

QuEChERS-EN 大米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

适用于大米中 11 种（六氯苯、 β -六六六、 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、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：《BS EN 15662:2008 Foods of plant origin-Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE-QuEChERS-method》

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 5mg/L。

3、提取净化

称取 10g 样品（样品预先捣碎成浆状，混匀）于 50ml 具塞离心管中，加入 10mL 乙腈。加入 00529-20000 盐析包，剧烈震荡 1min。4200r/min 离心 5min，吸取 6mL 上清液到 00532-20021 净化管中，涡旋混匀 1min，4200r/min 离心 5min，上清液经 0.22 μ m 滤头过滤后，留待 GC 分析。

QuEChERS: 15ml 离心管-150mgPSA+150mgC18E+900mg MgSO₄。

盐析包: 1g 二水合柠檬酸钠+1g 氯化钠+0.5g 柠檬酸氢二钠倍半水合物+4g 无水硫酸镁

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、注意事项

1) 加标水平: 10g 样中, 添加 0.2mL 5mg/L 标准使用液, 加标水平为 0.1mg/kg (高效氯氟氰菊酯为 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×0.25μm
进样口温度	220℃
检测器 (FPD) 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, 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

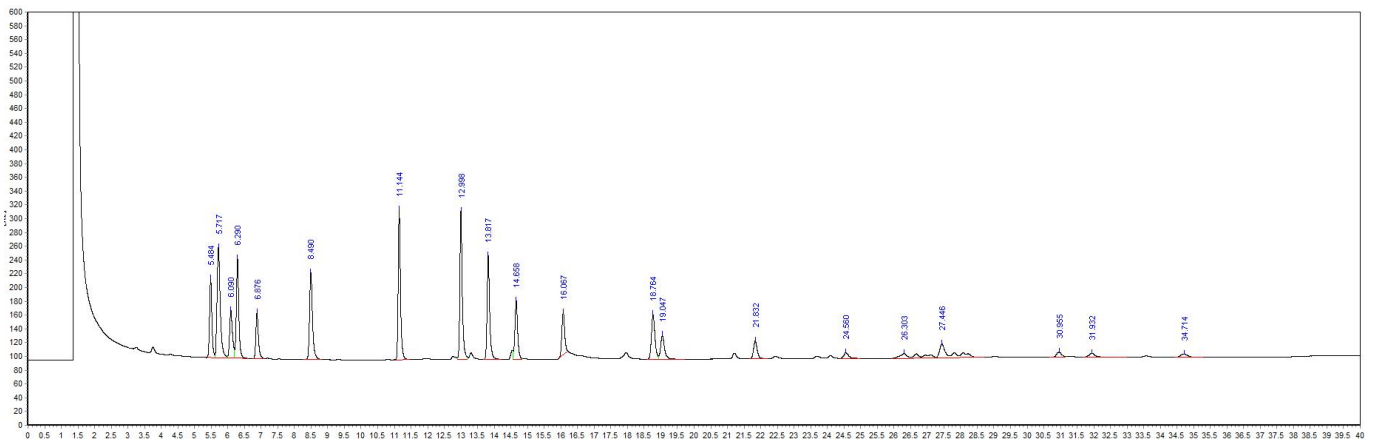


图 1.有机氯及拟除虫菊酯类农药混标标准品 0.1mg/L 图谱

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 /Hz	峰面积 /[Hz*s]	相对峰面积	分离度	塔板数
1	六氯苯	5.484	114.85	552.96	5.7097	3.445	32332
2	α -六六六	5.717	159.84	1074.36	11.0934	1.617	18904
3	β -六六六	6.09	69.22	416.98	4.3056	2.332	24804
4	γ -六六六	6.29	144.42	744.21	7.6844	1.434	40547
5	七氯	6.876	66.97	363.57	3.7541	4.57	43330
6	δ -六六六	8.49	125.89	775.08	8.0031	2.308	51003
7	环氧七氯	11.144	217.34	1054.95	10.893	2.832	141589
8	p, p'-DDE	12.998	215.04	1087.26	11.2266	1.331	185017
9	异狄氏剂	13.817	150.28	807.19	8.3347	3.357	182747
10	o, p'-DDT	14.658	85.16	488.67	5.0458	0.962	168095
11	p, p'-DDT	16.067	61.22	361.83	3.7361	9.526	175017
12	联苯菊酯	18.764	64.79	469.79	4.8509	15.777	157498
13	甲氰菊酯	19.047	34.75	284.2	2.9346	1.469	150130
14	高效氯氟氰菊酯	21.832	25.8	203.58	2.1021	14.198	197052
15	氯菊酯	24.56	8.2	82.3	0.8498	12.432	162944
16	氟氯氰菊酯	26.303	7.03	244.3	2.5225	2.99	12917
17	氯氰菊酯	27.446	20.2	424.7	4.3853	1.909	160056
18	氰戊菊酯	30.955	7.52	85.48	0.8826	12.436	180516
19		31.932	5.87	86.95	0.8978	1.807	163205
20	溴氯菊酯	34.714	5.1	76.31	0.7879	3.298	149452

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

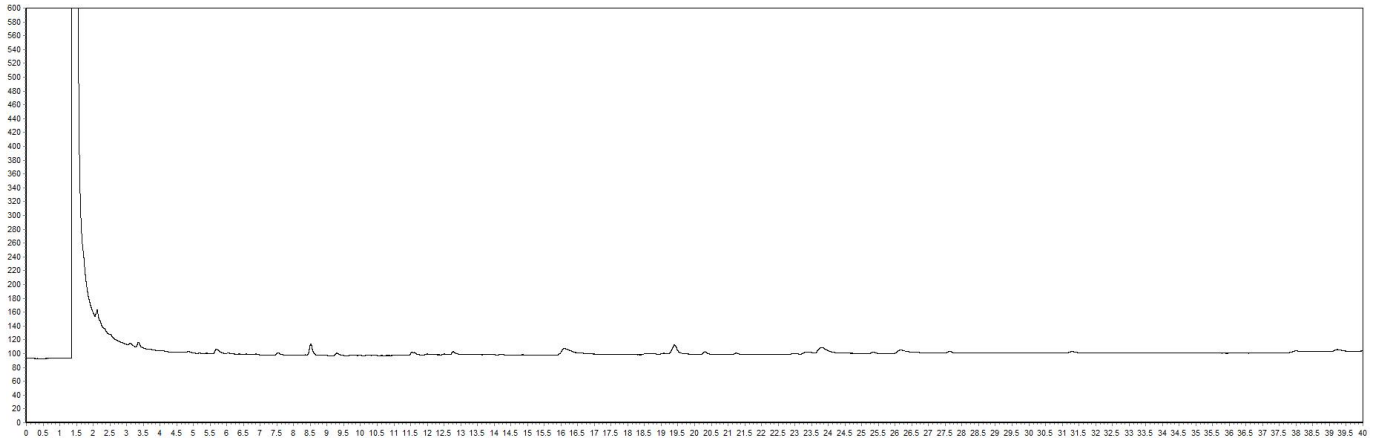


图 2.大米样品空白图谱

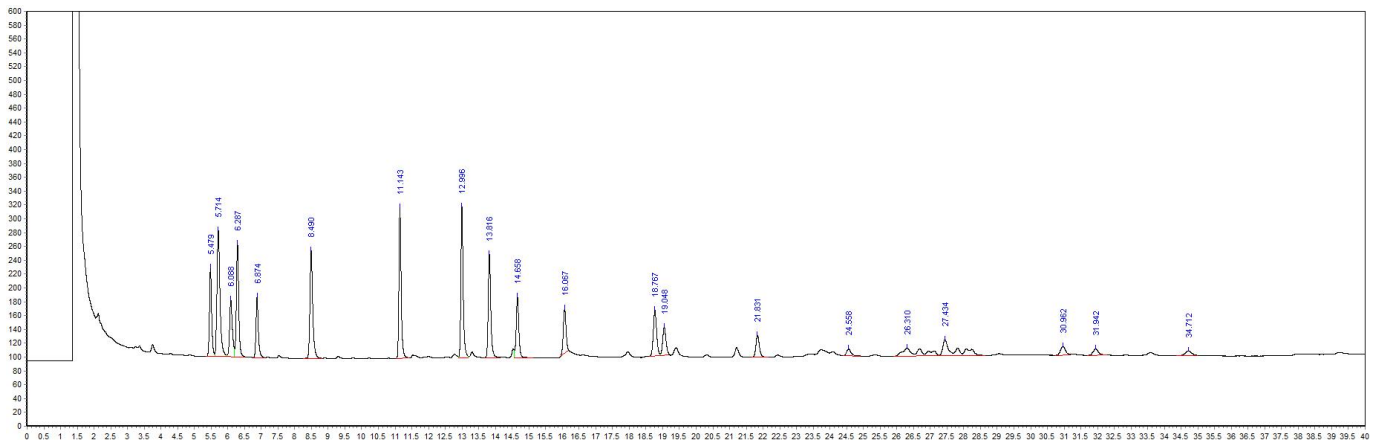


图 3.大米样品加标 100.0ng/g 图谱

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	102.32%	2.26
α -六六六		109.76%	1.68
β -六六六		117.73%	3.80
γ -六六六		109.55%	1.94
七氯		116.02%	0.78
δ -六六六		119.33%	0.93
环氧七氯		98.76%	1.29
p, p' -DDE		95.37%	0.77
异狄氏剂		100.57%	1.93
o, p' -DDT		100.02%	1.02
p, p' -DDT		106.05%	4.10
联苯菊酯		97.80%	2.65
甲氰菊酯		102.01%	4.42
高效氯氟氰菊酯		1000	118.07%
氯菊酯	100	103.27%	0.09
氟氯氰菊酯		116.25%	1.71
氯氰菊酯		120.05%	2.04
氰戊菊酯		135.21%	4.82
		127.79%	5.44
溴氯菊酯		120.12%	0.74

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

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

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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS 30m*0.25mm*0.25μm
00534-20021	QuEChERS	15ml 离心管-200mgPSA+200C18E+900mg MgSO ₄
00529-20000	盐析包	1g 二水合柠檬酸钠+1g 氯化钠+0.5g 柠檬酸氢二钠倍半水合物+4g 无水硫酸镁
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
--	--	---------