

可乐饮料中有机磷农药残留量的测定 GB 23200.40-2016

1、适用范围

适用于可乐饮料中有机磷农药残留量的测定（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) 有机磷标准品储备液/单标：分别称取适量有机磷标准物质，用适量丙酮溶解，浓度为 100 μ g/mL。

2) 有机磷工作液/混标：准确移取 4 种有机磷单标标准储备液各 0.1mL，用丙酮稀释至 10mL，浓度为 1 μ g/mL。

3) 乙腈-甲苯（3-1）：量取 30mL 乙腈，10mL 甲苯，混匀。

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℃氮吹至近干，加入 2mL 乙腈-甲苯（3-1）溶解残渣，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：Welchrom® Carb/NH₂，规格：500mg/500mg/6mL，

活化：5ml 乙腈甲苯（3:1），弃去；

上样：待净化液全部上样，收集于鸡心瓶中；

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



洗脱：20ml 乙腈甲苯（3:1），收集于鸡心瓶中；

复溶：45℃旋蒸至干，加入 1mL 丙酮溶解残渣，过 0.22μm 滤头后上 GC 检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：5g 样品中加入 1mL 1μg/mL 标准中间液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.2mg/kg，最终机度数为 0.2μg/mL。
- 2) 淋洗液可先润洗离心管后并入 SPE 小柱。

6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	WM-1701, 30.0m×0.32mm×0.25μm
进样口温度	250℃
检测器（FPD）温度	250℃
载气	N ₂
载气	N ₂ , 尾吹气流速：25mL/min；氢气流速：50mL/min，空气流速：75mL/min。
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	90℃（1min），30℃/min 上升至 210℃（8min），10℃/min 升至 240℃，30℃/min 上升至 270℃（5min）；

7、色谱图或者加标回收率结果



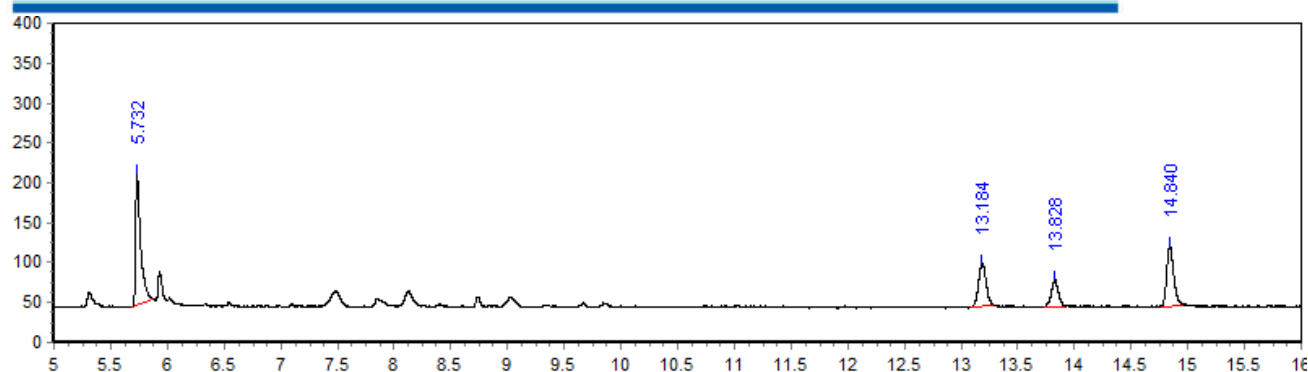


图 1. 混标标准品 200µg/L 图谱

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)
敌敌畏	5.732	166.32	522.38	42.338	5.641	100071
毒死蜱	13.184	53.87	247.58	20.0654	36.043	188861
马拉硫磷	13.828	33.96	146.37	11.863	5.457	231056
对硫磷	14.84	74.91	317.51	25.7337	9.04	293655

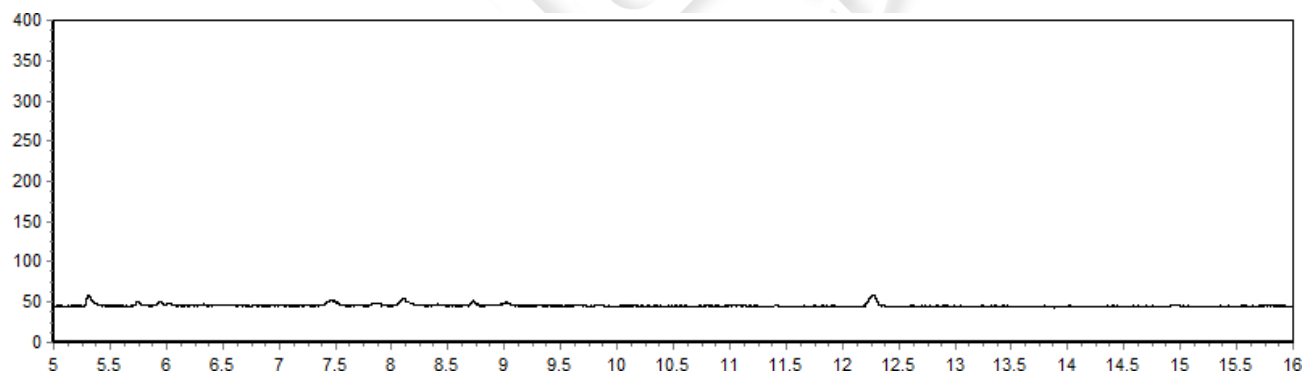


图 2. 可乐样品空白图谱

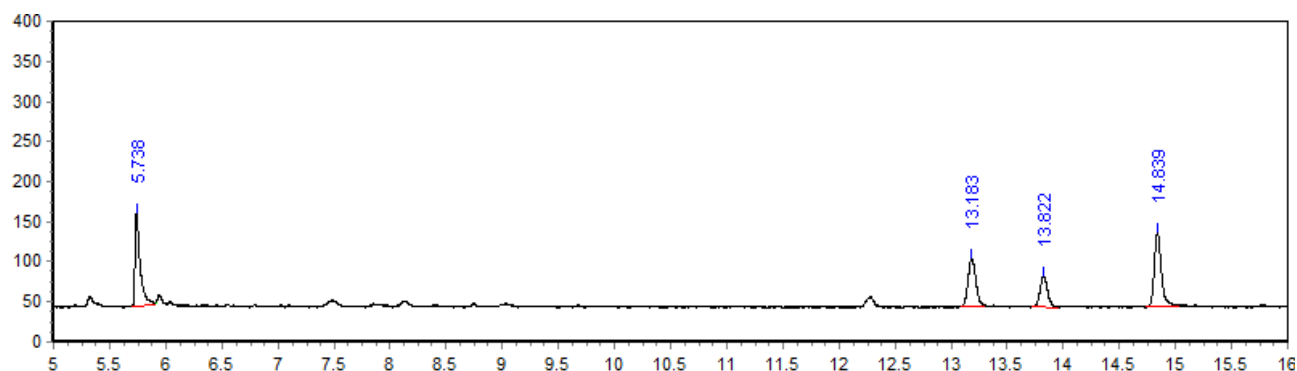


图 3. 可乐样品加标 0.2mg/kg 图谱



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

表 1.加标回收率表

分类	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
敌敌畏	0.2	75.76%	4.61%
毒死蜱		119.01%	1.82%
马拉硫磷		122.36%	1.04%
对硫磷		124.49%	2.98%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00527-20011	SPE 小柱	Welchrom® Carb/NH ₂ ,500mg/500mg/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
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
03907-32001	气相色谱柱	WM-1701, 30.0m×0.32mm×0.25μm
	敌敌畏标准品	CAS No.:62-73-7,25mg
	毒死蜱标准品	CAS No.:2921-88-2,1000μg/ml 于 乙腈,1.1ml
	马拉硫磷标准品	CAS No.:121-75-5,100mg
	对硫磷标准溶液	CAS No.:56-38-2, 1000 μg/ml 于甲醇, 1ml

