

QuEChERS-EN 方法用于黄瓜中有机磷农药多残留的测定

1、适用范围

适用于黄瓜中 7 种（敌敌畏、硫线磷、二嗪磷、毒死蜱、甲基对硫磷、杀螟硫磷、三唑磷）有机磷的测定。

参考标准：《BS EN 15662:2008 Foods of plant origin-Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE-QuEChERS-method》

2、溶液的配制

有机磷标准品储备液（固体标准品）/单标：称取适量有机磷标准物质，用适量丙酮溶解，浓度为 1mg/mL。

有机磷中间液/混标：准确移取 7 种有机磷单标标准储备液各 1mL，用丙酮稀释至 10mL，浓度为 100mg/L。

有机磷标准使用液/混标：准确移取 1mL 有机磷混标中间液，用丙酮稀释至 10mL，浓度为 10mg/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。

4、注意事项

1) 加标水平：10g 样中，添加 0.1mL 10mg/L 标准使用液，加标水平为 0.1mg/kg，机读数为 0.1mg/L。

5、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	250℃
检测器 (FPD) 温度	250℃
载气	N ₂ , 尾吹气流速: 30mL/min; 氢气流速: 75mL/min, 空气流速: 90mL/min。
进样方式	脉冲不分流进样, 脉冲压力 25psi, 脉冲时间 0.75min
载气流量	2.0mL/min
进样量	2μL
升温程序	60℃保持 5min, 10℃/min 升到 270℃, 保持 15min;

7、色谱图或者加标回收率结果

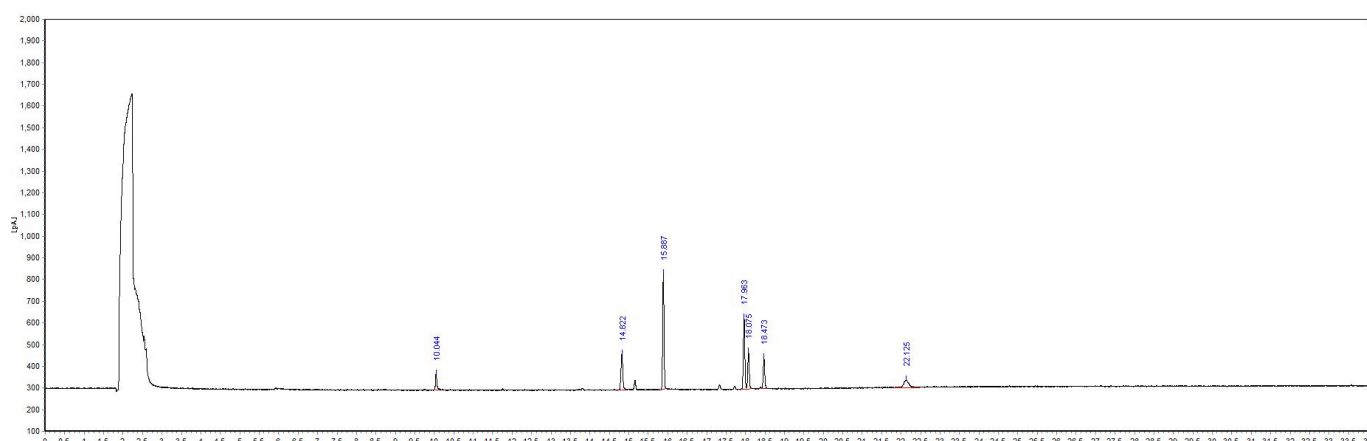


图 1.7 种有机磷标准品 0.1mg/L 图谱

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 /Min	峰高 /Hz	峰面积 /[Hz*s]	相对峰面积 /%	分离度	塔板数
1	敌敌畏	10.044	75.27	195.7	4.7414	24.275	419309
2	硫线磷	14.822	166.31	546.1	13.2306	12.452	502625
3	二嗪磷	15.887	535.28	1304.78	31.6114	11.628	983604
4	毒死蜱	17.963	328.43	891.17	21.5909	3.396	1000658
5	甲基对硫磷	18.075	172.79	458.5	11.1084	1.599	1122530
6	杀螟硫磷	18.473	140.68	378.54	9.171	5.754	1095860
8	三唑磷	22.125	35.32	352.75	8.5463	24.495	150187

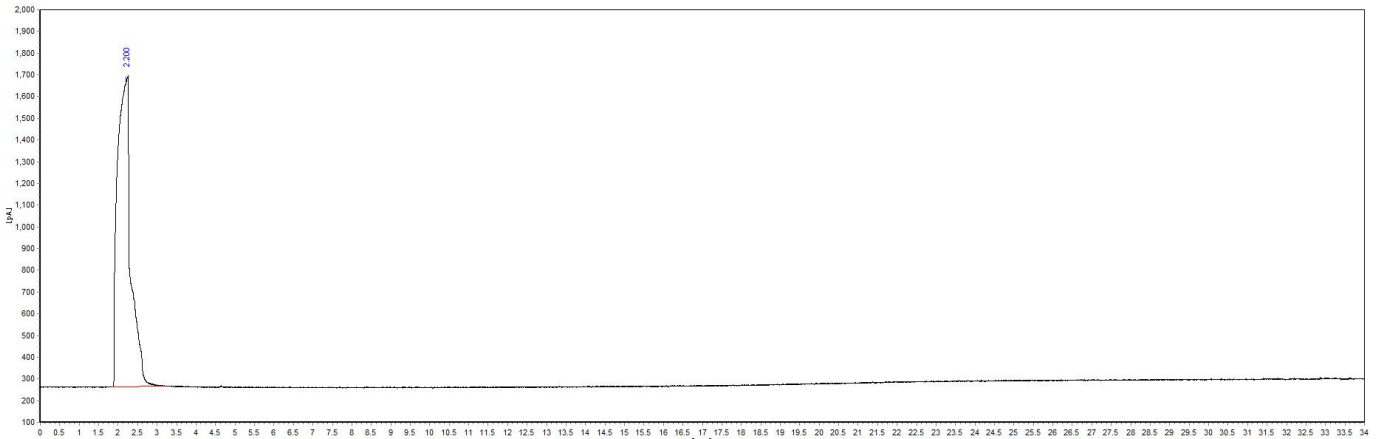


图 2.黄瓜样品空白图谱

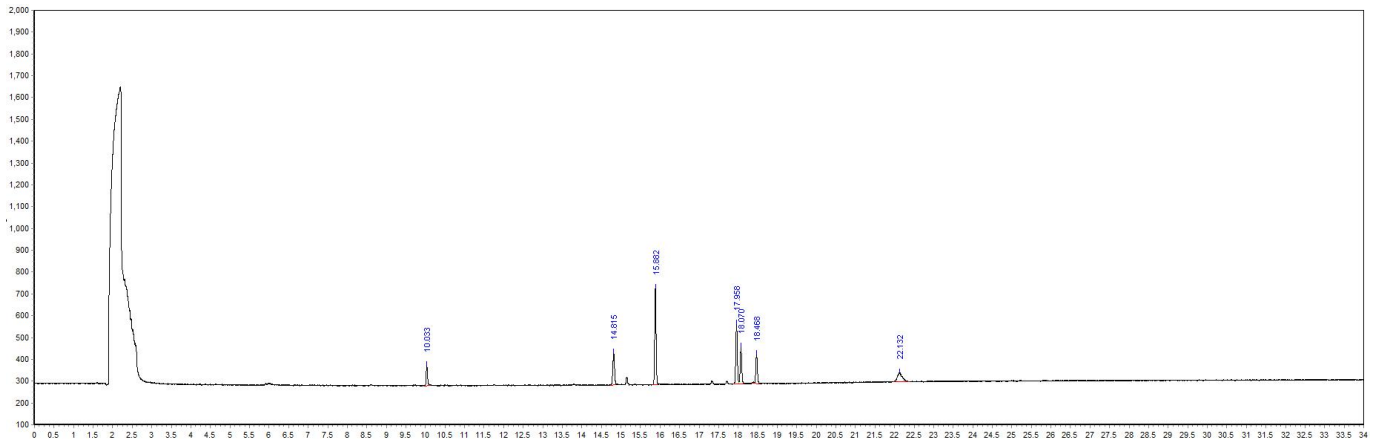


图 3.黄瓜样品加标 100.0ng/g 图谱

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) /%
敌敌畏	100	122.98%	3.31
硫线磷		82.60%	0.83
二嗪磷		83.34%	0.22
毒死蜱		87.45%	3.78
甲基对硫磷		106.18%	3.85
杀螟硫磷		108.76%	5.40
三唑磷		109.81%	2.88

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

8. 相关产品信息

货号	名称	规格
00529-20000	EN 方法 萃取盐析包, 10g 样品	50 袋/盒
00532-20021	EN 方法 一般水果和蔬菜	15ml/支, 50 支/盒
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 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*0.25mm*0.25um
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
00532-20021	QuEChERS	15ml 离心管-150mgPSA+900mg MgSO ₄
00826-T057P050	三唑磷标准品	CAS No.:24017-47-8,50mg
00826-C075S01MA NVC	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-C001P010	硫线磷/克线丹标准品	CAS No.:95465-99-9,10mg
00826-F008P250	杀螟硫磷标准品	CAS No.:122-14-5,250mg
00826-D022S100A NVC	二嗪磷标准品	CAS No.:333-41-5,100μg/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

