



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2899—2011

出口食品接触材料 纸、再生纤维材料 37 种有机氯农药残留的测定

Food contact materials for export—Paper, regenerated fiber materials—
Determination of 37 organochlorine pesticides residues

2011-05-31 发布

2011-12-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国吉林出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：芦春梅、卢利军、韩大川、胡婷婷、姜永莉、吴连鹏、赵庆松、张代辉。

出口食品接触材料 纸、再生纤维材料 37 种有机氯农药残留的测定

1 适用范围

本标准规定了与食品接触的纸和再生纤维材料中 37 种有机氯农药残留量的气相色谱(GC)测定方法和气相色谱-串联质谱(GC-MS/MS)测定方法及阳性确证方法。

本标准适用于纸和再生纤维材料中四氯硝基苯、六氯苯、 α -666、五氯硝基苯、莠去津、 γ -666、氯硝胺、七氯、五氯苯胺、艾氏剂、五氯苯基硫酸酯、百菌清、乙稀菌核利、 β -666、氧氯丹、 δ -666、环氧七氯、三唑酮、*o,p'*-DDE、 α -硫丹、反-氯丹、顺-氯丹、*p,p'*-DDE、丁草胺、狄氏剂、腐霉利、*o,p'*-DDD、异狄氏剂、*o,p'*-DDT、*p,p'*-DDD、 β -硫丹、*p,p'*-DDT、异狄氏剂醛、灭蚁灵、硫丹硫酸盐、异狄氏剂酮、异菌脲 37 种有机氯农药残留量的检测和确证。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改件)适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

样品采用超声波发生器经正己烷提取,提取液经浓缩后采用弗罗里硅土固相萃取柱净化,净化液经浓缩定容后,供气相色谱仪或气相色谱-串联质谱法测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 丙酮:色谱纯。
- 4.2 正己烷:色谱纯。
- 4.3 乙酸乙酯:色谱纯。
- 4.4 正己烷-乙酸乙酯(1+4,体积比):取适量正己烷(4.2)和乙酸乙酯(4.3)按体积 1:4 进行混匀。
- 4.5 37 种有机氯标准品(参见附录 A 中表 A.1):纯度均 $\geq 98\%$ 。
- 4.6 混合标准溶液:
 - 1) 标准储备液:分别准确称取适量的每种有机氯标准品,用少量丙酮或相应溶剂溶解,用正己烷配制成浓度为 $500\ \mu\text{g/mL}$ ~ $1\ 000\ \mu\text{g/mL}$ 的标准储备液,在 $0\ ^\circ\text{C}$ ~ $4\ ^\circ\text{C}$ 冰箱中保存;
 - 2) 混合标准中间工作液:分别准确移取一定体积的每种有机氯标准储备液,用正己烷稀释成浓度为 $100\ \mu\text{g/mL}$ 的混合标准中间工作液,在 $0\ ^\circ\text{C}$ ~ $4\ ^\circ\text{C}$ 冰箱中保存;
 - 3) 混合标准工作液:准确移取一定体积的混合标准中间工作液,根据需要用正己烷稀释成适当浓度的混合标准工作液,现用现配。
- 4.7 弗罗里硅土固相萃取柱:0.5 g,5 mL,或相当者,使用前用 5 mL 正己烷预淋洗。

4.8 微孔滤膜:有机系,0.45 μm 。

5 仪器

5.1 气相色谱仪:配有电子捕获检测器(ECD),或气相色谱-串联质谱仪。

5.2 旋转蒸发仪。

5.3 分析天平:感量为0.1 mg。

5.4 超声波发生器。

5.5 氮吹仪。

5.6 旋风磨。

5.7 具塞容量瓶:100 mL。

5.8 具塞锥形瓶:250 mL。

5.9 浓缩瓶:50 mL、250 mL。

5.10 移液器:1 000 μL 、100 μL 。

5.11 三角漏斗:直径90 mm。

6 试样制备与保存

纸及其制品:取有代表性样品约100 g,剪成约1 cm^2 的碎片,密封并做好标识,于常温干燥处保存。

再生纤维材料制品:取有代表性样品约100 g,先切割成1 $\text{cm} \times 1 \text{ cm}$ 小块,再用旋风磨磨成粉状,过1.0 mm筛子,密封并做好标识,于常温干燥处保存。

7 测定步骤

7.1 提取

称取2 g试样(精确至0.01 g)于250 mL具塞锥形瓶中,加入50.0 mL正己烷,置于超声波发生器中超声5 min,充分振荡后,用定量滤纸过滤至250 mL浓缩瓶中,试样残渣用30.0 mL正己烷分3次冲洗,冲洗后的溶液移入漏斗中过滤。合并滤液,在40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中旋转蒸发至近干,用2.0 mL正己烷溶解。

7.2 固相萃取净化(SPE)

将提取液转入经5.0 mL正己烷预淋洗的弗罗里硅土固相萃取柱中,用30.0 mL正己烷-乙酸乙酯(1+4)进行洗脱。收集全部洗脱液于50 mL浓缩瓶中,于40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中旋转浓缩至干。用正己烷溶解并定容至2.0 mL,经0.45 μm 滤膜过滤,滤液供气相色谱测定或气相色谱-串联质谱测定。

7.3 气相色谱测定

7.3.1 气相色谱条件

7.3.1.1 色谱柱:30 $\text{m} \times 0.25 \text{ mm} \times 0.25 \mu\text{m}$,DB-5 MS石英毛细管柱,或相当者。

7.3.1.2 色谱柱温度:50 $^{\circ}\text{C}$ (2 min) $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 180 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) $\xrightarrow{30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 270 $^{\circ}\text{C}$ (10 min)。

7.3.1.3 进样口温度:280 $^{\circ}\text{C}$ 。

7.3.1.4 载气:氮气,纯度 $\geq 99.999\%$,1.2 mL/min。

7.3.1.5 进样量:1 μL 。

7.3.1.6 进样方式:无分流进样,1.5 min 后开阀。

7.3.1.7 检测器:ECD 检测器。

7.3.1.8 检测器温度:300 ℃。

注:由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出气相色谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离,上述给出的参数证明是可行的。

7.3.2 定量测定

根据样液中待测物的含量情况,选定与响应值相近的混合标准工作溶液进行分析。混合标准工作液和样液中待测物的响应值均应在仪器线性响应范围内。对混合标准工作溶液与样液等体积组分时段参插进样测定。如果样液的检测相应值超出 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$,可适当稀释后测定。外标法定量。在上述气相色谱条件下,各标准物质的保留时间参见附录 B 中表 B.1,色谱图参见附录 C。

7.4 气相色谱-串联质谱测定

7.4.1 气相色谱-串联质谱仪器条件

7.4.1.1 色谱柱:30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm ,DB-5 MS 石英毛细管柱,或相当者。

7.4.1.2 柱温:100 ℃保持 1 min,以 5 ℃/min 速率升至 200 ℃,保持 1 min,以 3 ℃/min 速率升至 300 ℃,保持 10 min。

7.4.1.3 进样口温度:250 ℃。

7.4.1.4 离子源温度:250 ℃。

7.4.1.5 传输线温度:280 ℃。

7.4.1.6 离子源:电子轰击离子源(EI)。

7.4.1.7 测定方式:二级质谱监测模式检测(MS/MS)。

7.4.1.8 监测离子(m/z):37 种有机氯农药的定性离子对、定量离子对及碰撞能量参见附录 D 中表 D.1。

7.4.1.9 载气:氦气,纯度不低于 99.999%。

7.4.1.10 流速:1.0 mL/min。

7.4.1.11 进样方式:不分流。

7.4.1.12 进样量:1 μL 。

7.4.1.13 电离能量:70 eV。

7.4.2 质谱确证和检测

按照上述气相色谱-串联质谱条件测定样液和标准工作溶液,外标法测定样液中的有机氯农药含量。样品中待测物含量超出 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$,应进行适当稀释。在上述色谱条件下,各种有机氯农药色谱峰保留时间参见附录 D 中表 D.1。各有机氯农药标准溶液的多反应监测色谱图参见附录 E。

在相同实验条件下,样液与标准工作液中待测物质的色谱峰相对保留时间在 2.5%以内,并且在扣除背景后的样品色谱峰中,所选择的离子对均应出现,同时与标准溶液的相对丰度允许偏差不超过表 1 规定的范围,则可判断样品中存在对应的被测物。

表 1 气相色谱-串联质谱定性相对离子丰度最大允许误差

相对离子丰度/%	≥ 50	$>20 \sim 50$	$>10 \sim 20$	≤ 10
允许的相对偏差/%	± 20	± 25	± 30	± 50

7.5 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

8 结果计算和表达

用色谱数据处理机或用标准曲线,按式(1)计算试样中每种有机氯农药含量:

$$X_i = \frac{A_i \times c_i \times V}{A_{is} \times m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X_i ——试样中有机氯农药 i 含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);
 - A_i ——样液中有机氯农药 i 的峰面积(或峰高);
 - A_{is} ——标准工作液中有机氯农药 i 的峰面积(或峰高);
 - c_i ——标准工作液中有机氯农药 i 的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 - V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
 - m ——最终样液代表的试样质量,单位为克(g)。
- 计算结果应扣除空白值。

9 测定低限、回收率、精密度

9.1 测定低限

气相色谱法对 37 种有机氯的测定低限参见附录 B 中表 B.1。
气相色谱-串联质谱法对 37 种有机氯农药的测定低限参见附录 F 中表 F.1。

9.2 回收率和精密度

气相色谱法对 37 种有机氯农药的添加回收率和精密度参见附录 B 中表 B.1。
气相色谱-串联质谱法对 37 种有机氯农药的添加回收率和精密度参见附录 F 中表 F.1。

附录 A

(资料性附录)

37 种农药种类及配制溶剂表

表 A.1 37 种农药种类及配制溶剂表

序号	中文名称	英文名称	CAS 编号	分子式	相对分子质量	溶剂
1	四氯硝基苯	tecnazene	117-18-0	$C_6HCl_4NO_2$	260.89	异辛烷
2	六氯苯	hexachlorobenzene	118-74-1	C_6Cl_6	284.78	正己烷
3	α -666	α -benzene hexachloride	319-84-6	$C_6H_5Cl_5$	290.85	正己烷
4	五氯硝基苯	quintozene	82-68-8	$C_6Cl_5NO_2$	295.33	苯
5	γ -666	γ -benzene hexachloride	58-89-9	$C_6H_6Cl_6$	290.83	正己烷
6	莠去津	atrazine	102029-43-1	$C_8H_{14}ClN_5$	215.68	丙酮
7	氯硝胺	2,6-dichloro-4-nitroaniline	99-30-9	$C_6H_4Cl_2N_2O_2$	207.02	丙酮
8	七氯	heptachlor	76-44-8	$C_{10}H_5Cl_7$	373.35	正己烷
9	五氯苯胺	pentachloroaniline	527-20-8	$C_6H_2Cl_5N$	265.35	环己烷
10	艾氏剂	aldrin	309-00-2	$C_{12}H_8Cl_6$	364.9	丙酮
11	五氯苯基硫醚	pentachloroaniline	1825-10-0	$C_7H_3Cl_5S$	296.43	环己烷
12	百菌清	chlorothalonil	1897-45-6	$C_8N_2Cl_4$	265.91	正己烷
13	乙烯菌核利	vinclozolin	50471-44-8	$C_{12}H_{12}Cl_2NO_3$	286.11	丙酮
14	β -666	β -benzene hexachloride	319-85-7	$C_6H_5Cl_5$	290.83	丙酮
15	氧氯丹	oxy-chlordane	27304-13-8	$C_{10}H_6Cl_8O$	423.76	环己烷
16	δ -666	delta-benzene hexachloride	319-86-8	$C_6H_5Cl_5$	290.83	正己烷
17	环氧七氯	heptachlor exo-epoxide	1024-57-3	$C_{10}H_4Cl_7O$	389.32	正己烷
18	三唑酮	triadimefon	43721-43-3	$C_{11}H_8ClN_3O_2$	293.75	正己烷
19	o, p' -DDE	o, p' -DDE	5424-82-6	$C_{14}H_8Cl_4$	318.03	正己烷
20	α -硫丹	endosulfan I	959-98-8	$C_9H_6Cl_6O_3S$	406.93	苯
21	反-氯丹	trans-chlordane	5103-74-2	$C_{10}H_6Cl_8$	409.78	正己烷
22	顺-氯丹	cis-chlordane	5103-71-9	$C_{10}H_6Cl_8$	409.78	正己烷
23	p, p' -DDE	p, p' -DDE	72-55-9	$C_{14}H_8Cl_4$	318.03	正己烷
24	丁草胺	machette	23184-66-9	$C_{17}H_{26}ClNO_2$	311.85	正己烷
25	狄氏剂	dieldrin	60-57-1	$C_{12}H_8Cl_6O$	380.9	正己烷
26	腐霉利	procymidone	32809-16-8	$C_{13}H_{11}Cl_2NO_2$	284.14	丙酮
27	o, p' -DDD	o, p' -DDD	53-19-0	$C_{14}H_{10}Cl_4$	320.04	正己烷
28	异狄氏剂	endrin; hexadrin	72-20-8	$C_{12}H_8Cl_6O$	380.9	正己烷
29	o, p' -DDT	o, p' -DDT	789-02-6	$C_{14}H_9Cl_5$	354.48	正己烷
30	p, p' -DDD	p, p' -DDD	72-54-8	$C_{14}H_{10}Cl_4$	354.48	正己烷

表 A.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	CAS 编号	分子式	相对分子质量	溶剂
31	β-硫丹	endosulfan II	33213-65-9	C ₉ H ₆ Cl ₆ O ₃ S	406.93	正己烷
32	<i>p,p'</i> -DDT	<i>p,p'</i> -DDT	50-29-3	C ₁₄ H ₉ Cl ₅	354.48	正己烷
33	异狄氏剂醛	endrin hexadrin	7421-93-4	C ₁₂ H ₈ Cl ₆ O	380.91	环己烷
34	灭蚁灵	mirex	2385-85-5	C ₁₀ Cl ₁₂	545.59	苯
35	硫丹硫酸盐	ehdosulfan sulfate	1031-07-8	C ₉ H ₆ Cl ₆ O ₄ S	422.92	环己烷
36	异狄氏剂酮	endrin ketone	53494-70-5	C ₁₂ H ₉ Cl ₅ O	346.46	环己烷
37	异菌脲	iprodione	36734-19-7	C ₁₃ H ₁₃ Cl ₂ N ₃ O ₃	330.17	苯

附 录 B
(资料性附录)

37 种农药的保留时间及检出限及线性范围表

表 B.1 37 种农药的保留时间及检出限及线性范围

序号	农药名称	出峰 顺序	保留时间 min	线性范围 $\mu\text{g/L}$	线性相 关系数	回收率范围 %	RSD %	最低检出限 $\mu\text{g/kg}$
1	四氯硝基苯	1	11.88	2.0~500	0.999 1	87.85~99.36	0.186 3~1.312 6	0.80
2	六氯苯	2	12.57	2.0~500	0.999 0	85.65~98.70	0.337 1~7.318 0	0.80
3	α -666	3	14.07	2.0~500	0.999 0	83.05~98.63	0.599 0~7.077 8	0.80
4	五氯硝基苯	4	14.50	2.0~500	0.999 2	82.53~103.77	0.407 3~9.618 4	0.80
5	γ -666	5	15.61	2.0~500	0.999 3	88.00~99.24	0.277 8~5.936 4	0.80
6	莠去津	6	15.83	5.0~500	0.999 0	81.13~100.88	0.593 2~7.973 1	2.00
7	氯硝胺	7	16.03	2.0~500	0.999 3	86.00~98.53	0.280 2~8.597 3	0.80
8	七氯	8	16.03	2.0~500	0.999 1	83.50~97.79	0.979 3~7.612 8	0.80
9	五氯苯胺	9	16.86	2.0~500	0.999 2	87.86~100.24	0.697 8~7.430 3	0.80
10	艾氏剂	10	17.40	2.0~500	0.999 0	81.70~100.13	0.884 7~8.106 1	0.80
11	五氯苯基硫醚	11	17.46	2.0~500	0.999 3	86.09~97.00	0.912 9~9.378 3	0.80
12	百菌清	12	18.61	2.0~500	0.999 1	83.46~98.87	0.867 0~8.334 4	0.80
13	乙烯菌核利	13	18.65	2.0~500	0.999 1	81.25~100.44	0.871 0~7.530 0	0.80
14	β -666	14	19.00	2.0~500	0.999 4	86.38~98.56	0.799 1~7.701 7	0.80
15	氧氯丹	15	19.97	2.0~500	0.999 7	84.38~98.14	0.953 7~6.614 0	0.80
16	δ -666	16	20.24	2.0~500	0.999 5	83.60~98.73	0.593 3~6.667 9	0.80
17	环氧七氯	17	20.73	2.0~500	0.999 1	85.25~101.13	0.905 5~6.765 4	0.80
18	三唑酮	18	21.21	2.0~500	0.999 3	86.64~98.53	0.574 0~7.935 7	0.80
19	<i>o,p'</i> -DDE	19	21.47	2.0~500	0.999 3	84.25~98.59	0.670 8~6.635 2	0.80
20	α -硫丹	20	21.99	2.0~500	0.999 9	86.73~98.50	0.988 5~7.765 5	0.80
21	反-氯丹	21	22.33	2.0~500	0.999 1	83.13~98.76	0.711 1~8.698 4	0.80
22	顺-氯丹	22	22.72	2.0~500	0.999 9	87.55~98.21	0.814 8~7.125 2	0.80
23	<i>p,p'</i> -DDE	23	23.16	2.0~500	0.999 3	87.74~100.20	1.130 5~7.466 1	0.80
24	丁草胺	24	23.34	2.0~500	0.999 6	88.20~97.44	0.780 0~7.838 5	0.80
25	狄氏剂	25	23.92	2.0~500	0.999 3	86.45~98.59	1.123 2~8.285 2	0.80
26	腐霉利	26	24.37	2.0~500	0.999 0	84.75~100.45	0.751 7~9.913 8	0.80
27	<i>o,p'</i> -DDD	27	24.89	2.0~500	0.999 9	89.61~98.01	0.849 1~7.339 1	0.80
28	异狄氏剂	28	24.98	2.0~500	0.999 1	80.40~97.88	0.714 8~7.407 7	0.80
29	<i>o,p'</i> -DDT	29	25.56	2.0~500	0.999 5	89.24~97.97	0.922 7~6.960 3	0.80

表 B.1 (续)

序号	农药名称	出峰 顺序	保留时间 min	线性范围 $\mu\text{g/L}$	线性相 关系数	回收率范围 %	RSD %	最低检出限 $\mu\text{g/kg}$
30	<i>p,p'</i> -DDD	30	27.49	2.0~500	0.999 6	87.76~97.95	0.831 1~7.205 6	0.80
31	β -硫丹	31	27.72	2.0~500	0.999 0	88.5~97.91	0.910 3~8.297 3	0.80
32	<i>p,p'</i> -DDT	32	28.34	2.0~500	0.999 0	87.81~97.82	1.141 0~7.021 9	0.80
33	异狄氏剂醛	33	30.09	2.0~500	0.999 5	89.63~97.78	0.871 5~7.521 1	0.80
34	灭蚁灵	34	30.59	2.0~500	0.999 5	88.18~98.64	0.618 5~7.520 9	0.80
35	硫丹硫酸盐	35	31.91	5.0~500	0.999 3	87.94~99.00	0.563 7~9.710 0	2.00
36	异狄氏剂酮	36	34.02	2.0~500	0.999 1	85.82~99.13	0.404 9~7.323 4	0.80
37	异菌脲	37	34.34	2.0~500	0.999 5	86.10~98.29	0.741 1~7.569 8	0.80

附录 C
(资料性附录)
35 种农药标准物气相色谱图

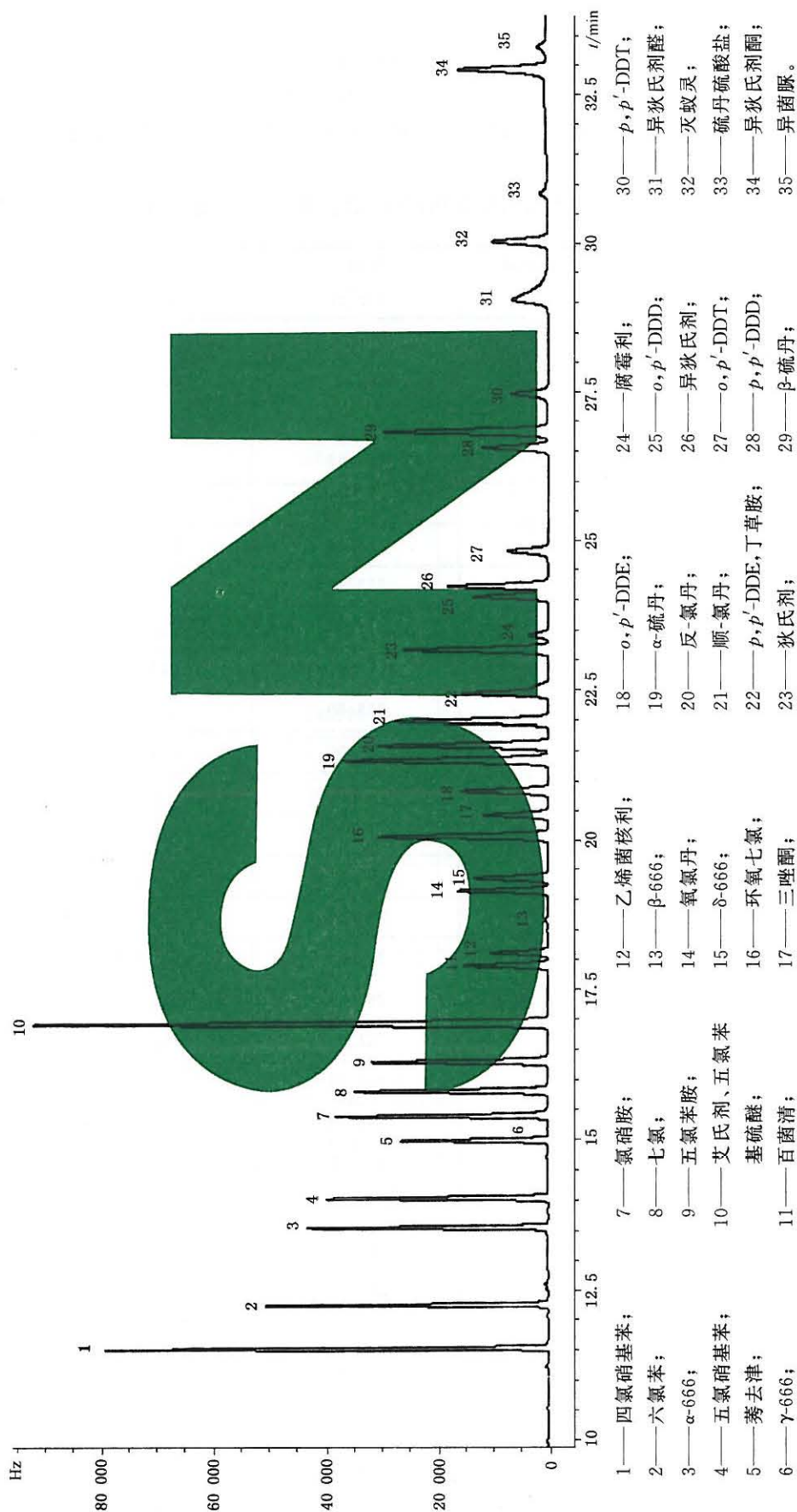


图 C.1 35 种农药标准物气相色谱图

附 录 D
(资料性附录)

37 种农药的保留时间、定性离子对、定量离子对及碰撞能量表¹⁾

表 D.1 37 种农药的保留时间、定性离子对、定量离子对及碰撞能量

化合物	保留时间 min	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碰撞能量 eV
四氯硝基苯	16.34	214.90	143.93 ^a	20
		258.88	200.90	15
六氯苯	18.53	248.84	213.86 ^a	20
		264.82	116.92	20
α -666	18.35	180.91	144.93	15
		218.89	182.91 ^a	15
五氯硝基苯	19.69	213.88	178.90	12
		248.86	213.88 ^a	25
γ -666	19.77	180.91	144.93	15
		218.89	144.93 ^a	25
莠去津	19.51	200.09	104.05	20
		215.09	173.08 ^a	10
氯硝胺	19.20	175.97	147.97	15
		205.97	175.97 ^a	10
七氯	22.69	236.89	177.97	10
		336.84	265.87 ^a	15
五氯苯胺	21.79	262.86	191.90	20
		264.86	191.90 ^a	30
艾氏剂	23.90	262.91	192.93	32
		264.91	229.92 ^a	26
五氯苯基硫醚	23.64	296.50	263.20 ^a	17
		296.50	216.92	17
百菌清	20.94	226.90	230.90 ^a	20
		264.88	228.90	20
乙烯菌核利	22.72	186.66	158.80	15
		186.66	123.98 ^a	15

1) 非商业性声明:附录 D 所列参数是在 PE 质谱仪上完成的,此处列出试验用仪器型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试采用不同厂家或型号的仪器。

表 D.1 (续)

化合物	保留时间 min	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碰撞能量 eV
β -666	20.11	180.91	144.93 ^a	15
		218.89	182.91	15
氧氯丹	25.81	387.32	238.64	17
		387.00	263.00 ^a	9
δ -666	21.48	180.91	144.93 ^a	15
		218.89	182.91	15
环氧七氯	25.99	352.83	262.87	15
		354.83	264.87 ^a	15
三唑酮	22.36	181.23	127.03 ^a	5
		208.00	126.87	10
<i>o,p'</i> -DDE	27.70	246.95	175.97 ^a	20
		317.94	245.95	20
α -硫丹	27.72	195.91	158.93	15
		240.89	205.91 ^a	20
反-氯丹	27.15	373.00	266.00 ^a	18
		373.00	268.00	18
顺-氯丹	27.75	373.01	266.00 ^a	18
		373.01	268.00	18
<i>p,p'</i> -DDE	27.64	245.95	175.97 ^a	25
		247.95	175.97	20
丁草胺	27.35	160.00	144.67 ^a	13
		160.33	129.94	13
狄氏剂	29.13	262.91	192.93 ^a	26
		276.91	206.93	20
腐霉利	27.09	283.02	255.02 ^a	10
		255.02	212.01	18
<i>o,p'</i> -DDD	29.96	234.97	164.98 ^a	20
		236.97	164.98	20
异狄氏剂	30.27	262.91	190.93 ^a	25
		344.88	280.90	8
<i>o,p'</i> -DDT	33.56	236.94	164.96	20
		234.94	164.96 ^a	15

附录 E
(资料性附录)

37 种有机氯农药标准溶液的总离子流(SRM)色谱图

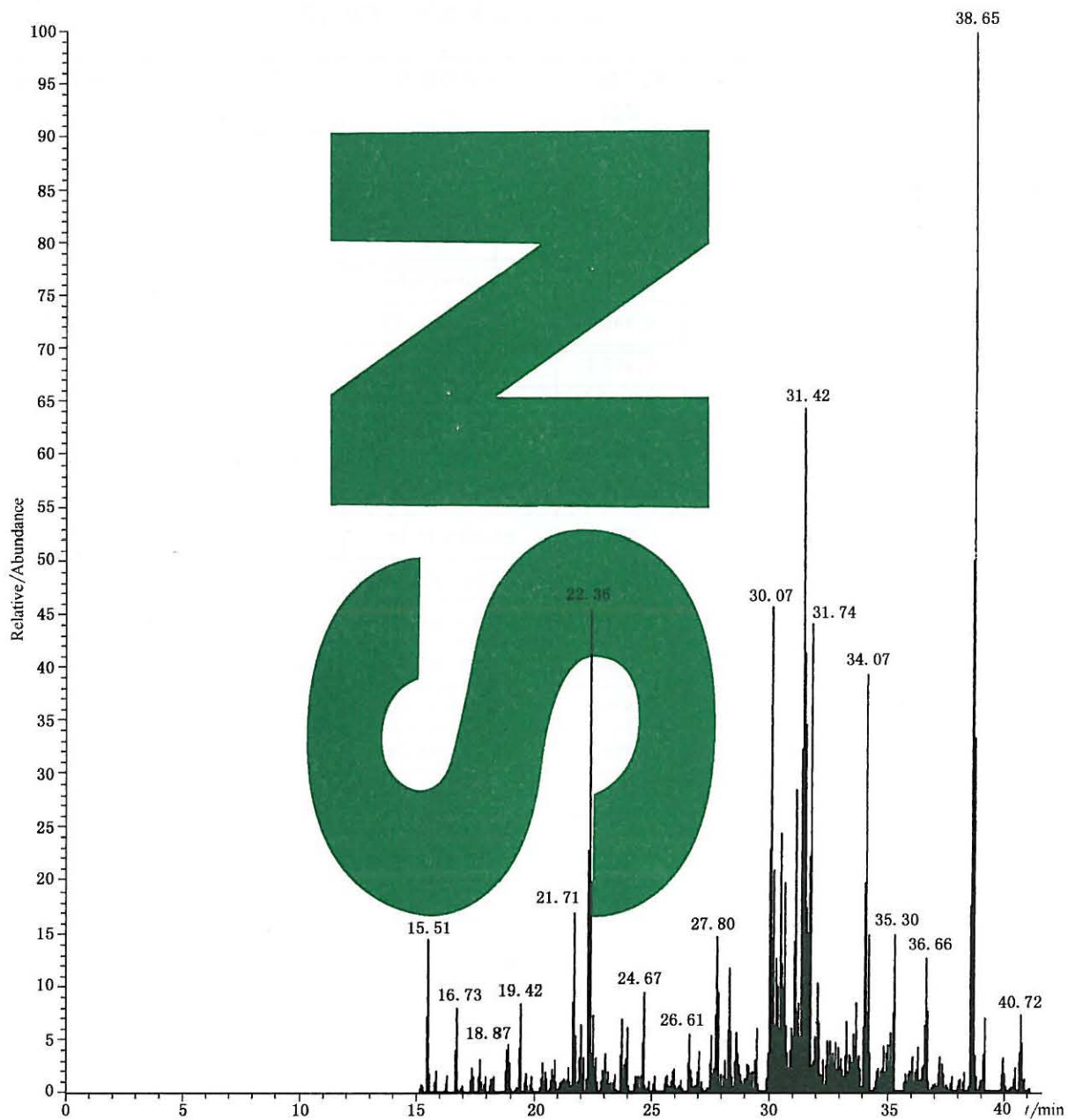


图 E.1 37 种有机氯农药标准溶液的总离子流(SRM)色谱图(2 $\mu\text{g/L}$)

附 录 F
(资料性附录)

37 种农药的最低检出限及线性范围表

表 F.1 37 种农药的最低检出限及线性范围

序号	农药名称	线性范围 $\mu\text{g/L}$	线性相关 系数	回收率范围 %	精密度范围 %	最低检出限 $\mu\text{g/kg}$
1	四氯硝基苯	2.0~500	0.995 4	84.70~100.78	0.506 0~9.160 7	1.0
2	六氯苯	2.0~500	0.999 5	84.40~97.92	0.400 6~8.737 7	1.0
3	α -666	2.0~500	0.997 8	74.20~98.63	0.485 0~13.631 7	1.0
4	五氯硝基苯	2.0~500	0.997 9	78.10~97.26	1.535 2~10.906 3	1.0
5	γ -666	2.0~500	0.996 8	79.00~100.58	1.724 3~11.872 2	1.0
6	莠去津	2.0~500	0.997 1	82.80~97.86	1.568 5~11.623 2	1.0
7	氯硝胺	2.0~500	0.997 4	82.50~97.48	0.375 0~12.167 8	1.0
8	七氯	2.0~500	0.997 7	80.28~97.50	0.405 6~12.442 1	1.0
9	五氯苯胺	2.0~500	0.997 5	83.60~98.16	0.400 2~12.548 1	1.0
10	艾氏剂	2.0~500	0.994 8	83.30~97.98	1.256 3~12.015 2	1.0
11	五氯苯基硫醚	2.0~500	0.998 2	84.00~101.34	1.446 8~10.756 0	1.0
12	百菌清	2.0~500	0.997 8	84.40~98.00	0.273 7~12.553 7	1.0
13	乙烯菌核利	2.0~500	0.999 9	84.60~97.28	0.478 2~10.030 5	1.0
14	β -666	2.0~500	0.996 5	81.60~97.58	1.237 7~12.392 6	1.0
15	氧氯丹	2.0~500	0.999 5	85.00~96.74	0.993 2~12.230 9	1.0
16	δ -666	2.0~500	0.996 8	85.30~98.46	0.990 7~10.645 4	1.0
17	环氧七氯	2.0~500	0.998 0	80.86~96.58	0.445 5~11.506 7	1.0
18	三唑酮	2.0~500	0.998 1	83.80~97.58	0.405 6~11.318 0	1.0
19	<i>o,p'</i> -DDE	2.0~500	0.997	87.00~97.26	1.621 8~8.770 5	1.0
20	α -硫丹	2.0~500	0.997 9	85.70~97.14	1.701 6~11.093 7	1.0
21	反-氯丹	2.0~500	0.997 6	83.10~97.78	0.983 9~17.488 7	1.0
22	顺-氯丹	2.0~500	0.997 4	83.30~97.62	0.677 4~12.005 5	1.0
23	<i>p,p'</i> -DDE	2.0~500	0.997 3	85.62~97.26	0.066 8~10.087	1.0
24	丁草胺	2.0~500	0.998 5	83.28~98.40	0.358 6~8.550 5	1.0
25	狄氏剂	2.0~500	0.998	85.20~96.92	1.296 3~10.091 3	1.0
26	腐霉利	2.0~500	0.997 9	78.28~97.66	0.940 2~12.442 1	1.0
27	<i>o,p'</i> -DDD	2.0~500	0.999 7	83.90~100.51	1.261 9~11.020 6	1.0
28	异狄氏剂	2.0~500	0.995 6	86.20~97.80	0.883 4~10.669 8	1.0
29	<i>o,p'</i> -DDT	2.0~500	0.999 5	85.10~97.14	1.407 0~10.544 7	1.0

表 F.1 (续)

序号	农药名称	线性范围 $\mu\text{g/L}$	线性相关 系数	回收率范围 %	精密度范围 %	最低检出限 $\mu\text{g/kg}$
30	p,p' -DDD	2.0~500	0.996 8	87.40~97.62	1.538 9~10.321 3	1.0
31	β -硫丹	2.0~500	0.997 6	81.30~98.04	1.102 8~10.743 5	1.0
32	p,p' -DDT	2.0~500	0.998 3	86.00~100.55	1.643 5~10.657 3	1.0
33	异狄氏剂醛	2.0~500	0.996 6	84.30~97.14	1.251 9~10.442 3	1.0
34	灭蚁灵	2.0~500	0.997 7	83.40~97.12	1.136 6~9.239 4	1.0
35	硫丹硫酸盐	2.0~500	0.995 6	85.10~97.92	1.367 7~10.098 1	1.0
36	异狄氏剂酮	2.0~500	0.996 1	88.40~97.88	1.486 5~10.957 2	1.0
37	异菌脲	2.0~500	0.996 8	85.56~101.52	1.565 1~10.437 7	1.0