

# 气相色谱法测定食品中有机氯农药残留量

## GC-221

**摘要：**本文参照食品安全国家标准 GB/T 5009.19-2008《食品中有机氯农药多组分残留量的测定》第一法，利用岛津 GC 系统测定了大豆油中的有机氯农药残留含量。0.02  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准品溶液平行测定 6 次，目标物峰面积的 RSD 值均小于 2.88%，重复性良好；采用外标法定量，在 0.005~0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内，各化合物校准曲线线性相关系数均在 0.999 以上；仪器检出限在 1.13~2.88  $\text{ng}/\text{mL}$  之间；加标样品的平均回收率在 89.98%~95.31% 之间。

**关键词：**气相色谱法 有机氯农药残留

因有机氯类农药化学性质稳定，不易降解，故易残留于农副产品中，并因此被列为持久性有机污染物且禁止使用。

本文参照 GB/T5009.19-2008《食品中有机氯

农药多组分残留量的测定》第一法，利用岛津 GC-2014C 系统测定了大豆油中的有机氯农药残留 ( $\alpha$ -666、 $\beta$ -666、 $\gamma$ -666、 $\delta$ -666) 含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2014C(ECD)

### 1.2 分析条件

气相色谱条件

色谱柱：WondaCap1701，(30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ )

柱温程序：90 $^{\circ}\text{C}$  (1 min) \_40 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_170 $^{\circ}\text{C}$  \_2.3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_230 $^{\circ}\text{C}$  (17 min) \_40 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_280 $^{\circ}\text{C}$  (5 min)

载气控制：恒压控制模式

检测器温度：300 $^{\circ}\text{C}$

进样方式：不分流进样

检测器电流：1.0 nA

进样体积：1  $\mu\text{L}$

ECD 气流量：15 mL/min

### 1.3 样品前处理

参照 GB/T5009.19-2008《食品中有机氯农药多组分残留量的测定》第一法。

#### 1.3.1 提取与分配

称取 1 g (精确到 0.01 g) 大豆油样品，直接加入 30 mL 石油醚，振摇 30 min 后，将有机相全部转移至旋转蒸发瓶中，浓缩至 1 mL，加入 2 mL 乙酸乙酯 - 环己烷 (1+1) 再浓缩，如此重复三次，浓缩至 1 mL，供凝胶色谱层析净化使用。

#### 1.3.2 净化

手动凝胶色谱柱净化，将试样浓缩液经凝胶柱以乙酸乙酯 - 环己烷 (1+1) 溶液洗脱，弃去 0 mL—35 mL 流分，收集 35 mL—70 mL 流分。将其旋转蒸发浓缩至 1 mL，再经凝胶柱净化收集 35 mL—70 mL 流分，蒸发浓缩，用氮气吹除溶剂，用正己烷定容至 1 mL，留待 GC 分析。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 有机氯农药标准溶液谱图

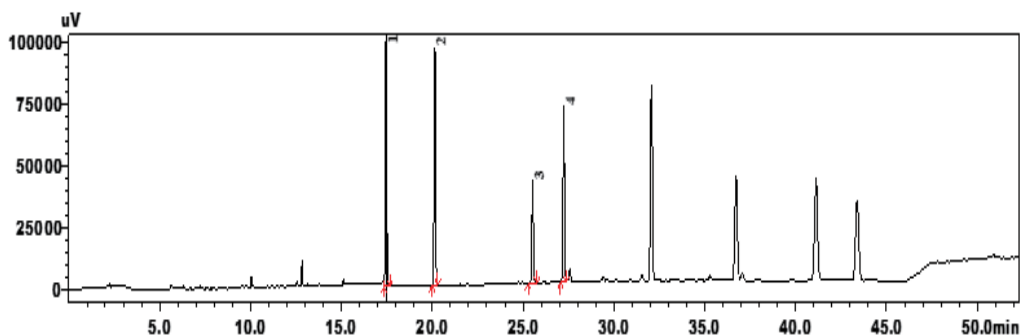


图 1 有机氯农药标准溶液谱图 (0.1 µg/mL)

表 1 有机氯农药组分信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间
1	α-666	Alpha-HCH	319-84-6	17.457
2	β-666	Beta-HCH	319-85-7	20.141
3	γ-666	Lindane	58-89-9	25.527
4	δ-666	Delta-HCH	319-86-8	27.239

## 2.2 重复性实验

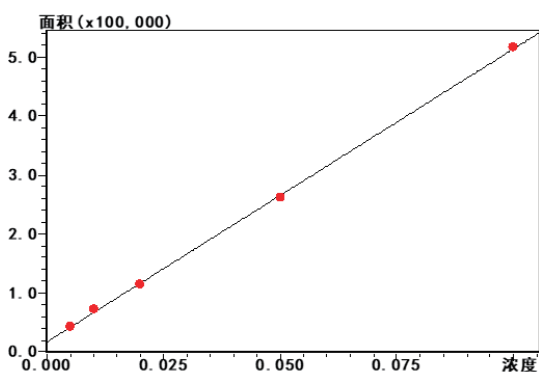
取 0.02 µg/mL 标准品溶液，连续进样 6 次，考察仪器的重复性，测定结果如下表 2 所示，各化合物峰面积的 RSD% 均小于 2.88%，重复性良好。

表 2 重复性测定结果

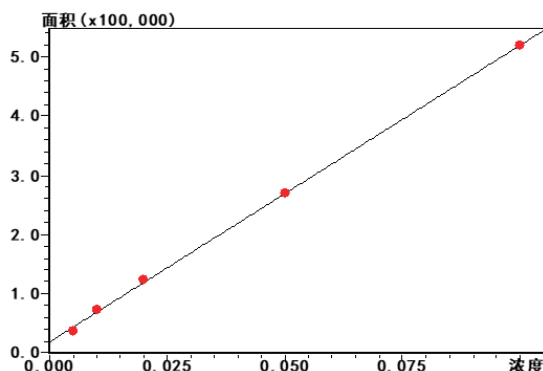
No.	化合物	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	α-666	119325	120208	119540	119752	111959	120420	2.73
2	β-666	129179	122607	132748	132143	131429	130766	2.88
3	γ-666	60500	60839	61308	61113	58644	57377	2.64
4	δ-666	95408	96084	102153	99694	96066	96524	2.73

## 2.3 校准曲线和检出限

分别配制 0.005、0.01、0.02、0.05、0.1 µg/mL 的有机氯农药标准溶液，取 1 µL 进样，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标制作校准曲线，标准曲线如图 2 所示。根据 0.005 µg/mL 标样数据，以 3 倍信噪比（峰至峰）计算仪器检出限，各化合物检出限以及线性相关系数如表 3 所示。



α-666



β-666

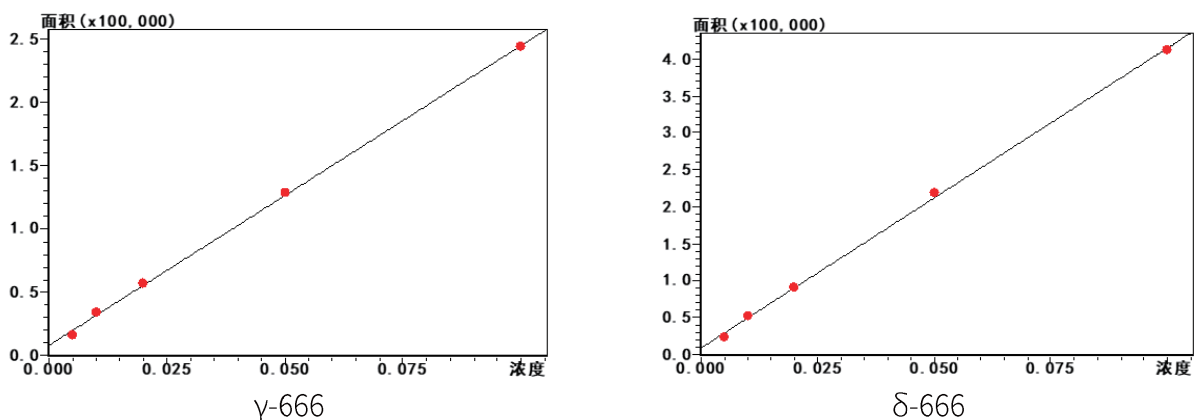


图 2 各化合物校准曲线

表 3 标准曲线线性相关系数 (r) 和仪器检出限

No.	化合物	相关系数 (r)	检出限 (ng/mL)
1	$\alpha$ -666	0.9998	1.13
2	$\beta$ -666	0.9996	1.23
3	$\gamma$ -666	0.9996	2.88
4	$\delta$ -666	0.9995	1.91

#### 2.4 加标回收率实验

取某大豆油样品进行测定, 并对该样品添加一定浓度标准溶液测试回收率, 加标浓度  $0.01 \mu\text{g/mL}$ , 平行 3 份, 按照上述前处理方法处理后上机测试, 结果显示: 加标平均回收率在 89.98%~95.31% 之间, 平行样品测定 RSD% 均小于 1.1%。

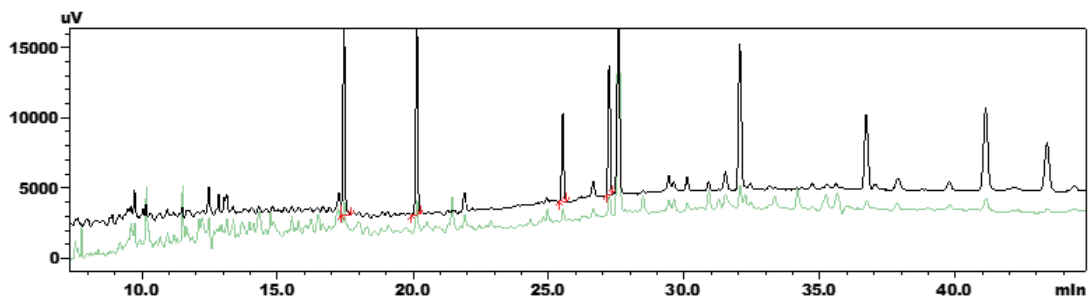
图 3 空白样品与加标样品 ( $0.01 \mu\text{g/mL}$ ) 谱图对比

表 4 大豆样品测定结果和加标回收率结果

No.	化合物	样品浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	加标样平均测定浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	回收率 (%)	RSD%
1	$\alpha$ -666	N.D.	0.0093	93.27	1.01
2	$\beta$ -666	N.D.	0.0089	89.98	1.03
3	$\gamma$ -666	N.D.	0.0095	95.31	0.89
4	$\delta$ -666	N.D.	0.0094	94.05	0.94

## ■ 结论

本文参照食品安全国家标准 GB/T5009.19-2008《食品中有机氯农药多组分残留量的测定》第一法，建立了 GC-2014C 对大豆油中的有机氯农药残留 ( $\alpha$ -666、 $\beta$ -666、 $\gamma$ -666、 $\delta$ -666) 含量的测定方法。结果显示在 0.005~0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内校准曲线线性良好，相关系数皆大于 0.999，仪器检出限在 1.13~2.88  $\text{ng}/\text{mL}$  之间。0.02  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准品溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD 均小于 2.88%，重复性良好。0.01  $\mu\text{g}/\text{mL}$  加标浓度的平均回收率在 89.98%~95.31% 之间。该方法灵敏度高，准确性好，适合大豆油中有机氯农药残留含量的检测。

岛津应用云

