

纺织新技术书库

棉花中农药

残留检测技术

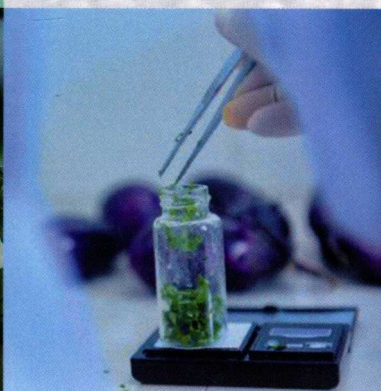
MIANHUA ZHONG NONGYAO
CANLIU JIANCE JISHU

谢文 董锁拽◎主 编

黄超群 潘璐璐◎副主编

NEW

TEXTILES



中国纺织出版社

||| 纺织新技术书库 |||

棉花中农药残留检测技术

谢 文 董锁拽 主 编
黄超群 潘璐璐 副主编



中国纺织出版社

内 容 提 要

《棉花中农药残留检测技术》是国家质量监督检验检疫总局公益课题“质检公益性专项201110041《进出口棉花中农残检测及国际贸易技术壁垒应对体系研究》”研究成果的结晶。

本书的主要内容是自主研究的科研成果,同时还吸纳了国内外在棉花、纺织品中农药残留检测方法的最新文献报道。全书共分八章,包括有机氯类农药、有机磷类农药、拟除虫菊酯类、烟碱类农药、苯氧羧酸类农药、氨基甲酸酯、草甘膦及其代谢物、植物生长调节剂等。通过课题研究解决了棉花中农药残留检测问题,重点介绍了样品提取和净化的前处理技术,并介绍了每个前处理方法的关键控制点,以方便读者掌握技术,尽快应用到日常工作。

本书适用于棉花检测及贸易相关从业者和研究人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

棉花中农药残留检测技术 / 谢文, 董锁拽主编. —
北京: 中国纺织出版社, 2017.3
(纺织新技术书库)
ISBN 978-7-5180-3226-6

I. ①棉… II. ①谢… ②董… III. ①棉花—农药残留—残留量测定 IV. ①S481

中国版本图书馆CIP数据核字(2017)第018211号

策划编辑: 符 芬 责任编辑: 朱利锋 责任校对: 楼旭红
责任设计: 何 建 责任印制: 何 建

中国纺织出版社出版发行
地址: 北京市朝阳区百子湾东里A407号楼 邮政编码: 100124
销售电话: 010—67004422 传真: 010—87155801
<http://www.c-textilep.com>
E-mail: faxing@c-textilep.com
中国纺织出版社天猫旗舰店
官方微博<http://weibo.com/2119887771>
北京教图印刷有限公司印刷 各地新华书店经销
2017年3月第1版第1次印刷
开本: 710×1000 1/16 印张: 9.25
字数: 154千字 定价: 68.00元

凡购本书, 如有缺页、倒页、脱页, 由本社图书营销中心调换

序

中国是世界上最大的纺织制造业大国，也是最大的棉花消耗国。棉花是世界上使用农药最多的农作物之一，其作为我国目前最重要的进口商品之一，大部分来自美国、澳大利亚等农业现代化国家，这些国家在种植、采摘过程中都喷洒大量农药，特别是剧毒农药。进口棉花的安全卫生质量尤其是棉花中的农药残留对我国纺织工人的安全、纺织产品的质量，继而对我国的环境都具有十分重大的影响。

在当前世界贸易组织（WTO）框架下，越来越多的国家和地区采用技术性贸易措施来保护本国的经济利益和国家生态安全。为适应我国进出口贸易需要，保护我国纺织行业健康有序发展，更好地履行检验检疫“国门卫士”职责，浙江省出入境检验检疫局承担国家质检公益性专项“进出口棉花中农残检测及国际贸易技术壁垒应对体系研究”课题。课题对棉花生产周期、使用农药种类、全球棉花主产区分布、各产区气候特点、各产区棉花产量都进行了详细研究；对棉花普遍使用的有机氯类、有机磷类、拟除虫菊酯类、烟碱类、苯氧羧酸类、氨基甲酸酯、草甘膦及其代谢物、植物生长调节剂八大类农药进行了检测筛选，为我国设置进口棉花贸易措施提供了非常重要的基础数据，具有十分重要的科学和现实意义。

本书详细介绍了近百种农药残留检测方法，该书的出版不仅有利于棉花质量检验检疫工作者更好地执行标准、统一技术、提高执法水平，同时对棉花生产行业、进出口贸易从业人员、棉纺企业、纺织大专院校以及科研单位都有一定的参考意义和实用价值。



2017年1月

前 言

棉花是目前世界上用量最大的单纤维品种，中国又是最大的棉花消耗国，我国每年进口棉花达500万~700万吨，其中，大部分来自美国、澳大利亚等国家，这些国家种植棉花采用机械化，需要喷洒大量剧毒农药，至此，进口棉花质量直接关系到我国纺织行业及纺织工人的质量安全。为适应我国进出口贸易发展需要，保护我国纺织行业生态安全，更好地履行进出口棉花检验检疫工作，由浙江省出入境检验检疫局丝类检测中心和浙江省检验检疫科学技术研究院共同编写了《棉花中农药残留检测技术》这本书。

本书是国家质量监督检验检疫总局公益性专项“进出口棉花中农残检测及国际贸易技术壁垒应对体系研究”研究成果的结晶。本书详细介绍了八大类近百种农药的棉花农药残留检测方法，大部分内容是自主研究的科研成果，同时还吸纳了国内外在棉花、纺织品中农药残留检测方法的最新文献报道。

全书共分八章，包括有机氯类农药、有机磷类农药、拟除虫菊酯类、烟碱类农药、苯氧羧酸类农药、氨基甲酸酯、草甘膦及其代谢物、植物生长调节剂等。其中，第一章由黄超群、谢文、童贇恺编写；第二章由黄超群、潘璐璐、张文华编写；第三章由黄超群、谢文、张文华编写；第四章由谢文、侯建波、钱艳编写；第五章由黄超群、赵栋、黄雷芳编写；第六章由黄超群、任莹、张文华编写；第七章由黄超群、潘璐璐、吴娟编写；第八章由谢文、潘璐璐、史颖珠编写；全书由谢文、黄超群统稿。

本书重点介绍了各类棉花农药残留检测方法中样品提取和净化的前处理技术，并介绍了每个前处理方法的关键控制点，以方便读者掌握技术，尽快应用到棉花农药残留检测的日常工作中。本书也可供从事纺织行业的大专院校、科研院所相关人员参考。

由于编者水平有限，书中若有错误和不妥之处，恳请读者批评指正！

编者

2016年12月

目 录

1	棉花中有机氯类农药残留检测技术	1
1.1	概述	1
1.2	棉花中有机氯类农药残留的自主研究检测技术（一）	5
1.3	棉花中有机氯类农药残留的自主研究检测技术（二）	9
1.4	其他文献发表有关棉花中有机氯类农药残留量的检测范例	12
	参考文献	18
2	棉花中有机磷类农药残留检测技术	19
2.1	概述	19
2.2	棉花中有机磷类农药残留的自主研究检测技术	26
2.3	其他文献发表有关棉花中有机磷类农药残留量的检测范例	34
	参考文献	40
3	棉花中拟除虫菊酯类农药残留检测技术	41
3.1	概述	41
3.2	棉花中拟除虫菊酯类农药残留的自主研究检测技术	45
3.3	其他文献发表有关棉花中拟除虫菊酯类农药残留量的检测范例	50
	参考文献	54
4	棉花中烟碱类农药残留检测技术	55
4.1	概述	55
4.2	棉花中烟碱类农药残留的自主研究检测技术	57
4.3	其他文献发表有关棉花中烟碱类农药残留量的检测范例	68
	参考文献	73
5	棉花中苯氧羧酸类农药残留检测技术	75
5.1	概述	75

5.2	棉花中苯氧羧酸类农药残留的自主研究检测技术	78
5.3	其他文献发表有关棉花中苯氧羧酸类农药残留量的检测范例	85
	参考文献	95
6	棉花中氨基甲酸酯类农药残留检测技术	96
6.1	概述	96
6.2	棉花中氨基甲酸酯类农药残留的自主研究检测技术	100
6.3	其他文献发表有关棉花中氨基甲酸酯类农药残留量的检测范例	108
	参考文献	111
7	棉花中草甘膦及其代谢物残留检测技术	112
7.1	概述	112
7.2	棉花中草甘膦及其代谢物残留的自主研究检测技术	113
7.3	其他文献发表有关草甘膦及其代谢物残留的检测范例	120
	参考文献	126
8	棉花中植物生长调节剂类农药残留检测技术	127
8.1	概述	127
8.2	棉花中植物生长调节剂类农药残留的自主研究检测技术	129
8.3	其他文献发表有关棉花中生长调节剂类农药残留量的检测范例	133
	参考文献	139

1 棉花中有机氯类农药残留检测技术

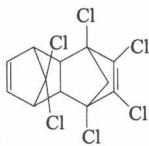
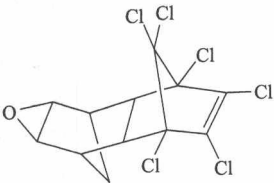
1.1 概述

有机氯农药（Organochlorine pesticide）是组成成分中含有氯元素，用于防治植物病、虫害的有机化合物。主要分为以环戊二烯为原料和以苯为原料两大类。前者如杀虫剂六六六和DDT（滴滴涕），杀螨剂三氯杀螨醇、三氯杀螨砒等，杀菌剂百菌清、五氯硝基苯、道丰宁等；后者如作为杀虫剂的七氯、氯丹、艾氏剂等，其中，六六六、DDT、艾氏剂等农药国家已明令禁止使用。

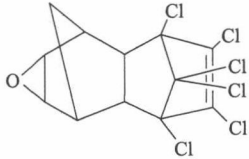
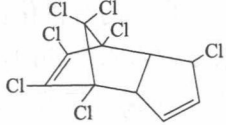
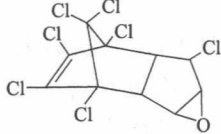
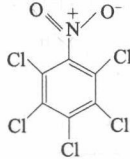
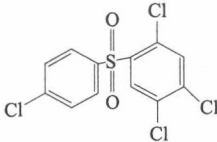
1.1.1 有机氯类农药的分子结构及理化性质

有机氯农药大多脂溶性强，水中溶解度低于1mg/kg；挥发性小，氯苯架构稳定，不易被体内酶降解，使用后降解缓慢。环境中的残留农药会通过生物富集和食物链的作用进一步得到富集和扩散，危害生物。即使是土壤微生物作用的产物也像亲体一样存在着残留毒性，如DDT经还原生成DDD，经脱氯化氢后生成DDE。表1-1所示为17种有机氯农药的理化性质、CAS、分子式及结构式。

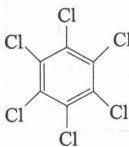
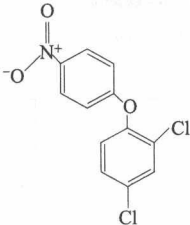
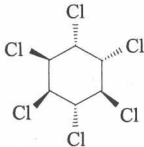
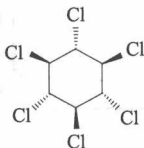
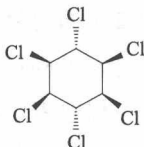
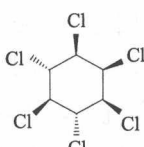
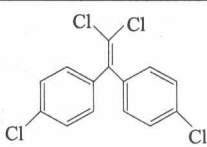
表1-1 17种有机氯农药的理化性质、CAS、分子式、相对分子质量及结构式

化合物	理化性质	CAS	分子式	相对分子质量	结构式
艾氏剂 (Aldrine)	为白色无臭结晶，不溶于水，溶于乙醇、苯、丙酮等多数有机溶剂	309-00-2	$C_{12}H_8Cl_6$	364.93	
狄氏剂 (Dialdrine)	为白色无臭晶体，不溶于水，溶于丙酮、苯和四氯化碳等有机溶剂，高毒性	60-57-1	$C_{12}H_8Cl_6O$	380.9	

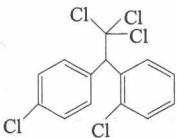
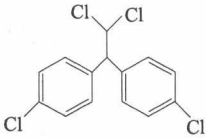
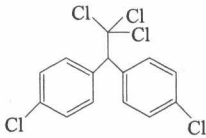
续表

化合物	理化性质	CAS	分子式	相对分子质量	结构式
异狄氏剂 (Endrin)	为液体状, 不溶于水, 难溶于醇、石油烃, 溶于苯、二甲苯	72-20-8	$C_{12}H_8Cl_6O$	380.90	
七氯 (Heptachlor)	有樟脑气味的无色晶体, 挥发性较大, 不溶于水。对光、湿气、酸、碱、氧化剂均稳定	76-44-8	$C_{10}H_3Cl_7$	373.32	
环氧七氯 (Heptachlor epoxide)	水中溶解度为 0.35mg/L, 辛醇-水系数为 4.51 log K_{ow}	1024-57-3	$C_{10}H_3Cl_7O$	389.32	
五氯硝基苯 (Quintozene)	为白色无味晶体, 不溶于水, 溶于有机溶剂, 化学性质稳定, 不易挥发、氧化和分解, 也不易受阳光和酸碱的影响	82-68-8	$C_6Cl_5NO_2$	295.34	
三氯杀螨砜 (Tetradifor)	为无色晶体, 在水中的溶解度为 0.05mg/L (10℃), 0.08mg/L (20℃), 易溶于丙酮、苯、氯仿、环己酮、甲苯、二甲苯等有机溶剂, 性质稳定, 甚至在强酸、碱环境中, 对光、热稳定, 抗强氧化剂	116-29-0	$C_{12}H_6Cl_4O_2S$	356.05	

续表

化合物	理化性质	CAS	分子式	相对分子质量	结构式
六氯苯 (Hexachlorobenzene)	为无色的晶状固体, 难溶于水, 在水中的溶解度为 $5\mu\text{g/L}$; 微溶于乙醇, 溶于热的苯、氯仿、乙醚	118-74-1	C_6Cl_6	284.78	
除草醚 (Nitrofen)	为淡黄色针状结晶, 工业品为黄棕色或棕褐色粉末。难溶于水, 易溶于乙醇、醋酸等	1836-75-5	$\text{C}_{12}\text{H}_7\text{Cl}_2\text{NO}_3$	284.09	
α -六六六 (Alpha-BHC)	为白色晶体, 溶于苯, 微溶于氯仿, 不溶于水	319-84-6	$\text{C}_6\text{H}_6\text{Cl}_6$	290.83	
β -六六六 (Beta-BHC)	为白色晶体, 微溶于乙醇、苯和氯仿, 不溶于水	319-85-7	$\text{C}_6\text{H}_6\text{Cl}_6$	290.83	
γ -六六六 (Gamma-BHC)	在常温下水中的溶解度为 10mL/L , 溶于丙酮、氯仿、芳香烃, 微溶于石油醚	58-89-9	$\text{C}_6\text{H}_6\text{Cl}_6$	290.83	
δ -六六六 (Delta-BHC)	为白色至浅黄色结晶或粉末, 易溶于乙醚、苯和丙酮, 溶于乙醇和氯仿, 不溶于水	319-86-8	$\text{C}_6\text{H}_6\text{Cl}_6$	290.83	
p, p' -滴滴伊 (p, p' -DDE)	为白色结晶, 溶于多数有机溶剂	72-55-9	$\text{C}_{14}\text{H}_8\text{Cl}_4$	318.03	

续表

化合物	理化性质	CAS	分子式	相对分子质量	结构式
<i>o, p'</i> -滴滴涕 (<i>o, p'</i> -DDT)	闪点为11° C, 可燃, 燃烧产生有毒 氯化物烟雾, 4° C储存	789-02-6	C ₁₄ H ₉ Cl ₅	354.49	
<i>p, p'</i> -滴滴滴 (<i>p, p'</i> -DDD)	为白色结晶, 溶 于乙醇和四氯化碳	72-54-8	C ₁₄ H ₁₀ Cl ₄	320.04	
<i>p, p'</i> -滴滴涕 (<i>p, p'</i> -DDT)	为无色针状结 晶, 熔点108.5 ~ 109 °C, 沸点 260 °C。易溶于吡 啶及二氧六环。 在100mL溶剂中溶 解度分别为: 丙 酮58g、四氯化碳 45g、氯苯74g、乙 醇2g、乙醚28g。 不溶于水、稀酸和 碱液	50-29-3	C ₁₄ H ₉ Cl ₅	354.5	

1.1.2 国内外有机氯类农药残留检测的技术概况

国内关于棉花中有机氯类农药残留量测定方法的文献很少, 这里介绍一些纺织品、食品和地表水中有机氯类农药残留量测定方法, 可以作为借鉴。

目前检测有机氯类农药残留主要采用高效液相色谱法 (HPLC)、气相色谱—质谱联用 (GC—MS) 法和气相色谱法 (GC)。

张翔等^[1]采用高效液相色谱—二极管阵列检测器测定棉织物中滴滴滴和滴滴涕等9种有机氯农药残留量。棉织物经丙酮—石油醚超声萃取法提取, 提取液浓缩定容后, 采用HPLC法测定。方法检出限小于0.1mg/kg, 回收率在85.5%~99.6%之间。

王明泰等^[2]采用气相色谱—电子捕获检测器 (GC—ECD) 和气相色谱—质谱 (GC—MS) 测定纺织品中艾氏剂、狄氏剂、六氯苯等26种有机氯残留量。纺织品试样经丙酮—正己烷 (1:8, 体积比) 超声波提取, 提取液浓缩定容后, 用GC—ECD或GC—MS测定, 外标法定量。方法检出限小于0.1mg/kg, 回收率在77%~105%之间。

徐建芬^[3]等采用气相色谱—微池电子捕获检测器测定地表水中环氧七氯等8种有机氯农药残留量。水样经正己烷自动脱气萃取仪萃取，用气相色谱法测定。方法检出限小于0.02μg/L，回收率在81.6%~109.6%之间。

刘宏伟^[4]等采用气相色谱—电子捕获检测器（GC—ECD）测定水果蔬菜中8种有机氯农药残留量。样品经乙腈均质提取，提取液浓缩定容后，用GC—ECD测定。方法检出限小于0.9μg/kg，回收率在98.0%~102.5%之间。

杜娟等^[5]采用气相色谱—质谱（GC—MS）测定动物性食品中30种有机氯农药残留量。食品试样经乙腈超声提取，凝胶渗透色谱—固相萃取法（GPC）和Florisil固相萃取小柱净化，净化液定容后，用GC—MS测定。方法检出限小于2.7 μg/kg，回收率在55.0%~119.1%之间。

1.2 棉花中有机氯类农药残留的自主研究检测技术（一）

1.2.1 适用范围

此法适用于棉花中六六六、滴滴涕、六氯苯和五氯硝基苯测定。

1.2.2 方法提要

样品用正己烷—丙酮提取，磺化，气相色谱测定，外标法定量。

1.2.3 试剂材料

正己烷、丙酮均为色谱纯；五氯硝基苯、六氯苯、六六六、滴滴涕标准品信息见表1-2。用正己烷将五氯硝基苯、六氯苯标准品配制为1 000mg/L的标准储备液，0~4℃保存。根据需要用正己烷稀释至适当浓度的标准工作液。

表1-2 标准品信息

化合物	英文名称	CAS号	纯度/浓度	供应商
五氯硝基苯	Quintozene	82-68-8	99%	Dr.Ehrenstorfer GmbH
六氯苯	Hexachlorobenzene	118-74-1	99.5%	Dr.Ehrenstorfer GmbH
α-六六六	Alpha-BHC	—	100mg/L	北京曼哈格生物科技有限公司
β-六六六	Beta-BHC			
γ-六六六	Gamma-BHC			
δ-六六六	Delta-BHC			
p, p'-滴滴伊	p, p'-DDE			

续表

化合物	英文名称	CAS号	纯度/浓度	供应商
<i>o</i> , <i>p'</i> -滴滴涕	<i>o</i> , <i>p'</i> -DDT	—	100mg/L	北京曼哈格生物科技有限公司
<i>p</i> , <i>p'</i> -滴滴涕	<i>p</i> , <i>p'</i> -DDD			
<i>p</i> , <i>p'</i> -滴滴涕	<i>p</i> , <i>p'</i> -DDT			

1.2.4 试样制备

取10g以上有代表性的试样，剪碎至2mm×2mm以下，混匀。

1.2.5 样品前处理

称取均匀样品1.0g（精确至0.01g），置于50mL具塞离心管中，加入20mL正己烷—丙酮（1：1，体积比），振摇提取30min后，以4000r/min离心3min，收集上清液。重复用20mL正己烷—丙酮（1：1，体积比）提取，合并提取液，浓缩至近干，加正己烷溶解，定量转移至10mL离心管中，在40℃以下水浴中用平缓氮气流吹至近干，加0.5mL正己烷定容，再加入3滴浓硫酸磺化，离心后，上清液供气相色谱测定。

1.2.6 仪器设备

安捷伦6890N气相色谱仪，配有电子俘获检测器（ECD）；Agilent HP-1701 色谱柱（30m×0.25mm×0.25μm）；载气：氮气，流速1.0mL/min；进样量：1.0μL；升温程序：60℃（1min） $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 270℃（6min） $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 280℃（2min）；进样口温度：240℃；进样方式：不分流进样；检测器温度：325℃。

1.2.7 方法的线性关系

采用正己烷配制五氯硝基苯、六氯苯、 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、*o*, *p'*-DDT、*p*, *p'*-DDT、*p*, *p'*-DDD、*p*, *p'*-DDE混合标准溶液，质量浓度为0.01μg/mL、0.02μg/mL、0.04μg/mL、0.08μg/mL、0.10μg/mL，分别以各种化合物的峰面积*Y*对质量浓度*X*作图，得到各化合物的标准工作曲线。结果显示，在所测定的质量浓度范围内标准工作曲线具有良好的线性，相关系数均大于0.999（表1-3）。

表1-3 化合物线性关系

化合物	线性方程	相关系数
五氯硝基苯	$Y=4.84 \times 10^2 X - 1.46 \times 10^2$	0.9995
六氯苯	$Y=5.03 \times 10^2 X - 8.56 \times 10$	0.9992
α -六六六	$Y=7.38 \times 10^2 X - 1.26 \times 10^2$	0.9998
β -六六六	$Y=2.50 \times 10^2 X - 7.29 \times 10$	0.9991
γ -六六六	$Y=6.21 \times 10^2 X - 6.02 \times 10$	0.9990
δ -六六六	$Y=5.58 \times 10^2 X - 9.08 \times 10$	0.9995
p, p' -滴滴伊	$Y=4.71 \times 10^2 X - 1.04 \times 10^2$	0.9997
o, p' -滴滴涕	$Y=1.08 \times 10^2 X - 1.05 \times 10^2$	0.9993
p, p' -滴滴滴	$Y=4.65 \times 10^2 X + 5.46 \times 10$	0.9995
p, p' -滴滴涕	$Y=6.15 \times 10 X - 1.13 \times 10$	0.9992

1.2.8 回收率及精密度

在不含待测组分的棉花样品中进行农药的添加回收实验,五氯硝基苯添加水平为0.01mg/kg、0.02mg/kg、0.04mg/kg,其余化合物添加水平均为0.005mg/kg、0.01mg/kg、0.02mg/kg,每个添加水平平行测定6次,由表1-4可见,方法的平均回收率为80.3%~98.8%,方法的平均相对标准偏差(RSD)为3.0%~9.8%。

表1-4 棉花中五氯硝基苯、六氯苯、六六六、滴滴涕等测定的回收率及精密度

项目	平均回收率(%)			相对标准偏差(%)		
添加水平(mg/kg)	0.01	0.02	0.04	0.01	0.02	0.04
五氯硝基苯	86.8	90.8	97.8	7.8	6.3	8.8
添加水平(mg/kg)	0.005	0.01	0.02	0.005	0.01	0.02
六氯苯	80.8	92.7	83.0	9.1	5.5	6.6
α -六六六	85.3	83.1	83.8	5.9	5.9	4.3
β -六六六	94.7	86.8	80.4	7.6	3.7	3.7
γ -六六六	84.9	90.4	95.7	3.0	9.8	5.5
δ -六六六	82.1	80.3	87.9	9.7	4.3	9.6
p, p' -DDE	94.5	81.0	85.7	6.3	3.3	5.4
o, p' -DDT	89.9	86.5	98.8	8.3	3.8	7.1
p, p' -DDD	86.4	92.4	88.7	4.6	9.6	7.1
p, p' -DDT	95.4	94.4	84.8	9.3	4.4	3.9

1.2.9 方法测定低限

本方法对于棉花中五氯硝基苯定量限为0.01mg/kg, 对于六氯苯、 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、*o*, *p*'-DDT、*p*, *p*'-DDT、*p*, *p*'-DDD、*p*, *p*'-DDE定量限均为0.005mg/kg。

1.2.10 色谱图

五氯硝基苯、六氯苯、 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、*o*, *p*'-DDT、*p*, *p*'-DDT、*p*, *p*'-DDD、*p*, *p*'-DDE混合标准溶液色谱图、空白棉花样品及其添加回收样品色谱图分别见图1-1 ~ 图1-3。该方法能满足棉花中上述10种农药的检测。

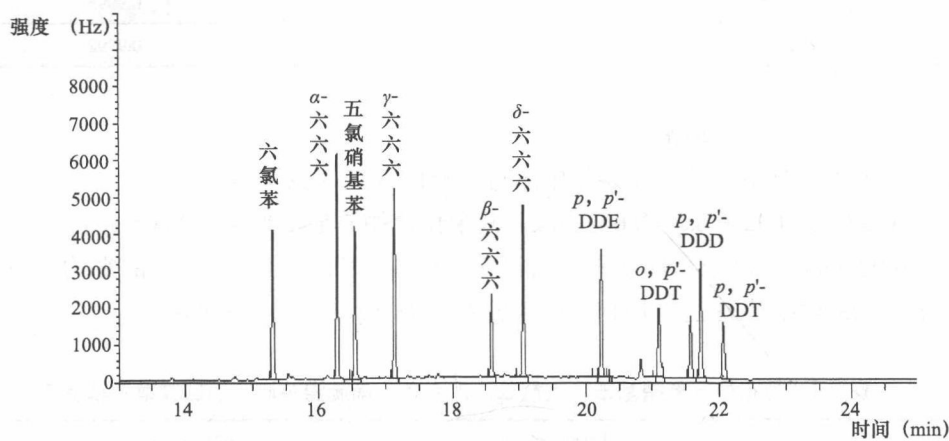


图1-1 六六六、滴滴涕、六氯苯和五氯硝基苯混合标准溶液色谱图 (0.02 μ g/mL)

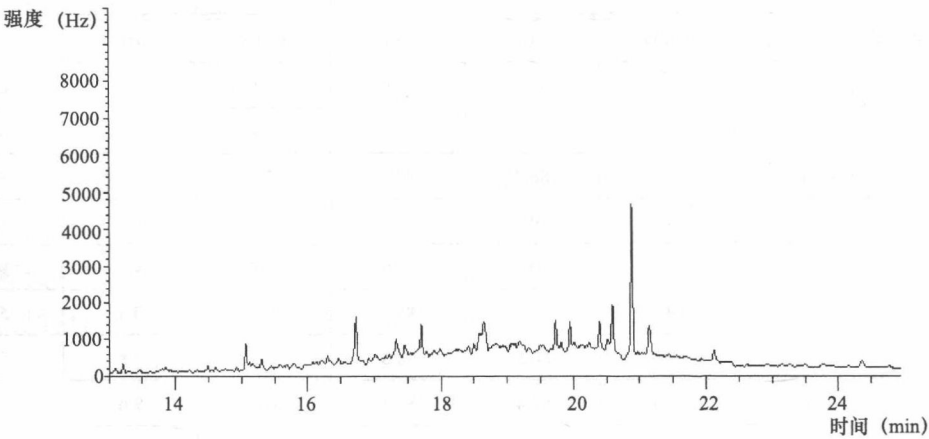


图1-2 空白棉花样品色谱图

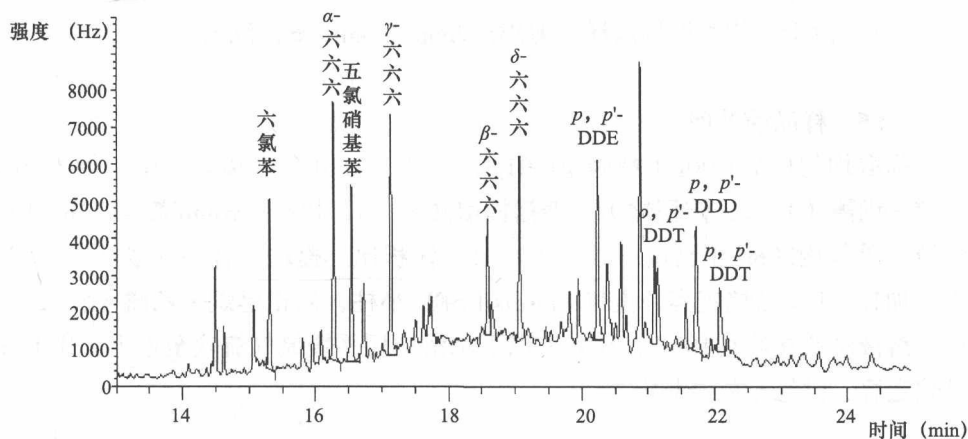


图1-3 空白棉花中添加被测物色谱图 (0.01mg/kg)

1.3 棉花中有机氯类农药残留的自主研究检测技术 (二)

1.3.1 适用范围

此法适用于棉花中艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、七氯和环氧七氯测定。

1.3.2 方法提要

样品用正己烷—丙酮提取，固相萃取柱净化，气相色谱测定，外标法定量。

1.3.3 试剂材料

正己烷、丙酮、乙醚均为色谱纯；艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、七氯和环氧七氯标准品信息见表1-5。用正己烷将标准品配制为1000mg/L的标准储备液，0~4℃保存。根据需要用正己烷稀释至适当浓度的标准工作液。

表1-5 标准品信息

化合物	英文名称	CAS	纯度/浓度	供应商
艾氏剂	Aldrine	309-00-2	99%	Dr.Ehrenstorfer Gmbh
狄氏剂	Dialdrine	60-57-1	97.5%	Dr.Ehrenstorfer Gmbh
异狄氏剂	Endrin	72-20-8	99%	Dr.Ehrenstorfer Gmbh
七氯	Heptachlor	76-44-8	99%	Dr.Ehrenstorfer Gmbh
环氧七氯	Heptachlor epoxide	1024-57-3	99%	Dr.Ehrenstorfer Gmbh

1.3.4 试样制备

取10 g以上有代表性的试样，剪碎至2mm×2mm以下，混匀。

1.3.5 样品前处理

称取均匀样品1.00g（精确至0.01g），置于50mL具塞离心管中，加入20mL正己烷—丙酮（1：1，体积比），振摇提取30min后，以4000r/min离心3min，收集上清液。重复用20mL正己烷—丙酮（1：1，体积比）提取，合并提取液，浓缩至近干，加1.0mL正己烷定容，上LC-Florisil SPE 小柱，用正己烷—乙醚（8：2，体积比）溶液洗脱接收约10mL，在40℃以下水浴中用平缓氮气流吹至近干，用0.5mL正己烷定容，供气相色谱测定。

1.3.6 仪器设备

安捷伦6890N气相色谱仪，配有电子俘获检测器（ECD）；Agilent HP-1701 色谱柱（30m×0.25mm×0.25μm）；载气：氮气，流速1.0mL/min；进样量：1.0μL；升温程序：70℃（1min） $\xrightarrow{15^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 250℃（10min） $\xrightarrow{20^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 280℃（3min）；进样口温度：240℃；进样方式：不分流进样；检测器温度：325℃。

1.3.7 方法线性关系

采用正己烷配制艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、七氯和环氧七氯混合标准溶液，质量浓度为0.01μg/mL、0.02μg/mL、0.04μg/mL、0.08μg/mL、0.10μg/mL，分别以各种化合物的峰面积Y对质量浓度X作图，得到各化合物的标准工作曲线。结果显示，在所测定的质量浓度范围内标准工作曲线具有良好的线性，相关系数均大于0.999（表1-6）。

表1-6 化合物线性关系

化合物	线性方程	相关系数
艾氏剂	$Y=4.54\times10^5X-1.78\times10^2$	0.9994
狄氏剂	$Y=3.76\times10^5X-1.56\times10^2$	0.9997
异狄氏剂	$Y=1.12\times10^5X-2.55\times10^2$	0.9996
七氯	$Y=3.53\times10^5X-1.59\times10^2$	0.9992
环氧七氯	$Y=6.93\times10^4X-1.22\times10^2$	0.9999