

## 食品中 21 种有机氯残留量的测定 GB23200.86 -2016

### 1、适用范围

适用于食品中 21 种有机氯残留量的测定（本实验采用牛奶为样品）

参考标准：《GB23200.86-2016 食品安全国家标准 入及乳制品中多种有机氯农药残留量的测定 气相色谱-质谱法》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准工作液 10 $\mu$ g/mL：准确移取 1mL 标准贮备液，用正己烷稀释并定容至 10mL，冷藏保存。
- 2) 二氯甲烷-正己烷（95-5）：量取二氯甲烷 950mL，正己烷 50mL，混匀。
- 3) 丙酮-正己烷（1-1）：量取 100mL 丙酮，100mL 正己烷，混匀。

### 3、提取步骤

称取 10g 样，加入 10mL 丙酮-正己烷（1-1），涡旋超声 10min，再加入 10mL 丙酮-正己烷（1-1），5g 氯化钠，涡旋，超声 10min，并离心 8000r/min（5min），准确移取上清液 10mL 置于鸡心瓶中，40 $^{\circ}$ C 水浴减压至近干，加入 5mL 二氯甲烷-正己烷（95-5）待净化。

### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom<sup>®</sup> Florisil PR 规格：1000mg/6mL。

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：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

活化：10mL 二氯甲烷-正己烷（95-5），弃去

上样：待净化液，收集

洗脱：20mL 二氯甲烷-正己烷（95-5），收集于鸡心瓶中，并压干。

复溶：40℃旋转蒸发至近干，用 1mL 正己烷复溶，待检测。

## 5、注意事项

- 1) 加标水平：10g 样中加入 0.2 mL 10 $\mu$ g/mL，最后定容至 1mL，该加标水平为 0.2mg/kg，机读数为 1 $\mu$ g/mL。
- 2) 若离心后，取不了 10mL 上清液，则摇匀后，再次离心。

## 6、色谱条件

### 6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS 30m*0.25mm, 0.25 $\mu$ m
进样口温度	250℃
升温程序	初始柱温 55℃，保持 1min；以 40℃/min 升温至 140℃，保持 5min；再以 2℃/min 升温至 210℃；再以 10℃/min 升温至 280℃，保持 10min
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	无分流进样
恒流模式	1.2mL/min
进样量	1 $\mu$ L

### 6.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源（EI）
------	-------------

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: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

电离能量	70eV
传输线温度	250°C
离子源温度	230°C
四极杆温度	150°C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
溶剂延迟	15min

## 7、色谱图或者加标回收率结果

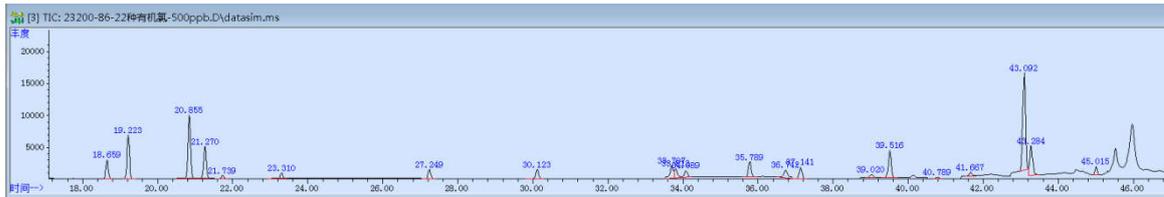


图 1 22 种有机氯混标标准品 1µg/mL 图谱

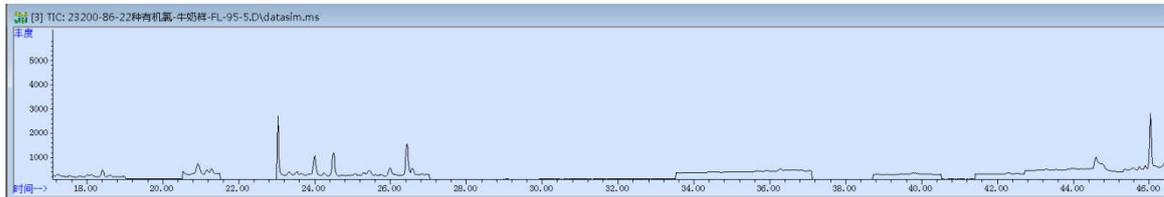


图 2 牛奶样过柱图谱

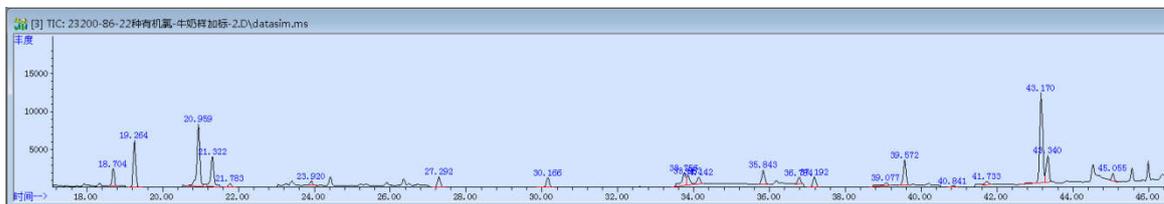


图 3 .牛奶样加标 0.2mg/kg 过柱图谱

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:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 2. 回收表

	名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD%
1	$\alpha$ -666	0.2	78.33%	3.62%
2	六氯苯		92.87%	2.82%
3	$\beta$ -666		87.48%	1.87%
4	$\gamma$ -666		78.55%	5.19%
5	五氯硝基苯		103.99%	2.28%
6	$\delta$ -666		101.79%	10.30%
7	七氯		95.71%	4.44%
8	艾氏剂		87.42%	4.29%
9	顺式环氧七氯		85.06%	3.10%
10	氧氯丹		83.51%	8.53%
11	反式环氧七氯		72.94%	2.91%
12	反式氯丹		80.80%	4.73%
13	$\alpha$ -硫丹		75.83%	4.33%
14	顺式氯丹		78.07%	4.24%
15	狄氏剂		79.04%	9.72%
16	p,p'-DDE		78.56%	4.19%
17	异狄氏剂		75.05%	7.00%
18	$\beta$ -硫丹		68.14%	1.71%
19	p,p'-DDD		72.22%	2.75%
20	o,p'-DDT		82.82%	7.07%
21	硫丹硫酸盐		86.57%	2.97%

## 8、相关产品信息

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:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

货号	名称	规格
00516-20007	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR,1000mg/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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30m*0.25mm, 0.25 $\mu$ m
00826-MW002M0 XXTZVC	22种有机氯混标胺标准品	六氯苯 118-74-1 $\alpha$ -BHC 319-84-6 五氯硝基苯 82-68-8 $\gamma$ -BHC 58-89-9 $\beta$ -BHC 319-85-7 七氯 76-44-8 $\delta$ -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 $\alpha$ -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 $\beta$ -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: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com