

## 食品中 23 种有机氯残留量的测定 GB23200.8 -2016

### 1、适用范围

适用于食品中 23 种有机氯残留量的测定（本实验采用菠菜为样品）

参考标准：《GB23200.8-2016 食品安全国家标准 水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准工作液 10 $\mu$ 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) 乙腈-甲苯（3+1）：量取乙腈 300mL，甲苯 100mL，混匀。
- 3) 正己烷-丙酮（1+1）：量取正己烷 100ml，丙酮 100ml，混匀。

### 3、提取步骤

称取 10g 样，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℃水浴减压至近干，加入 5mL 乙腈：甲苯（3:1）待净化。

### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom<sup>®</sup> Carb-NH<sub>2</sub> 规格： 500mg/500mg/6mL。

活化：10mL 乙腈-甲苯（3:1），弃去

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

上样：待净化液，收集

洗脱：20mL 乙腈-甲苯（3:1），收集于鸡心瓶中，并压干。

复溶：45℃氮吹干，用 1mL 正己烷-丙酮（1+1）复溶，待检测。

## 5、注意事项

加标水平：10g 样中加入 50μL 10μg/mL，最后定容至 1mL，该加标水平为 0.05 mg/kg，机读数分别为 0.25μg/mL。

## 6、色谱条件

### 6.1 气相色谱条件

|       |                                                                                             |
|-------|---------------------------------------------------------------------------------------------|
| 色谱柱   | WM-5MS 30m*0.25mm, 0.25μm                                                                   |
| 进样口温度 | 250℃                                                                                        |
| 升温程序  | 初始柱温 55℃，保持 1min；以 40℃/min 升温至 140℃，保持 5min；再以 2℃/min 升温至 210℃；再以 10℃/min 升温至 280℃，保持 10min |
| 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   | 1μL                                                                                         |

### 6.2 质谱条件

|      |             |
|------|-------------|
| 电离方式 | 电子轰击电离源（EI） |
|------|-------------|

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

|       |             |
|-------|-------------|
| 电离能量  | 70eV        |
| 传输线温度 | 250℃        |
| 离子源温度 | 230℃        |
| 四极杆温度 | 150℃        |
| 监测方式  | 选择离子扫描（SIM） |
| 溶剂延迟  | 15min       |

## 7、色谱图或者加标回收率结果

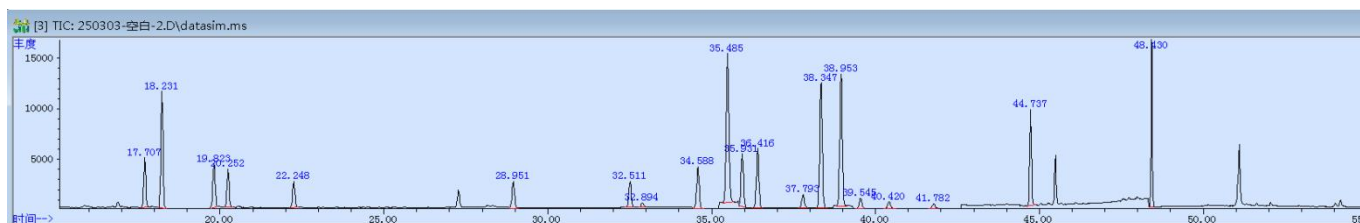


图 1.250303-21 批次 Carb 菠菜基质标 0.25μg/mL 图谱

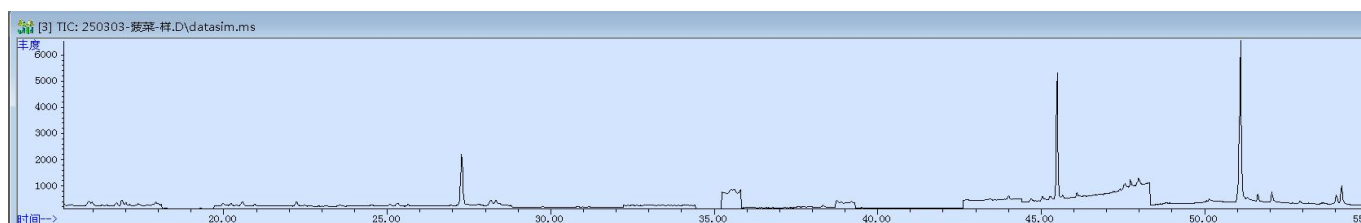


图 2.250303-21 批次 Carb 菠菜样品过柱图谱

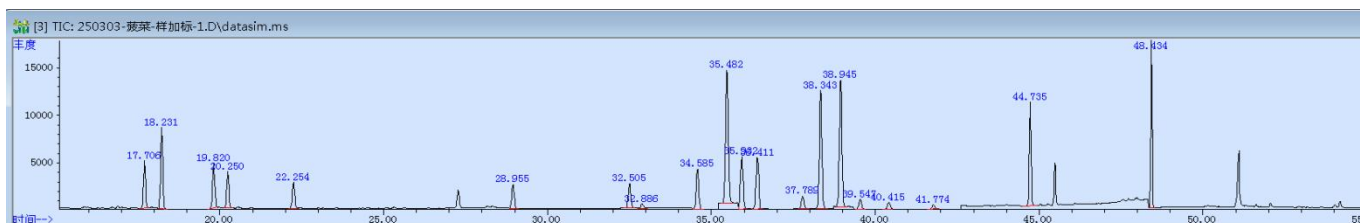


图 3.250303-21 批次菠菜样加标 0.05 mg/kg 过柱图谱

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: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

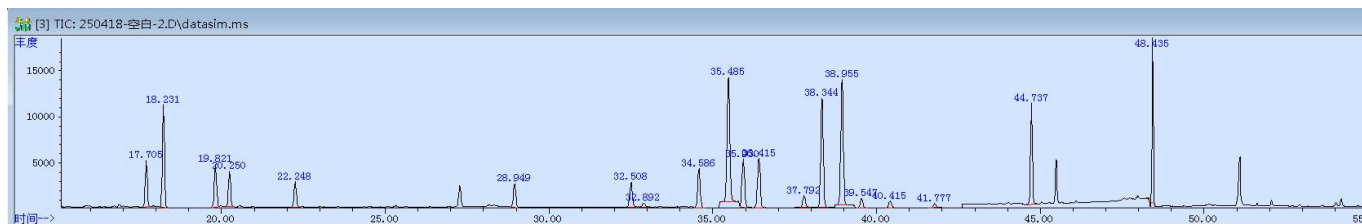


图 4.250418-21 批次 Carb 菠菜基质标 0.25 $\mu$ g/mL 图谱

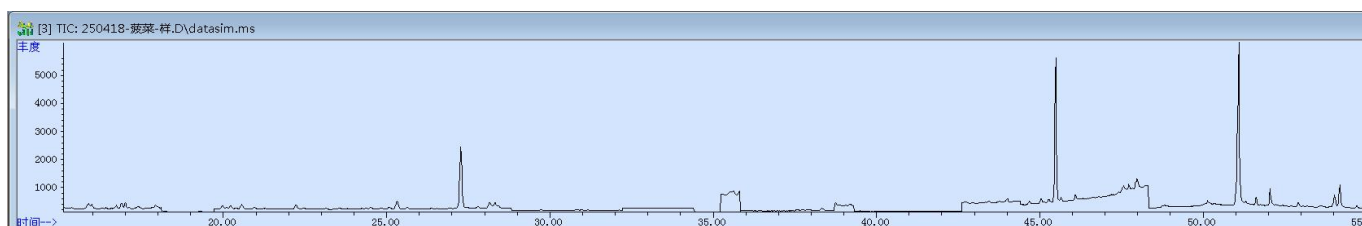


图 5.250418-21 批次 Carb 菠菜样品过柱图谱

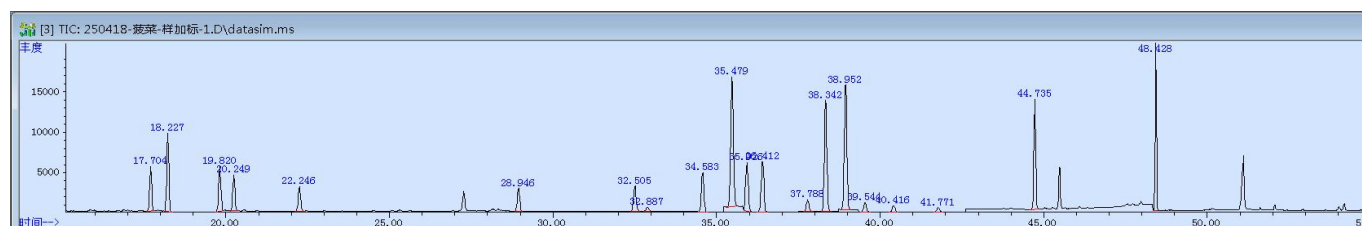


图 6.250418-21 批次 Carb 菠菜样加标 0.05 mg/kg 过柱图谱

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: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 2. 回收表

|    | 名称                            | 保留时间   | 250418-21<br>批次 Carb<br>0.05mg/kg<br>回收率 % | 250418-21<br>批次<br>RSD(n=3)% | 250303-21<br>批次 Carb<br>0.05mg/kg<br>回收率 % | 250303-21<br>批次<br>RSD(n=3)% |
|----|-------------------------------|--------|--------------------------------------------|------------------------------|--------------------------------------------|------------------------------|
| 1  | $\alpha$ -六六六                 | 17.706 | 104%                                       | 2.71%                        | 104%                                       | 1.63%                        |
| 2  | 六氯苯                           | 18.229 | 84%                                        | 3.63%                        | 74%                                        | 1.44%                        |
| 3  | $\beta$ -六六六                  | 19.82  | 111%                                       | 1.16%                        | 107%                                       | 2.99%                        |
| 4  | $\gamma$ -六六六                 | 20.248 | 107%                                       | 2.52%                        | 106%                                       | 1.76%                        |
| 5  | $\delta$ -六六六                 | 22.246 | 107%                                       | 1.93%                        | 108%                                       | 3.08%                        |
| 6  | 艾氏剂                           | 28.95  | 105%                                       | 3.49%                        | 94%                                        | 1.60%                        |
| 7  | 外环七氯                          | 32.508 | 111%                                       | 2.83%                        | 107%                                       | 4.15%                        |
| 8  | 内环七氯                          | 32.893 | 108%                                       | 4.10%                        | 106%                                       | 5.86%                        |
| 9  | 反式氯丹                          | 34.587 | 110%                                       | 3.12%                        | 105%                                       | 2.21%                        |
| 10 | 2,4-DDE, $\alpha$ -<br>硫丹     | 35.485 | 109%                                       | 2.24%                        | 99%                                        | 0.90%                        |
| 11 | 顺氏氯丹                          | 35.927 | 104%                                       | 5.39%                        | 104%                                       | 1.60%                        |
| 12 | 反式九氯                          | 36.413 | 109%                                       | 2.93%                        | 100%                                       | 1.38%                        |
| 13 | 狄氏剂                           | 37.79  | 107%                                       | 2.06%                        | 105%                                       | 3.28%                        |
| 14 | 4,4-DDE                       | 38.345 | 108%                                       | 2.96%                        | 98%                                        | 1.23%                        |
| 15 | 2,4-DDD                       | 38.948 | 110%                                       | 2.64%                        | 107%                                       | 4.07%                        |
| 16 | 异狄氏剂                          | 39.547 | 112%                                       | 4.51%                        | 105%                                       | 2.39%                        |
| 17 | $\beta$ -硫丹                   | 40.416 | 108%                                       | 6.44%                        | 103%                                       | 4.42%                        |
| 18 | 4,4-DDD, 顺<br>氏九氯,<br>2,4-DDT | 41.777 | 100%                                       | 5.20%                        | 100%                                       | 6.06%                        |
| 19 | 4, 4-DDT                      | 44.737 | 105%                                       | 2.65%                        | 118%                                       | 4.13%                        |
| 20 | 灭蚁灵                           | 48.429 | 107%                                       | 4.84%                        | 101%                                       | 1.58%                        |

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