

## 1、适用范围

适用于西洋参中 7 种（六氯苯、七氯、五氯硝基苯、环氧七氯、反式氯丹、顺式氯丹、氧化氯丹）有机氯的测定。

参考标准：《中国药典 2020 版-西洋参-P136》

## 2、溶液的配置

准确移取适量单标，混合并用丙酮稀释至浓度为 10ppm；

90%硫酸：将 9mL 硫酸加入 1mL 水中；

## 3、提取步骤

称取 5 g 样品于 250 mL 具塞锥形瓶中，加入 30 mL 水，振摇 10 min；加入 50 mL 丙酮，称定重量，超声提取 30 min，冷却至室温后用丙酮补足减少的重量；加入 8 g 氯化钠，25 mL 二氯甲烷，称定重量，超声提取 15 min，冷却至室温后用二氯甲烷补足减少的重量；将大约 30 mL 提取液转移至离心管中，3000 r/min 离心 3 min，使完全分层，将有机相转移至装有适量无水硫酸钠的离心管中，放置 30min。精密量取 15 mL 上清液于 40℃ 旋转蒸发至近干，再加入 5 mL 正己烷旋蒸至近干，用正己烷将残渣转移至 5 mL 容量瓶中，定容至刻度。

将溶液转移至离心管中，缓慢加入 1 mL 90%硫酸，涡旋混匀 1 min，3000 r/min 离心 10 min；取出上清液，加入 1 mL 水，振摇，取上清液过滤膜后上机。

## 4、注意事项

- 1) 加标水平：5g 样中，添加 0.1mL 10mg/L 标准使用液，得到加标水平为 0.2 mg/kg。最终定容到 5mL，机读数为 0.04mg/L。

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、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	不分流
载气流量	1.1mL/min
进样量	1μL
升温程序	60℃保持 0.3min, 60℃/min 升到 170℃; 10℃/min 升到 220℃, 保持 10min; 1℃/min 升到 240℃, 15℃/min 升到 280℃, 保持 5min;

## 6、色谱图或者加标回收率结果

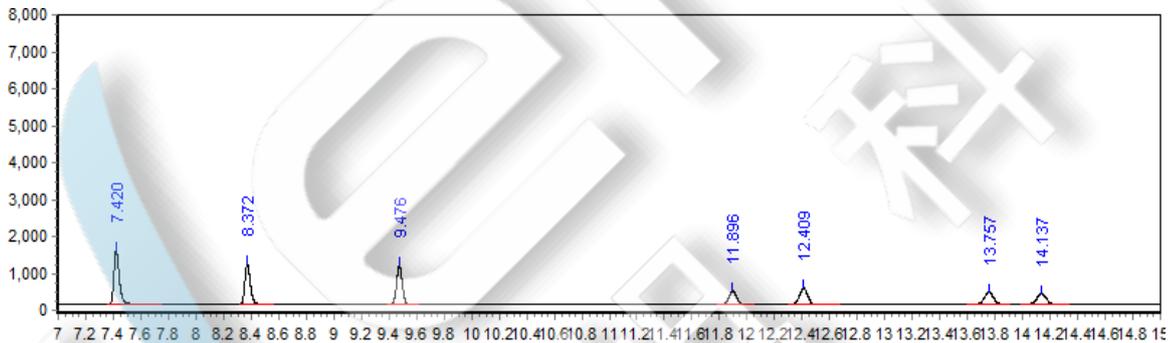


图 1. 7 种有机氯标准品 0.04 mg/L 图谱

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	六氯苯	7.42	1463.4	4061.03	24.3674	2.759	189202
2	五氯硝基苯	8.372	1101.64	3084.69	18.509	1.085	220554
3	七氯	9.476	1063.25	3037.92	18.2284	2.248	258563
4	氧化氯丹	11.896	377.15	1507.23	9.0438	2.643	205865

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	环氧七氯	12.409	446.03	1869.41	11.217	1.972	208235
6	反式氯丹	13.757	333.89	1604.44	9.6271	4.004	189312
7	顺式氯丹	14.137	298.65	1501.12	9.0071	2.953	184621

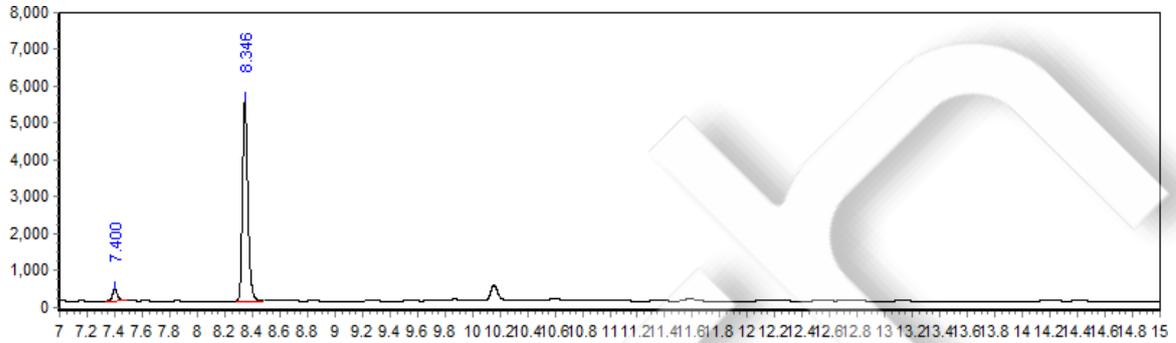


图 2.西洋参样品空白图谱

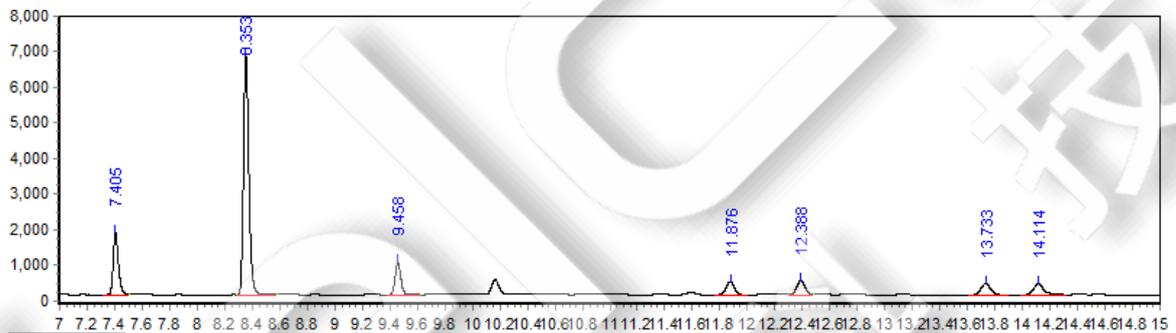


图 3.西洋参样品加标 0.2 mg/kg 图谱

表 2：加标回收率

分类	加标水平 mg/kg	回收率/%	RSD/%
六氯苯	0.2	99.12%	6.87%
五氯硝基苯		-	-
七氯		92.63%	5.70%
氧化氯丹		104.02%	4.53%
环氧七氯		89.10%	0.33%
反式氯丹		105.24%	5.37%
顺式氯丹		111.24%	1.85%

表 3：物质含量表

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

物质	目标物	含量 (mg/kg)
西洋参	六氯苯	0.040
	五氯硝基苯	0.960
	七氯	未检出
	氧化氯丹	未检出
	环氧七氯	未检出
	反式氯丹	未检出
	顺式氯丹	未检出

## 7、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
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
00826-Q005S01MANVC	五氯硝基苯标准品	CAS No.:82-68-8,1000μg/ml 于 乙腈,1.1ml
00826-C019P010	顺式氯丹标准品	CAS No.:5103-71-9, 10mg
00826-C020S100CHVC	氧化氯丹标准品	CAS No.:27304-13-8,100μg/ml 环己烷,1.1ml
00826-C021S100CHVC	反-氯丹(γ)标准品	CAS No.:5103-74-2,100μg/ml 环己烷,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