

莲藕中 7 种有机氯、拟除虫菊酯的测定 NY/T 761-2008

1、适用范围

适用于蔬菜、水果中有机氯、拟除虫菊酯的测定（该实验选用基质为莲藕）

参考标准：《NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：准确量取适量 7 种单标溶液，用正己烷溶液稀释为浓度为 10mg/L 的混合标准储备液。
- 2) 标准工作液：准确移取 1mL 浓度为 100mg/L 的标准储备液，用正己烷定容至 10mL，浓度为 1mg/L。
- 3) 正己烷-丙酮（9:1，体积比）：量取 90mL 正己烷，10mL 丙酮，混匀。

3、提取步骤

称取试样 5g（ ± 0.05 g）于 50 mL 离心管中，加入 3g 氯化钠和 10mL 乙腈，涡旋混匀 2min，超声提取 10min，6000 r/min 离心 5 min，再用 10mL 乙腈重复提取一次，合并提取液。吸取 10mL 提取液于 15 mL 离心管中，40℃氮吹至近干，加入 2mL 正己烷溶解残渣待净化。

4、SPE 净化步骤

月旭 Welchrom® Florisil PR，规格：1000 mg/6mL。

活化：5mL 正己烷-丙酮（9:1），5mL 正己烷，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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园紫荆园 10 号楼
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号
Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com



上样：待净化液全部上样，收集流出液；

洗脱：加入 10ml 正己烷-丙酮（9:1）溶液洗脱，压干收集流出液于 15 mL 离心管中；

复溶：40℃氮吹至近干，用正己烷定容至 1mL，过 0.22μm 有机系滤膜后上 GC 检测。

5、注意事项

1) 加标水平：

5g 样品中，添加 400μL 1mg/L 标准使用液，得到加标水平为 80μg/kg。
最终定容到 1mL，机读数为 200μg/L。

6、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	200℃
检测器（ECD）温度	320℃
载气	N ₂
进样方式	分流进样，分流比为 10:1
载气流量	1.0 mL/min
进样量	1μL
升温程序	150℃保持 2min, 6℃/min 升到 270℃, 保持 8min;

7、色谱图或者加标回收率结果

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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com



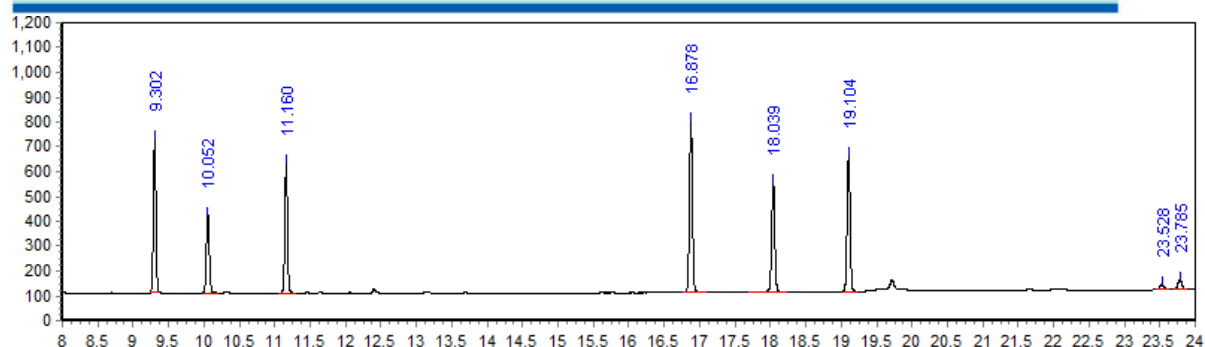


图 1. 混标标准品 200µg/L 图谱

峰名称	保留时间 min	峰高 Hz	峰面积 Hz*s	相对峰面 积%	分离度	塔板数 (EP)
α -666	9.302	617.03	1547.43	16.9164	0	312509
β -666	10.052	314.93	930.56	10.1728	10.444	269552
δ -666	11.16	526.35	1371.94	14.9979	15.209	423747
狄氏剂	16.878	689.86	2043.72	22.3417	1.637	753391
o,p'-DDT	18.039	443.73	1384.15	15.1314	3.568	812669
p,p'-DDT	19.104	547.02	1632.38	17.845	0.654	941976
氯菊酯	23.528	19.48	78.02	0.8529	48.535	818479
	23.785	38.58	159.34	1.7418	2.406	739456

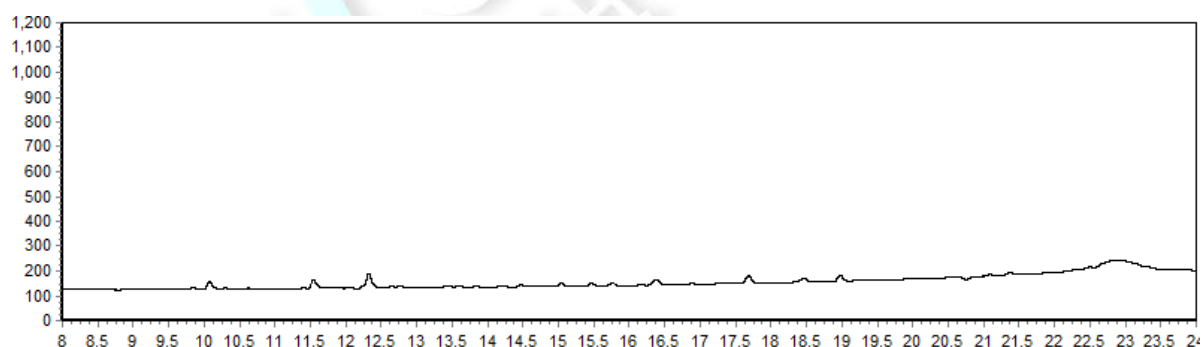


图 2. 莲藕样品空白图谱



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: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel: 400-810-6969

邮编: 201600

邮编: 321000

E-mail: lingyuyu@welchmat.com

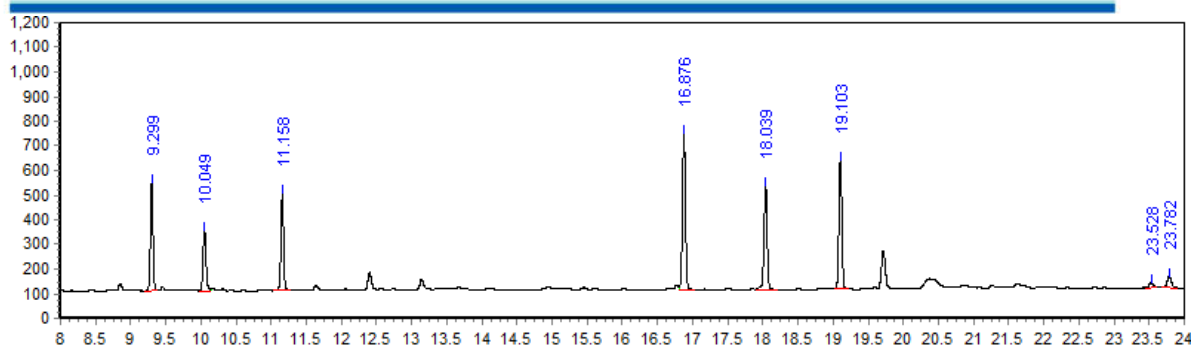


图 3. 莲藕样品加标 80ng/g 图谱

表 1.加标回收率表

分类	加标水平 $\mu\text{g/kg}$	平均回收率%	RSD %
α -666	80	70.53%	3.14%
β -666		79.07%	0.92%
δ -666		73.73%	1.76%
狄氏剂		92.85%	0.79%
o,p'-DDT		96.27%	0.76%
p,p'-DDT		98.40%	3.32%
氯菊酯		98.35%	3.40%
		110.78%	1.97%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20007	SPE 小柱	Florisil PR 1000mg/6mL 30pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg, 袋装,未灭菌, 50ml, 50/包
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg, 袋装,未灭菌, 15ml, 50/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



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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园,紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编: 201600

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com

		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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30.0m×0.25mm×0.25μm
	α-666 标准品	CAS.319-84-6
	β-666 标准品	CAS.319-85-7
	δ-666 标准品	CAS.319-86-8
	狄氏剂标准品	CAS.60-59-1
	o,p'-DDT 标准品	CAS.789-02-6
	p,p'-DDT 标准品	CAS.50-29-3
	氯菊酯标准品	CAS.52645-53-1



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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com