

## 1、适用范围

适用于乳及乳制品中 21 种（p, p' -DDD、六氯苯、 $\alpha$ -六六六、 $\gamma$ -六六六(林丹)、七氯、 $\delta$ -六六六、p, p' -DDE、狄氏剂、安特灵(异狄氏剂)、o, p' -DDT、p, p' -DDT、 $\beta$ -666、五氯硝基苯、艾氏剂、顺式环氧七氯、反式环氧七氯、反式氯丹、顺式氯丹、 $\alpha$ -硫丹、 $\beta$ -硫丹、硫丹硫酸盐) 有机氯的测定（本实验选用样品为纯牛奶、奶粉）

参考标准：《GB 23200.86-2016 食品安全国家标准 乳及乳制品中多种有机氯农药残留量的测定 气相色谱-质谱/质谱法》

## 2、溶液的配制

准确将标准储备液（100mg/L）用丙酮稀释为浓度为 1mg/L 的混合标准使用液；

环己烷/乙酸乙酯（1/1）：准确量取 500mL 环己烷、500mL 乙酸乙酯混匀；

正己烷/丙酮（1/1）：准确量取 500mL 正己烷、500mL 丙酮混匀；

## 3、提取步骤

液态样品：

称取 5g 样品于 50mL 具塞离心管中，加入 5g 氯化钠，10mL 正己烷/丙酮（1/1），涡旋混匀 5min；  
6000r/min 离心 5min，上清液移至鸡心瓶中，残渣中加入 2\*15mL 正己烷/丙酮（1/1）提取两次，  
上清液合并于旋转蒸发瓶中，40℃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 10mL。待净化。

固态样品：

称取 5g 样品于 50mL 具塞离心管中，加入 10mL 水；其余同液态样品；

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

#### 4、净化步骤

凝胶渗透色谱条件如下：

GPC 仪器型号	月旭 GPC-1600 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	20-32min
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 20-32min 流分，将其旋转蒸发至干，用丙酮溶解残渣并定容至 1mL。经 0.22 $\mu$ m 滤头过滤后，留待 GC 分析。

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

## 5、注意事项

- 1) 若样品在处理过程中乳化较严重，可加入 1-2mL 乙醇，效果显著。
- 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 0.1mg/L。
- 3) 标准中使用 GC-MS/MS 检测，此处为获得最佳结果，使用 GC-ECD 检测

## 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	230℃
检测器 (ECD) 温度	300℃
载气	N <sub>2</sub>
进样方式	分流进样 5:1
载气流量	1.1mL/min
进样量	2μL
升温程序	60℃保持 0.5min，10℃/min 升到 160℃，保持 8min；4℃/min 升到 200℃，保持 2min；4℃/min 升到 260℃，保持 10min

## 7、色谱图或者加标回收率结果

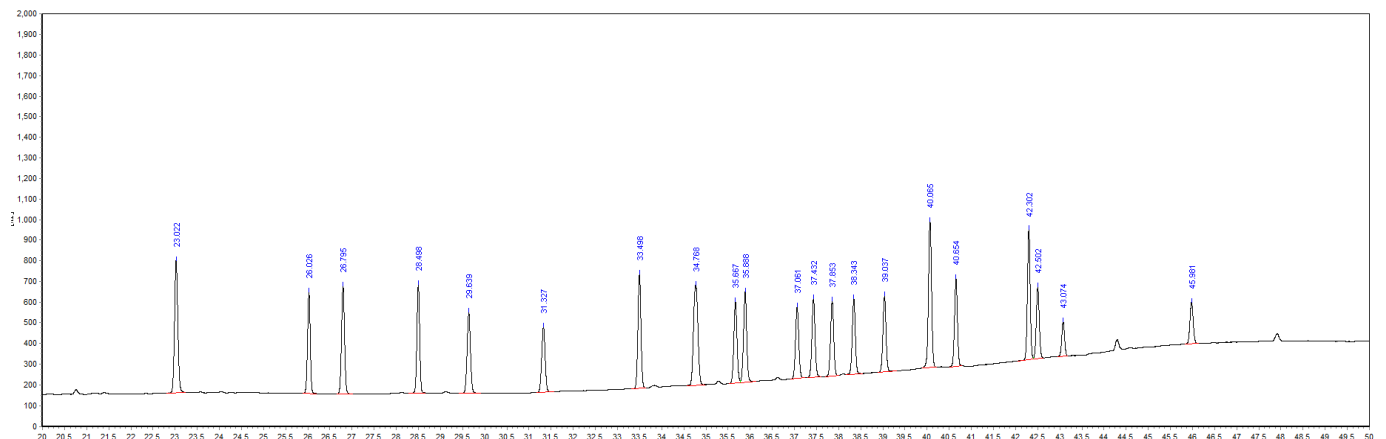


图 1.21 种有机氯标准品 0.1mg/L 图谱

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 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	$\alpha$ -666	23.022	636.52	3316.61	7.4391	0	460830
2	六氯苯	26.026	487.69	2086.55	4.6801	24.291	858458
3	$\beta$ -666	26.795	519.58	2483.23	5.5698	6.497	734623
4	$\gamma$ -666	28.498	522.82	2264.43	5.0791	14.273	995245
5	五氯硝基苯	29.639	390.16	2053.11	4.6051	9.115	751812
6	$\delta$ -666	31.327	313.79	1710.41	3.8364	12.071	761281
7	七氯	33.498	549.82	2654.94	5.955	16.104	1118327
8	艾氏剂	34.768	481.89	3336.16	7.4829	8.086	544585
9	顺式环氧七氯	35.667	390.85	1970.54	4.4199	5.618	1164068
10	反式环氧七氯	35.888	435.36	2191.53	4.9156	1.691	1227218
11	反式氯丹	37.061	343.6	1762.47	3.9532	8.935	1228266
12	$\alpha$ -硫丹	37.432	378.96	1866.62	4.1868	2.833	1352551
13	顺式氯丹	37.853	360.4	1787.67	4.0097	3.26	1342733
14	狄氏剂	38.343	361.46	1745.88	3.916	3.814	1459041
15	p,p'-DDE	39.037	364.69	1768.56	3.9668	5.494	1526701
16	异狄氏剂	40.065	710.37	3474.07	7.7923	8.152	1607826
17	$\beta$ -硫丹	40.654	421.02	1927.32	4.3229	4.779	1810939
18	p,p'-DDD	42.302	628.27	2772.11	6.2178	14.025	2175586
19	o,p'-DDT	42.502	346.59	1635.04	3.6674	1.677	1864284
20	硫丹硫酸盐	43.074	167.51	739.27	1.6582	4.768	2195827
21	p,p'-DDT	45.981	200	1037.01	2.326	23.214	1861040

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

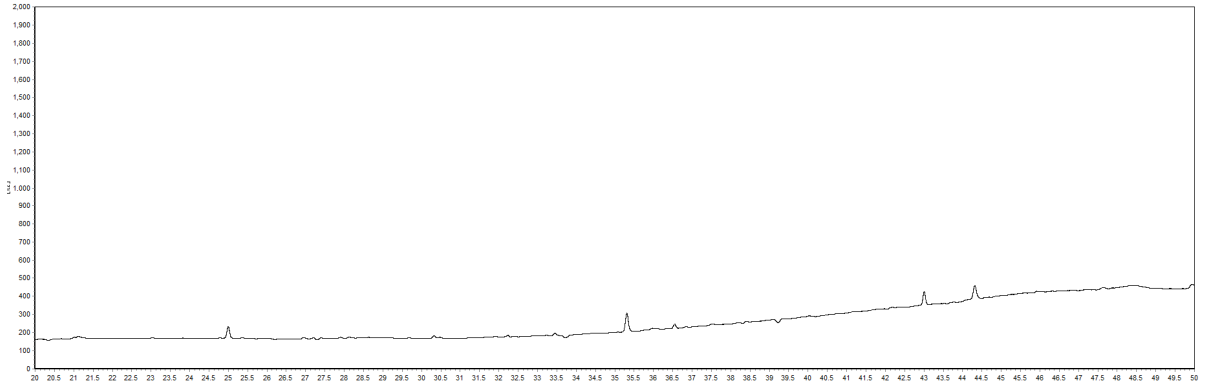


图 2.牛奶样品空白图谱

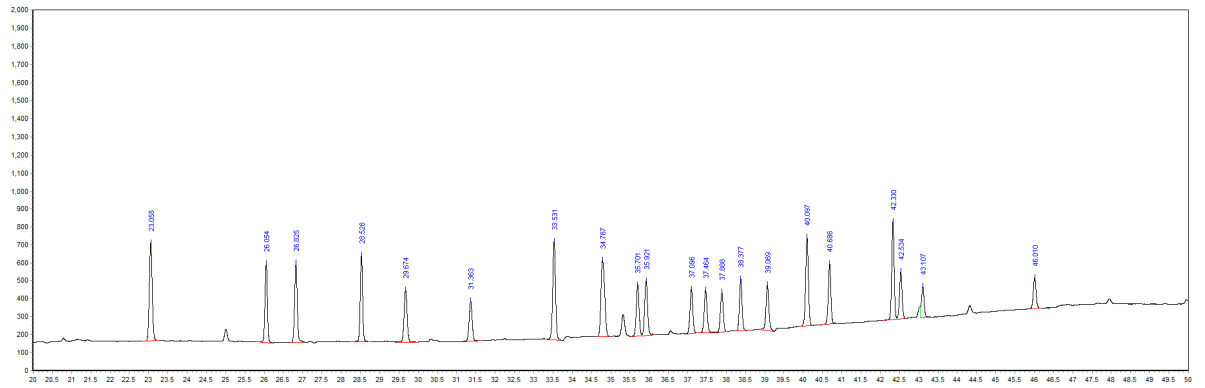


图 3.牛奶样品加标 40.0ng/g 图谱

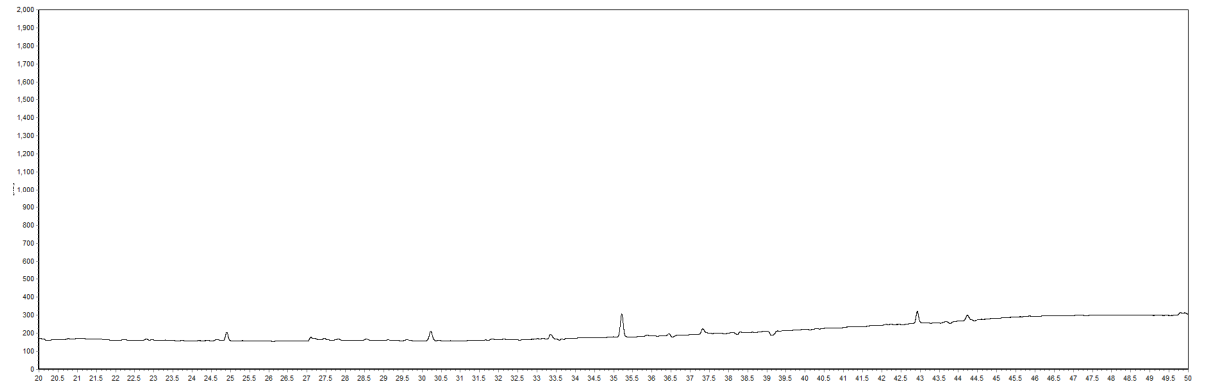
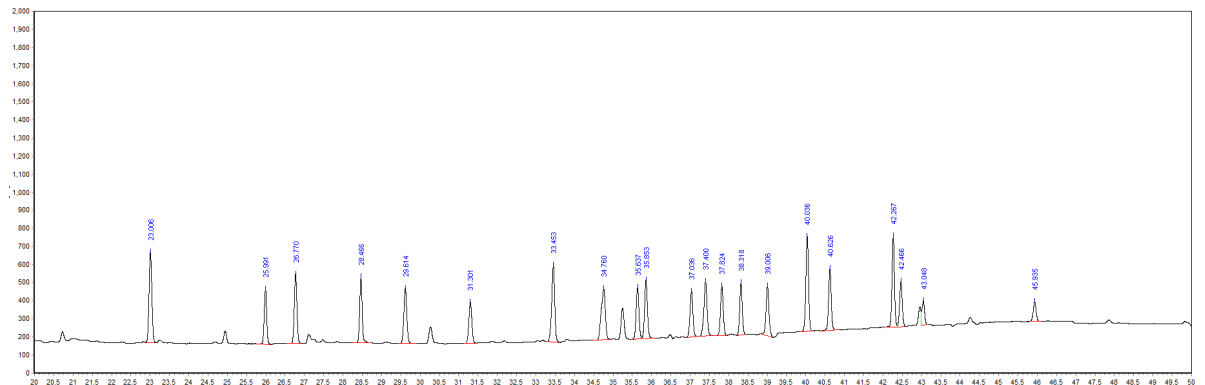


图 4.奶粉样品空白图谱



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

图 5.奶粉样品加标 40.0ng/g 图谱

表 2：加标回收率

分类	加标水平 ng/g	牛奶		奶粉	
		回收率/%	RSD (n=2) /%	回收率/%	RSD (n=2) /%
$\alpha$ -666	40	81.06%	5.90	77.46%	2.97
六氯苯		88.28%	3.26	87.49%	1.68
$\beta$ -666		79.14%	7.08	77.77%	0.70
$\gamma$ -666		84.89%	7.82	88.05%	2.50
五氯硝基苯		72.49%	6.88	80.65%	5.42
$\delta$ -666		66.32%	6.99	79.13%	6.25
七氯		97.50%	9.13	93.43%	4.93
艾氏剂		79.32%	8.32	84.79%	7.74
顺式环氧七氯		70.56%	3.10	78.03%	8.25
反式环氧七氯		71.57%	2.58	79.69%	8.68
反式氯丹		69.23%	1.73	83.13%	8.52
$\alpha$ -硫丹		63.58%	3.04	103.91%	7.70
顺式氯丹		62.11%	1.23	89.45%	7.82
狄氏剂		72.91%	5.73	78.26%	6.70
p,p'-DDE		75.73%	1.82	95.81%	7.20
异狄氏剂		71.99%	2.05	86.21%	8.88
$\beta$ -硫丹		76.02%	8.16	87.08%	8.58
p,p'-DDD		79.87%	8.22	97.69%	9.31
o,p'-DDT		76.23%	0.30	88.06%	6.94
硫丹硫酸盐		100.68%	6.49	96.47%	6.95
p,p'-DDT	87.54%	2.39	69.48%	5.72	

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
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*0.25um
00823-00002	GPC 凝胶色谱柱	Welch Bio-Beads SX3 400*25mm
00826-MW002M0X XTZVC	22 种有机氯标准品	六氯苯 118-74-1 α-BHC 319-84-6 五氯硝基苯 82-68-8 γ-BHC 58-89-9 β-BHC 319-85-7 七氯 76-44-8 δ-BHC 319-86-8 艾氏剂 309-00-2 氧 化氯丹 27304-13-8 顺式环氧七氯 1024-57-3 反 式环氧七氯 28044-83-9 反式氯丹 5103-74-2 顺 式氯丹 5103-71-9 α-硫丹 959-98-8 p,p'-DDE 72-55-9 狄氏剂 60-57-1 异狄氏剂 72-20-8 o,p'-DDT 789-02-6 p,p'-DDD 72-54-8 β-硫丹 33213-65-9 p,p'-DDT 50-29-3 硫丹硫酸酯 1031-07-8 , 不同浓度 于 甲苯: 异辛烷 (1:1), 1ml

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