蒸发瓶中,30°C 浓缩至 1ml 左右,加入 2mL 乙酸乙酯-正己烷(1:1)溶液,再浓缩至 1mL 左右,如此重复三次,直到溶剂完全转化为乙酸乙酯-正己烷(1:1)。将残液取出,用乙酸乙酯-正己烷(1:

1) 定容至 5mL。待净化。

4、净化步骤

凝胶渗透色谱条件如下:

GPC 仪器型号	月旭 Sail1000-ZBXY2050 凝胶色谱仪
凝胶色谱柱	月旭 Bio-Beads S-X3 凝胶色谱柱,规格 25×400mm
流动相	乙酸乙酯-环己烷(1:1)

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

流速	5.0 mL /min
进样量	5.0mL
收集时间	21-32min
波长	254nm



将待净化液经凝胶色谱柱以乙酸乙酯-正己烷（1:1）洗脱，流速 5mL/min，收集 18-30min 流分，将其旋转蒸发至 5mL 左右，用氮气吹除溶剂，丙酮定容至 1mL。经 0.22 μ m 滤头过滤后，留待 GC 分析。

5、注意事项

- 1) 若样品在处理过程中乳化较严重，可加入 2mL 乙醇，效果显著。
- 2) 加标水平：20g 样中，添加 0.2mL 10mg/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 0.1mg/L。

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

6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	WM-1701, 30.0m×0.32mm×0.25 μ m
进样口温度	230℃
检测器 (ECD) 温度	300℃
载气	N ₂
进样方式	分流进样 5:1
载气流量	1.1mL/min
进样量	1μL
升温程序	60℃保持 5min, 10℃/min 升到 160℃, 保持 8min; 4℃/min 升到 200℃, 保持 2min; 4℃/min 升到 260℃, 保持 10min

7、色谱图或者加标回收率结果

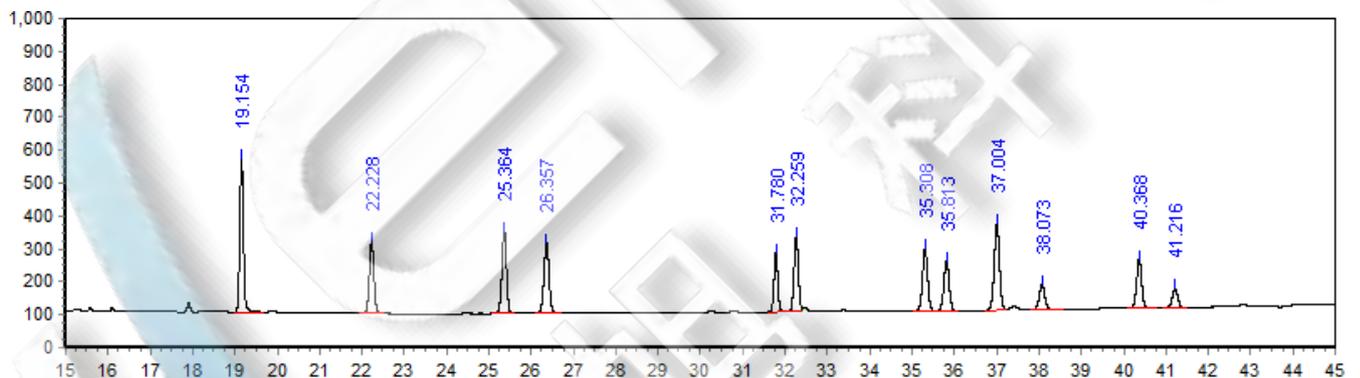


图 1.12 种有机氯标准品 0.1mg/L 图谱

表 1：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间 /Min	峰面积 /[Hz*s]	峰高 Hz	相对峰面积 /%	分离度	塔板数
1	六氯苯	19.154	2812.98	465.76	15.1458	83.597	241226
2	α-六六六	22.228	1655.64	216.74	8.9143	17.409	201399
3	γ-六六六(林	25.364	1871.85	250.06	10.0785	16.053	274601

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

4	七氯	26.357	1805.42	215.86	9.7208	4.83	232929
5	δ -六六六	31.78	1106.66	180.96	5.9585	28.68	625230
6	环氧七氯(外环)	32.259	1653.26	229.85	8.9015	2.735	458416
7	p, p' -DDE	35.308	1616.97	190.85	8.7062	11.099	418895
8	狄氏剂	35.813	1326.74	149.84	7.1435	2.279	401228
9	安特灵(异狄氏)	37.004	2266.06	263.62	12.201	5.29	431787
10	o,p' -DDT	38.073	694.61	75.7	3.74	4.686	429906
11	p, p' -DDD	40.368	1253.69	149.36	6.7502	10.311	569856
12	p,p' -DDT	41.216	508.84	57.27	2.7397	3.793	494037

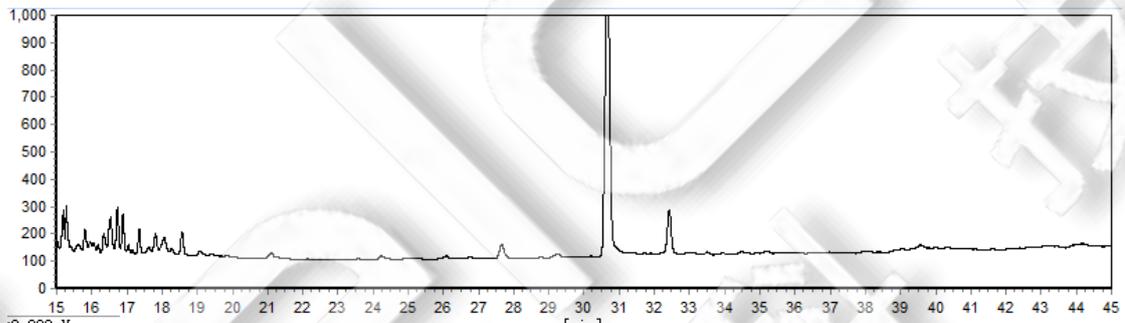


图 2.乳品样品空白图谱

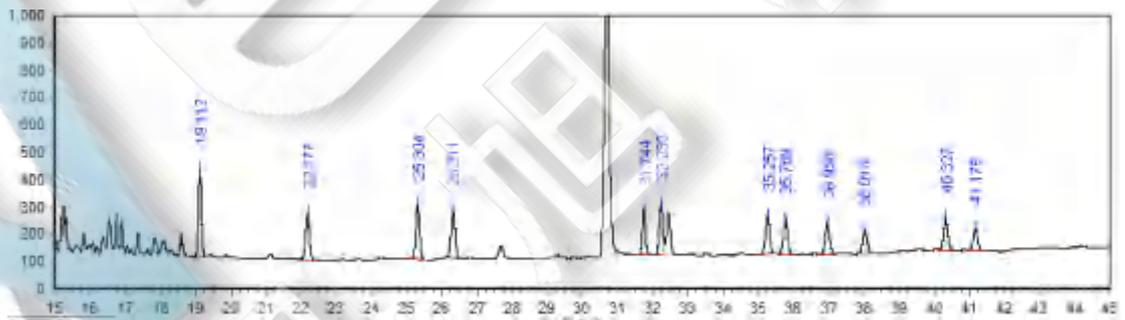


图 3.乳品样品加标 10.0ng/g 图谱

表 2：加标回收率

分类	加标水平 ng/g	回收率/%	RSD (n=2) /%
六氯苯	10	69.13%	2.64

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

α-六六六	77.82%	2.38
γ-六六六(林丹)	84.01%	4.32
七氯	80.33%	1.45
δ-六六六	103.60%	2.36
环氧七氯(外环氧七氯B)	88.61%	1.08
p, p'-DDE	73.43%	4.30
狄氏剂	84.41%	3.80
安特灵(异狄氏剂)	61.98%	0.54
o, p'-DDT	97.05%	0.46
p, p'-DDD	92.43%	3.90
p, p'-DDT	114.57%	1.62

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
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
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY, 13mm*0.22μm, 100pk
03907-32001	气相色谱柱	WM-1701 30m*0.32mm*0.25um
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	Welch Bio-Beads SX3 400*25mm
00826-D007S100ANVC	o, p'-DDT 标准品	CAS No. : 789-02-6, 100μg/ml 于 乙腈, 1.1ml
00826-D008S01MANVC	p, p'-DDD 标准品	CAS No. : 72-54-8, 1000μg/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

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

00826-H008S01MACVC	δ -六六六标准品	CAS No. :319-86-8, 1000 μ g/ml 于 正己烷, 1ml
00826-H009S100MEVC	γ -六六六(林丹)标准品	CAS No. :58-89-9, 100 μ g/ml 于 甲醇, 1. 1ml
00826-H010S100MEVC	七氯标准品	CAS No. :76-44-8, 100 μ g/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, 1000 μ g/ml 于 乙腈, 1. 1ml
00826-H017S100MEVC	六氯苯标准品	CAS No. :118-74-1, 100 μ g/ml 于 甲醇, 1. 1ml
00826-D074S100ANVC	狄氏剂标准品	CAS No. :60-57-1, 100 μ g/ml 于 乙腈, 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