

水果中 8 种常见有机磷农药的测定

1、适用范围

适用于水果中 8 种（敌敌畏、乐果、甲基对硫磷、马拉硫磷、对硫磷、啶硫磷、三唑磷、蝇毒磷）有机磷的测定。（本实验选用样品为苹果）

参考标准：《GB 23200.98-2016 食品国家安全标准 蜂王浆中 11 种有机磷农药残留量的测定 气相色谱法》

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 8 种有机磷单标标准储备液各 0.1mL，用丙酮稀释至 10mL，浓度为 10mg/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 1mg/L。

3、提取步骤

称取 5g 样品于 50ml 具塞离心管中，加入 30mL 乙酸乙酯。涡旋混匀 5min，超声提取 30min，8000r/min 离心 5min，将有机相全部移至旋转蒸发瓶中；残渣中再次加入 20mL 乙酸乙酯，重复提取一次，合并有机相于旋转蒸发瓶中，35℃浓缩至 1mL 左右，加入 2mL 乙酸乙酯-环己烷（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-环己烷（1：1）。将残液取出，用乙酸乙酯-环己烷（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）
流速	5.0 mL /min
进样量	5.0mL
收集时间	19-27min
波长	254nm



将待净化液经凝胶色谱柱以乙酸乙酯-环己烷（1:1）洗脱，流速 5mL/min，收集 19-27min 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 μm 滤头过滤后，留待 GC 分析。

5、注意事项

- 1) GPC 柱启用前以 1mL/min 冲洗 1-2h 后使用效果更佳。
- 2) 加标水平：5g 样中，添加 0.2mL 1mg/L 标准使用液，得到加标水平为 0.04mg/kg。最终定容到 1mL，机读数为 0.2mg/L。

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	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	4μL
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

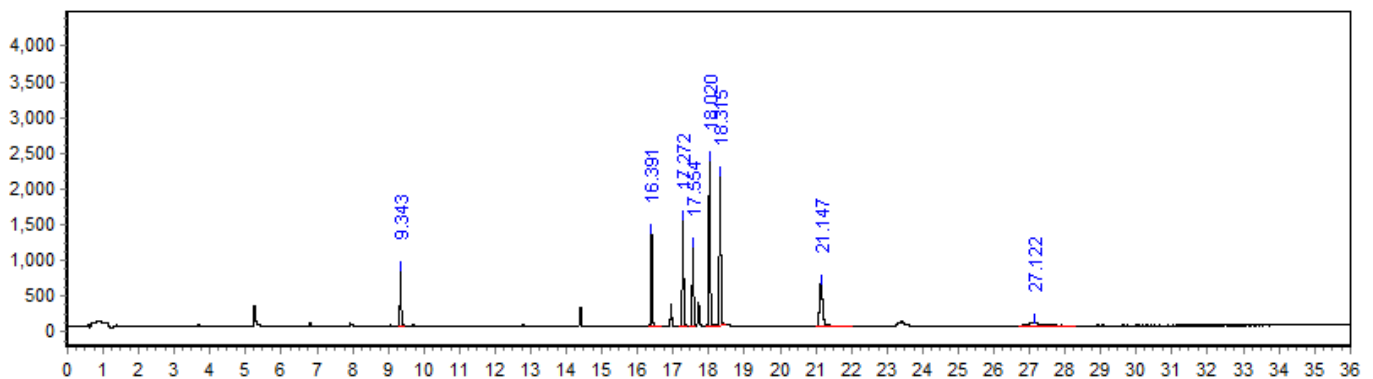


图 1.8 种有机磷标准品 0.2mg/L 图谱

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	9.343	777.06	1946.9	6.4432	4.416	352938
2	乐果	16.391	1293.31	3295.07	10.9049	30.831	1034597
3	甲基对硫磷	17.272	1496.04	3987.94	13.198	4.902	995333
4	马拉硫磷	17.554	1115.12	3151.24	10.4289	3.94	898013
5	对硫磷	18.02	2313.93	6696.74	22.1626	4.212	914520
6	啶硫磷	18.315	2087.21	6265.21	20.7345	3.866	890055
7	三唑磷	21.147	588.03	3796.42	12.5641	24.071	285702
8	蝇毒磷	27.122	35.52	1076.83	3.5637	7.266	22362

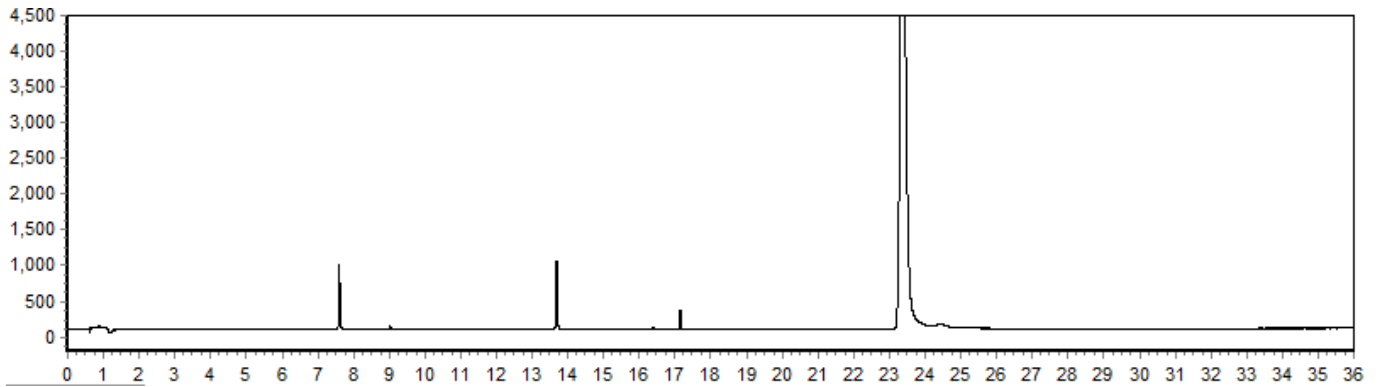


图 2.水果样品空白图谱

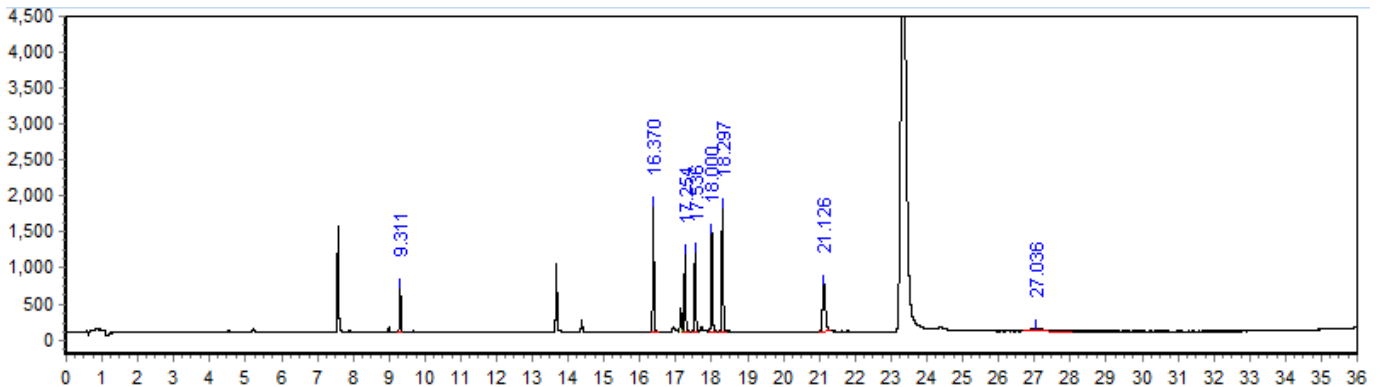


图 3.水果样品加标 40.0ng/g 图谱

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	40	78.71%	2.78
乐果		120.80%	5.38
甲基对硫磷		71.21%	0.05
马拉硫磷		100.28%	1.50
对硫磷		57.22%	0.11
啶硫磷		81.72%	1.42
三唑磷		101.07%	0.80
蝇毒磷		105.19%	1.29

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
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*0.25μm
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	Welch Bio-Beads S-X3 400*25mm
00826-70151	敌敌畏标准溶液	CAS No.:62-73-7, 1000μg/mL 于甲醇, 1ml
00826-70383	对硫磷标准溶液	CAS No.:56-38-2, 1000μg/mL 于甲醇, 1ml
00826-70406	甲基对硫磷标准溶液	CAS No.:298-00-0, 1000μg/mL 于甲醇, 1ml
00826-70363	乐果标准溶液	CAS No.:60-51-5, 1000μg/mL 于甲醇, 1ml
00826-M002P100	马拉硫磷标准品	CAS No.:121-75-5,100mg
00826-Q001P250	喹硫磷标准品	CAS No.:13593-03-8, 250mg
00826-T057P050	三唑磷标准品	CAS No.:24017-47-8,50mg
00826-C090P100	蝇毒磷标准品	CAS No.:56-72-4,100mg

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