

可乐饮料中有机氯农药残留量的测定

1、适用范围

适用于可乐饮料中有机氯农药残留量(α -666、六氯苯、 β -666、五氯硝基苯、 δ -666、七氯)的测定(该实验选用基质为可乐)。

参考标准:《GB 23200.40-2016 食品安全国家标准 可乐饮料中有机磷、有机氯农药残留量的测定 气相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 有机氯标准品储备液/单标: 分别称取适量有机氯标准物质, 用适量正己烷溶解, 浓度为 100 μ g/mL。
- 2) 有机氯工作液/混标: 准确移取 6 种有机氯单标标准储备液各 0.1mL, 用正己烷稀释至 10mL, 浓度为 1 μ g/mL。

3、提取步骤

称取 5g 样品于 50mL 具塞离心管中, 加入 5g 氯化钠, 25mL 乙腈, 剧烈震荡 2min, 超声提取 20min, 8000r/min 离心 5min, 取 5mL 上清液于 45 $^{\circ}$ C 氮吹至干, 加入 1mL 正己烷溶解, 再加入 0.5mL 浓硫酸, 手动轻摇混匀, 5000r/min 离心 5min 后, 取上层有机相过 0.22 μ m 有机系滤膜后上 GC 检测。

4、注意事项

- 1) 加标水平: 5g 样品中加入 0.25mL 1 μ g/mL 标准中间液, 定容至 1mL, 因此加标水平为 0.05mg/kg, 最终机度数为 0.05 μ g/mL。



5、色谱条件

色谱柱	WM-5MS, 30.0m×0.25mm×0.25μm
进样口温度	250°C
检测器（ECD）温度	300°C
载气	N ₂
进样方式	不分流进样
载气流量	1.0 mL/min
进样量	1μL
升温程序	80°C（1min），30°C/min 上升至 180°C，3°C/min 升至 205°C（4min），2°C/min 上升至 210°C（1min），30°C/min 升至 280°C（1min）；

6、色谱图或者加标回收率结果

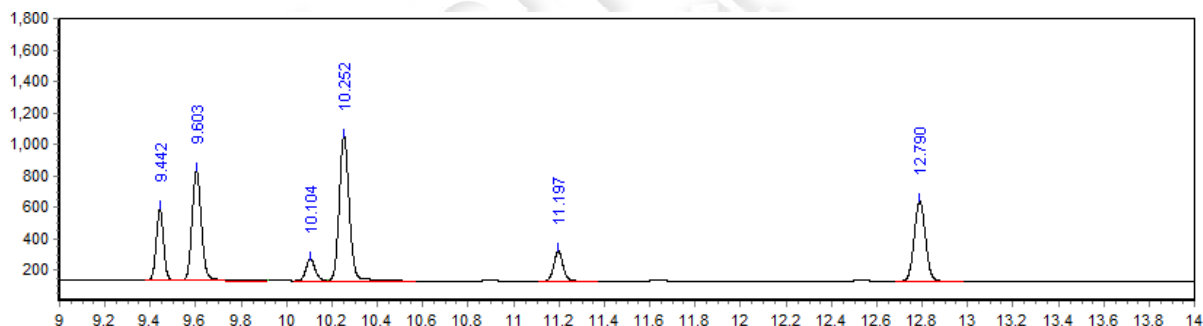


图 1. 混标标准品 50μg/L 图谱

表 1、出峰情况

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	9.442	453.88	1033.7	12.0302	6.522	13399
六氯苯	9.603	695.46	2024.08	23.5562	2.42	8890
β-666	10.104	139.02	396.35	4.6127	1.519	10127
五氯硝基苯	10.252	918.8	2826.05	32.8895	1.955	9024
δ-666	11.197	192.8	542.64	6.3152	1.9	12868



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

七氯	12.79	510.95	1769.74	20.5961	2.616	10606
----	-------	--------	---------	---------	-------	-------

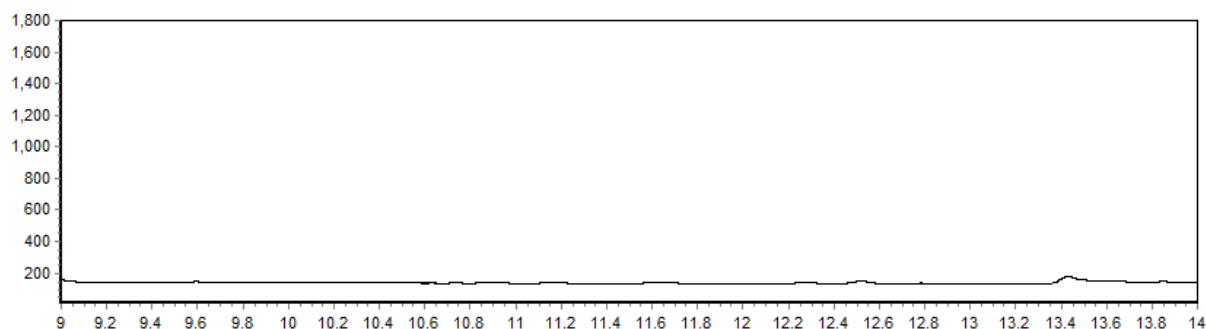


图 2. 可乐样品空白图谱

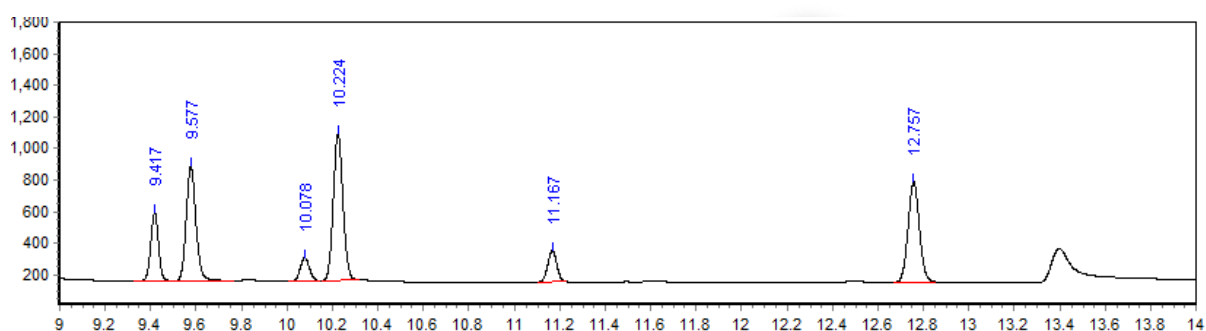


图 3. 可乐样品加标 0.05mg/kg 图谱

表 2、加标回收率表

分类	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
α -666	0.05	94.89%	3.63%
六氯苯		100.70%	6.40%
β -666		99.95%	4.75%
五氯硝基苯		94.25%	3.41%
δ -666		97.51%	4.43%
七氯		114.22%	8.28%



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

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	Welchrom® 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	Welchrom® 离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底, RCF12000xg, 袋装, 未灭菌, 15mL, 50/包
00821-32291	盖子+垫片	Welchrom® 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	Welchrom® 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
00826-H006P010	α-六六六标准品	A2S, CAS No.:319-84-6,10mg
00826-H017P250	六氯苯标准品	A2S, CAS No.:118-74-1,250mg
00826-H007P025	β-六六六标准品	A2S, CAS No.:319-85-7,25mg
00826-Q005P250	五氯硝基苯标准品	A2S, CAS No.:82-68-8,250mg
00826-H008P050	δ-六六六标准品	A2S, CAS No.:319-86-8,50mg
00826-H010P050	七氯标准品	A2S, CAS No.:76-44-8,50mg



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