

## 1、适用范围

适用于水产品中 11 种（p, p' -DDD 六氯苯、 $\alpha$ -六六六、 $\gamma$ -六六六(林丹)、七氯、 $\delta$ -六六六、环氧七氯（外环氧七氯 B）、p, p' -DDE、安特灵(异狄氏剂)、o, p' -DDT、p, p' -DDT）有机氯的测定（本实验选用样品为龙利鱼）

参考标准：《GB 23200.88-2016 食品安全国家标准 水产品中多种有机氯农药残留量的检测方法》

## 2、溶液的配置

准确量取适量 11 种单标溶液，用丙酮稀释为浓度为 1mg/L 的混合标准使用液。

## 3、提取步骤

称取 5g 样品于 50ml 具塞离心管中，加入 5g 无水硫酸钠，加入 20 mL 乙腈，充分摇匀并超声提取 30min；再加入 2\*20mL 乙腈提取两次。上清液合并于旋转蒸发瓶中，40℃浓缩至干，加入 5mL 正己烷溶解残渣，待净化。

## 4、净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Florisil PR，规格：1000 mg/6mL。

活化：5mL 正己烷，弃去；

上样：待净化液全部上样，收集流出液于 100mL 鸡心瓶中；

淋洗：10mL 正己烷，收集流出液于 100mL 鸡心瓶中；

洗脱：10mL 10%丙酮/正己烷，收集流出液于 100mL 鸡心瓶中；

35℃旋蒸至干，用丙酮定容至 2ml，过 0.22 $\mu$ m 有机系滤膜后上 GC 检测。

## 5、注意事项

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

- 1) SPE 净化过程中需保持 SPE 小柱湿润。
- 2) 整个 SPE 净化过程流速不宜过快，保持在 1-2mL/min 为宜。
- 3) 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。
- 4) 国标上要求的提取方法为丙酮-石油醚（2-8）索氏提取，此处改为乙腈浸泡超声提取，SPE 小柱净化，简化了提取方法，提高了净化效果。

## 6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	WM-5MS, 30.0m×0.25mm×0.25μm
进样口温度	220℃
检测器（ECD）温度	300℃
载气	N <sub>2</sub> , 尾吹气流速：60mL/min;
进样方式	不分流进样
载气流量	1.6mL/min
进样量	5μL
升温程序	60℃保持 0.3min, 60℃/min 升到 180℃, 保持 2min, 10℃/min 升到 230℃, 保持 2min; 2℃/min 升到 260℃, 保持 11.5min; 20℃/min 升到 270℃, 保持 4min;

## 7、色谱图或者加标回收率结果

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

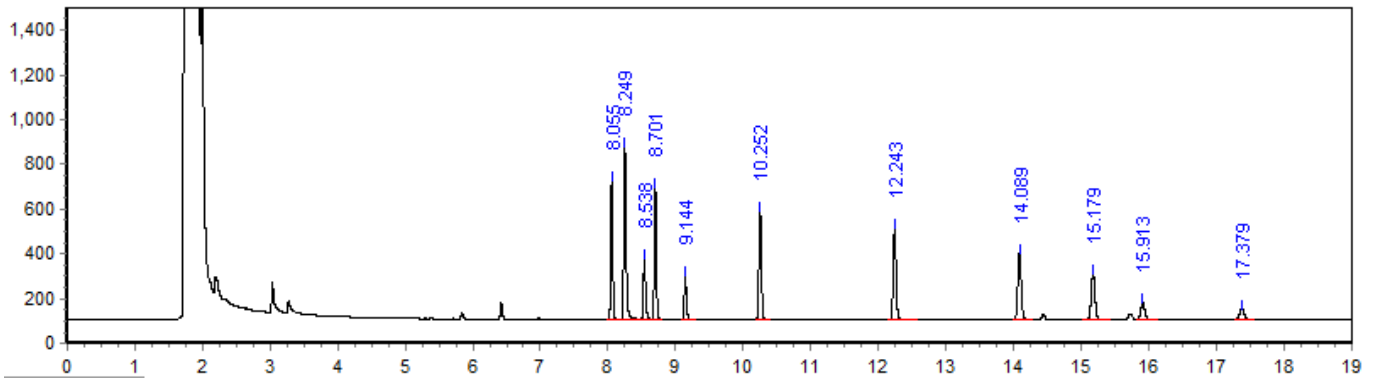


图 1.11 种有机氯标准品 0.1mg/L 图谱

表 1：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间	峰高 /Hz	峰面积 /[Hz*s]	相对峰面积	分离度	塔板数
1	六氯苯	8.055	620.18	1244.2	9.7088	14.407	380224
2	$\alpha$ -六六六	8.249	770	1916.03	14.9513	3.433	291162
3	$\beta$ -六六六	8.538	272.99	636.67	4.9681	4.813	335264
4	$\gamma$ -六六六	8.701	590.41	1218.65	9.5095	2.9	416053
5	七氯	9.144	197.56	441.15	3.4424	8.108	431422
6	$\delta$ -六六六	10.252	484.78	1247.18	9.732	1.893	380458
7	环氧七氯	12.243	414.27	1255.1	9.7939	3.349	397321
8	p, p'-DDE	14.089	300.29	1070.54	8.3537	2.135	375084
9	异狄氏剂	15.179	210.25	828.82	6.4675	7.39	358909
10	o, p'-DDT	15.913	78.73	340.06	2.6536	1.607	333352
11	p, p'-DDT	17.379	50.01	238.96	1.8646	1.317	336028

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

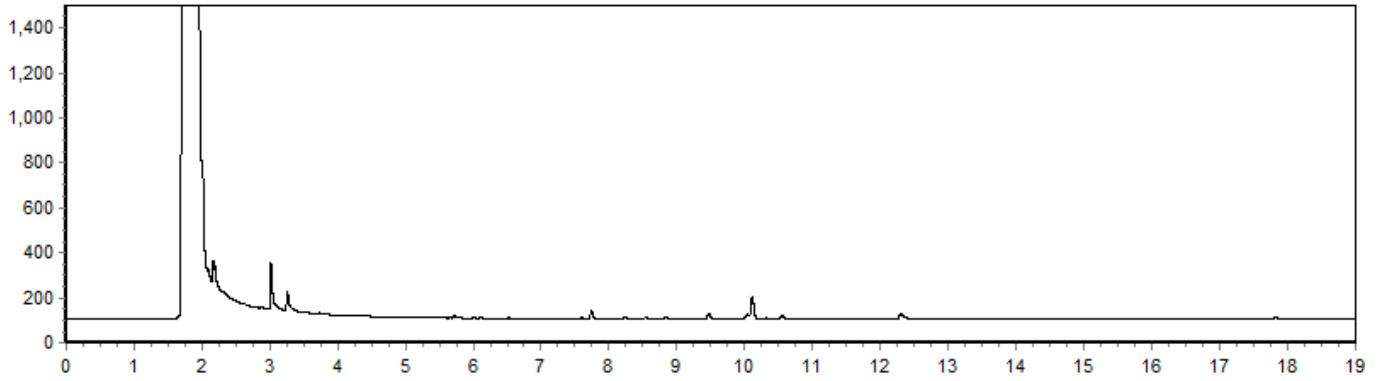


图 2.鱼肉样品空白图谱

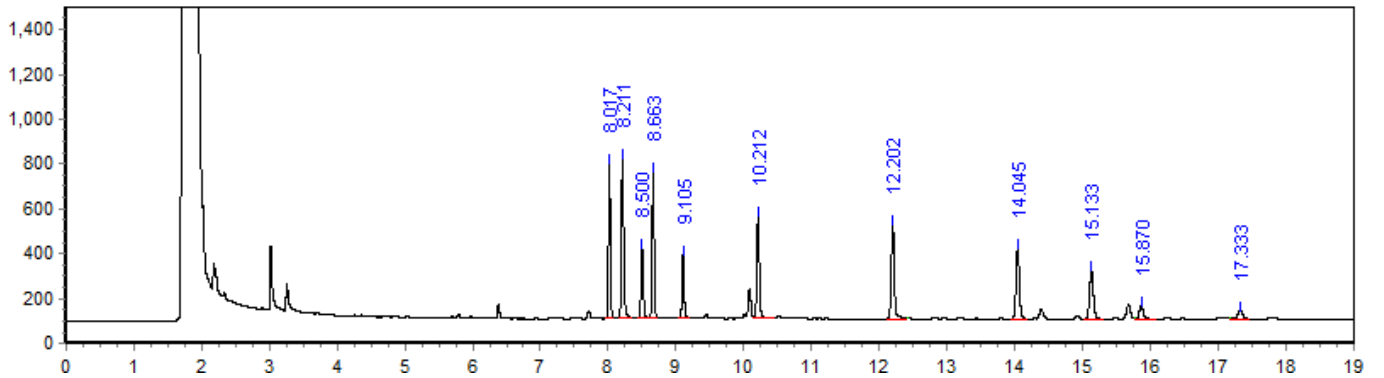


图 3.鱼肉加标 40.0ng/g 图谱

表 2：加标回收率

分类	加标水平 ng/g	回收率/%	RSD (n=2) /%
六氯苯	40	115.80%	4.78
α-六六六		95.10%	5.85
β-六六六		121.80%	6.82
γ-六六六		119.50%	6.88
七氯		137.80%	0.84
δ-六六六		100.20%	2.97
环氧七氯		111.20%	4.51
p, p' -DDE		110.10%	4.79
异狄氏剂		108.80%	3.87
o, p' -DDT		79.20%	0.01
p, p' -DDT		86.70%	0.33

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
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
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
03904-22001	气相色谱柱	WM-5 MS 30m*0.25mm*0.25um
00516-20007	SPE 小柱	Florisil PR, 1000mg/6mL 30pk
00826-D007S100ANVC	o, p' -DDT 标准品	CAS No. :789-02-6, 100μg/ml 于 乙腈, 1. 1ml
00826-D008S01MANVC	p, p' -DDD 标准品	CAS No. :72-54-8, 1000μg/ml 于 乙腈, 1. 1ml
00826-D010S01MMEVC	p, p' -DDE 标准品	CAS No. :72-55-9, 1000μg/ml 于 甲醇, 1. 1ml
00826-D011S100MEVC	p, p' -DDT 标准品	CAS No. :50-29-3, 100μg/ml 于 甲醇, 1. 1ml
00826-E010S01MMEVC	安特灵(异狄氏剂)标准品	CAS No. :72-20-8, 1000μg/ml 于 甲醇, 1. 1ml
00826-H006S01MMEVC	α-六六六标准品	CAS No. :319-84-6, 1000μg/ml 于 甲醇, 1. 1ml
00826-H008S01MACVC	δ-六六六标准品	CAS No. :319-86-8, 1000μg/ml 于 正己烷, 1ml
00826-H009S100MEVC	γ-六六六(林丹)标准品	CAS No. :58-89-9, 100μg/ml 于 甲醇, 1. 1ml
00826-H010S100MEVC	七氯标准品	CAS No. :76-44-8, 100μg/ml 于 甲醇, 1. 1ml
00826-H012S01MANVC	环氧七氯(外环氧七氯B)标准品	CAS No. :1024-57-3, 1000μg/ml 于 乙腈, 1. 1ml
00826-H017S100MEVC	六氯苯标准品	CAS No. :118-74-1, 100μg/ml 于 甲醇, 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