

超声波萃取-GPC净化-GC-ECD法测定 鲍鱼不同组织中的多氯联苯

胡红美¹, 郭远明^{1,*}, 孙秀梅¹, 郑元晟², 钟志¹, 陈雪昌¹, 刘琴¹

(1.浙江省海洋水产研究所, 浙江省海水增殖重点实验室, 浙江 舟山 316021;

2.浙江海洋学院东海科学技术学院, 浙江 舟山 316000)

摘要:建立了测定鲍鱼不同组织(肌肉、内脏、整贝)样品中7种多氯联苯(PCBs)的气相色谱电子捕获检测方法(GC-ECD)。样品通过正己烷超声波萃取、凝胶渗透色谱初净化后, 除肌肉部分样品, 已经基本除杂干净, 可直接上机分析; 内脏部分和整贝需经佛罗里硅土固相萃取小柱进一步净化, 再采用GC-ECD法检测, 外标法定量。结果表明: 7种PCBs在1.25~100 $\mu\text{g/L}$ 质量浓度范围内, 组分含量与峰面积呈线性相关, 相关系数为0.9990~0.9999, 检出限为0.04~0.06 $\mu\text{g/kg}$ 。7种PCBs在肌肉部分、内脏部分、整贝中不同质量浓度水平的加标回收率分别为80.9%~105%、71.2%~92.3%和72.6%~91.4%, 相应的相对标准偏差分别为3.22%~6.80%、3.46%~7.01%、3.83%~6.86%($n=5$)。本方法简单快速、基体干扰小、线性范围宽, 灵敏度、准确度、精密度能满足鲍鱼不同组织中PCBs含量分析。

关键词: 超声波萃取法; 凝胶渗透色谱法; 气相色谱电子捕获检测法; 鲍鱼不同组织; 多氯联苯

Determination of PCBs in Different Tissues of Abalone by GC-ECD Following Ultrasonic Extraction and GPC Purification

HU Hong-mei¹, GUO Yuan-ming^{1,*}, SUN Xiu-mei¹, ZHENG Yuan-sheng², ZHONG Zhi¹, CHEN Xue-chang¹, LIU Qin¹

(1. Key Laboratory of Mariculture and Enhancement of Zhejiang Province, Marine Fishery Institute of Zhejiang Province, Zhoushan 316021, China; 2. Donghai School of Science and Technology, Zhejiang Ocean University, Zhoushan 316000, China)

Abstract: A simple, efficient, and sensitive method with low matrix interference for determination of 7 polychlorinated biphenyls (PCBs) in 3 different tissues of abalone using gas chromatography-electron capture detector (GC-ECD) has been developed. Muscle tissue samples were treated by ultrasonic extraction with *n*-hexane and gel permeation chromatography (GPC). Further purification on a florisil solid phase extraction (SPE) column was needed for both viscera tissue and whole cowry samples before analysis. The linearity of the method ranged from 1.25 to 100 $\mu\text{g/L}$, with correlation coefficients ranging from 0.9990 to 0.9999. The limits of detection for 7 PCBs were 0.04–0.06 $\mu\text{g/kg}$. The recoveries of all the PCBs from muscle, viscera and whole cowry samples spiked at different concentrations were 80.9%–105%, 71.2%–92.3%, and 72.6%–91.4%, respectively, with relative standard deviations of 3.22%–6.80%, 3.46%–7.01%, and 3.83%–6.86% ($n=5$), respectively. This simple and rapid method had the advantages of low matrix interference, wide linear range and high sensitivity, accuracy and precision and thus could meet the requirements for the analysis of PCBs in different tissues of abalone.

Key words: ultrasonic extraction; gel permeation chromatography (GPC); gas chromatography with electron capture detector (GC-ECD); different tissues of abalone; polychlorinated biphenyls (PCBs)

中图分类号: S859.84

文献标志码: A

文章编号: 1002-6630(2013)24-0217-05

doi:10.7506/spkx1002-6630-201324045

多氯联苯(polychlorinated biphenyls, PCBs), 是联苯的1~10位上的氢原子被氯原子取代后形成的氯代烃类化合物, 其同分异构体和同系物多达209种^[1], 具有环境持久性、远距离迁移性和生物蓄积性等特点, 给人体健康

和生态系统造成了潜在的威胁^[2-4], 是斯德哥尔摩公约中优先控制的12类持久性有机污染物之一。目前多氯联苯在水体、土壤、水生生物、野生动植物乃至人乳及其脂肪中都有检出^[5]。对人类而言, 除职业暴露外, 食物摄入

收稿日期: 2012-12-17

基金项目: 浙江省科技计划项目(2012F30021; 2012F30026); 浙江省重点科技创新团队项目(2010R50028)

作者简介: 胡红美(1986—), 女, 工程师, 硕士, 研究方向为渔业环境与水产品质量安全。E-mail: huhm@zju.edu.cn

*通信作者: 郭远明(1977—), 男, 高级工程师, 硕士, 研究方向为渔业环境与水产品质量安全。E-mail: yuanming_guo@126.com

是人类接触多氯联苯的主要途径,而动物性食品是其主要来源,因此监测动物性食品中多氯联苯对于控制其危害十分重要^[6]。

由于动物性食品的组成成分十分复杂,样品处理不当,会对其中的多氯联苯分析产生严重干扰。因此样品的前处理至关重要。常用的前处理技术主要包括酸处理法^[7-10]、碱处理法^[11]、凝胶渗透色谱(gel permeation chromatography, GPC)法^[12-15]、固相萃取(solid phase extraction, SPE)法、分散固相萃取^[21]等。对于一般的动物性食品,采用酸处理后,再经碱性氧化铝柱、佛罗里硅土柱或活性炭柱净化,可以实现良好的净化效果。但对于某些富含脂类的食品,特别是内脏部分,因复杂基质的存在,采用一般化学方法难以达到理想的前处理效果。

鲍鱼为4大海味之首,是中国传统的名贵食材,因其营养价值高、肉质脆嫩、味鲜美、含40%蛋白质和相当丰富的脂肪、灰分、碳酸钙、胆壳素以及精氨酸、天冬氨酸等20多种氨基酸,已经被越来越多的人群食用;与此同时,鲍鱼的食物安全问题也越受人们关注。但目前尚未有鲍鱼中多氯联苯含量测定的相关报道。本研究在参考文献[22]有关方法的基础上,以鲍鱼的不同组织(肌肉部分、内脏部分、整贝)为分析对象,建立了采用超声波萃取法^[23-25]、GPC和佛罗里硅土SPE小柱净化,气相色谱电子捕获检测法(gas chromatography with electron capture detector, GC-ECD)测定鲍鱼不同组织中7种“指示性PCB”单体(PCB28、PCB52、PCB101、PCB118、PCB153、PCB138、PCB180)含量,以作为鲍鱼中多氯联苯污染情况的重要监测指标。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

所有鲍鱼采集于北京、西安和武汉的水产品批发市场。

正己烷、环己烷、乙酸乙酯、甲醇(均为色谱纯) 德国Merck公司;7种多氯联苯标准品:PCB28、PCB52、PCB101、PCB118、PCB138、PCB153、PCB180(纯度均大于98%) 德国Dr. Ehrenstorfer公司;其他试剂均为分析纯。

1.2 仪器与设备

GC-450气相色谱仪(配电子捕获检测器)、DB-5MS毛细管气相色谱柱(30m×0.25mm, 0.25μm) 美国Varian公司;KQ-250B超声波萃取仪 昆山市超声仪器有限公司;MS2涡旋混合器 德国IKA公司;Centrifuge 5810高速离心机 德国Eppendorf公司;Ultra全自动预浓缩-GPC净化-定量浓缩系统 德国LC Tech公司;R-215旋转真空蒸发仪 瑞士Büchi公司;冷冻干燥机 美国Labconco公司;N-EVAP12氮吹仪 美国Organomation

公司;CNWBOND Carbon-GCB石墨化碳黑SPE小柱(250mg, 6mL)、CNWBOND Florisil佛罗里硅土SPE小柱(1g, 6mL) 上海安谱科学仪器有限公司。

1.3 方法

1.3.1 样品前处理方法

鲍鱼样品去壳后,分别取肌肉部分、内脏部分和整贝(除壳以外的所有组织),经冷冻干燥、高速组织捣碎机匀质后,称取5.00g于50mL离心管中,加入30mL正己烷,涡旋2min,在功率480W、30℃条件下连续超声提取30min,再以6000r/min高速离心5min,提取液过无水硫酸钠脱水后用旋转蒸发仪蒸发至干,再加入6.4mL乙酸乙酯-环己烷(1:1, V/V)溶解,取5mL进入GPC净化。经GPC初步净化后,用乙酸乙酯-环己烷(1:1, V/V)定容至2mL。对于肌肉组织,可取1μL直接进入气相色谱分析;对于内脏组织和整贝,再经氮气吹至近干(或通过GPC在线溶剂转换),加入2mL正己烷溶解后,再通过佛罗里硅土SPE小柱进一步净化。SPE小柱使用前先用5mL甲醇活化,再用10mL正己烷活化。待SPE活化后,加入2mL经GPC净化后的浓缩液,用10mL正己烷淋洗柱,收集到的淋洗液经氮气吹至1mL以下,用正己烷定容至1mL,取1μL进行气相色谱分析。

若样品中存在硫干扰时,需加铜粉脱硫,以防止高量硫造成一段时间内ECD饱和和形成平台峰对多氯联苯检测造成干扰。

1.3.2 GPC凝胶净化条件优化

凝胶柱规格:250mm×2mm;柱填料Bio Beads SX-3;流动相环己烷-乙酸乙酯(1:1, V/V),柱流速5mL/min;样品定量环5mL。分7段进行收集检测,分别为1160~1280、1280~1400、1400~1250、1250~1640、1640~1760、1760~1880s和1880~2000s时间段。

1.3.3 色谱条件

色谱柱:DB-5MS毛细管气相(30m×0.25mm, 0.25μm);不分流进样;载气:高纯氮气(99.999%);流速2.0mL/min;进样口温度260℃;ECD检测器温度300℃;程序升温条件:柱初始温120℃,保持1.0min,以10℃/min的升温速率升至200℃,再以2℃/min的升温速率升至240℃,最后以10℃/min的升温速率升至290℃,保持2.0min;总运行时间36min;进样体积1μL。

1.3.4 标准溶液配制

分别准确称取7种多氯联苯标准品0.0050g,用正己烷溶解并定容至10mL容量瓶中,配制500mg/L标准储备液。再通过逐级稀释及正己烷定容,配制成100μg/L的混合标准使用液,于4℃储存。

1.3.5 标准曲线的绘制

分别量取适量的100μg/L的混合标准使用液,用正己烷稀释成1.25、2.5、5、10、20、50μg/L和100μg/L的7

个质量浓度梯度的标准工作液,供GC-ECD分析。以峰面积为纵坐标,7种多氯联苯质量浓度为横坐标,绘制标准曲线。

1.3.6 方法验证

分别准确称取鲍鱼肌肉部分、内脏部分和整贝样品5.00g,平行测定3次。再分别往5.00g鲍鱼肌肉部分、内脏部分、整贝中各加入12.5、100 μ L和1000 μ L的100 μ g/L多氯联苯混合标准使用液,配制成低(0.25 μ g/kg)、中(2.00 μ g/kg)和高(20.0 μ g/kg)3种梯度的加标样品,平行测定5次,计算方法精密度和回收率。

1.3.7 样品定量分析

$$w = \frac{\rho V}{m} \times \frac{V_1}{V_2} \quad (1)$$

式(1)中: w 为样品中多氯联苯含量/(μ g/kg); ρ 为上机样液质量浓度/(μ g/L); V 为样品定容体积/mL; m 为取样质量/g; V_1 为GPC上样体积/mL; V_2 为GPC定量环体积/mL。

本次实验 $V_1=6.4$ mL, $V_2=5$ mL。对于肌肉样品,只涉及一步GPC净化, $V=2$ mL;对于内脏和整贝样品,除涉及GPC净化外,还需要SPE进一步净化, $V=1$ mL。

1.3.8 方法检出限计算

检出限为3倍信噪比,针对原始样品计算时,还需要同时考虑原始样品的取样量和提取样品的定容体积。本实验在上述公式基础上,按照取样量5g,定容体积1mL计算检出限,按(2)计算:

$$D_s = \frac{DV}{m} \quad (2)$$

式(2)中: D_s 为针对原始样品的方法检出限/(μ g/kg); D 为针对进样瓶中样品的方法检出限/(μ g/L); m 为取样量/g; V 为定容体积/mL。

2 结果与分析

2.1 GPC净化条件

鲍鱼样品的成分极其复杂,尤其内脏部分,含大量的脂类化合物。采用浓硫酸酸化的方法能够除掉生物样品中90%以上的脂类化合物,是一种非常重要而有效的方法,广泛应用于多氯联苯分析中。但这种方法操作复杂、需要重复多次。本实验选用GPC替代浓硫酸酸化。GPC又称体积排阻色谱,它是按照溶质分子的大小进行分离的一种色谱技术,通过多孔性凝胶固定相,使得样品中的大分子先被洗脱出来,小分子后被洗脱出来。实验结果表明,鲍鱼肌肉部分提取液中的蛋白质及脂类等大分子干扰物基本流出的时间为1280s,鲍鱼内脏部分和整贝提取液中的油脂及色素等大分子干扰物基本流出的时间为1400s,目标物多氯联苯集中在1400~1880s流出。综合考虑净化效果和目标化合物的回收率,GPC净

化条件设为除杂时间1400s,收集时间480s,后运行时间240s清洗柱子,确保样品之间没有相互干扰。在该条件下,净化前、GPC净化后、经GPC净化的加标(2.0 μ g/kg)鲍鱼肌肉组织样品气相色谱图分别见图1A~C。鲍鱼样品中未检出多氯联苯。

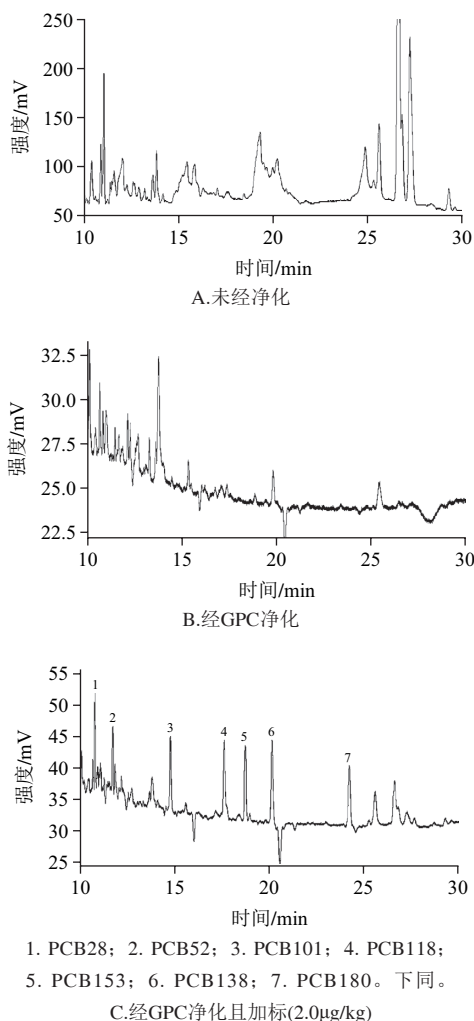


图1 鲍鱼肌肉组织PCBs气相色谱图

Fig.1 Chromatograms of PCBs in muscle tissue of abalone

2.2 SPE净化条件

鲍鱼不同组织提取液经上述GPC初步净化后,结果表明肌肉部分除杂效果满意,虽然PCB28附近有1个干扰峰,但干扰峰和PCB28实现基线分离,不需要进一步净化能直接进入气相色谱分析;内脏部分和整贝中还有一些杂质对PCB28和PCB52产生一定干扰,需要进行进一步净化。本实验比较了石墨化碳黑SPE小柱、佛罗里硅土SPE小柱的净化效果,结果表明佛罗里硅土柱的净化效果较好,石墨化碳黑柱稍弱。这可能是因为后者主要用于除去脂肪酸、油类和脂类,石墨化碳黑柱则对色素的吸附非常理想,而GPC对色素的除杂效果较好,因此,选择佛罗里硅土柱。在该条件下,净化前、SPE净化后、经

SPE净化的加标(2.0μg/kg)鲍鱼内脏组织样品气相色谱图分别见图2A~C。

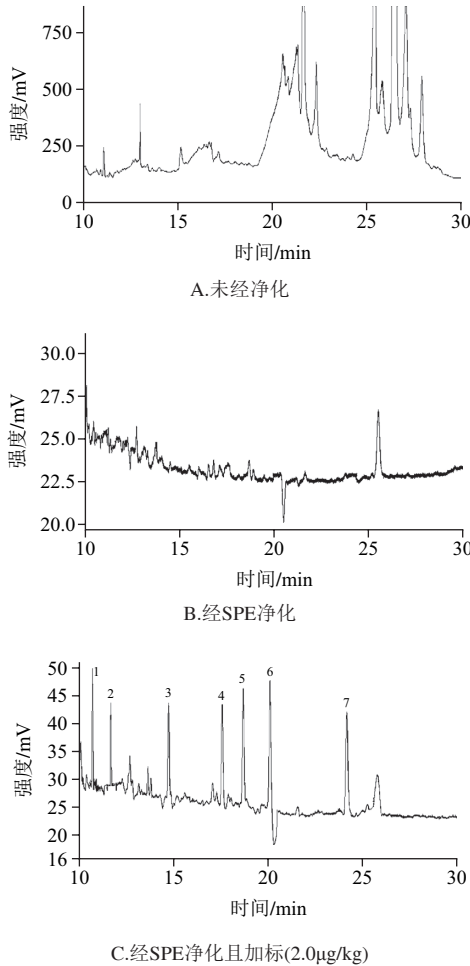


图2 鲍鱼内脏组织PCBs气相色谱图

Fig.2 Chromatograms of PCBs in viscera tissue of abalone

2.3 方法评价

2.3.1 方法的线性范围及检出限

按1.3.3和1.3.5节方法,用外标法绘制出质量浓度-峰面积校正曲线。7种分析物在1.25~100μg/L范围内与其峰面积呈良好线性关系。各组分的线性范围、线性回归方程及相关系数见表1,根据3倍信噪比测得7种多氯联苯的检出限为0.04~0.06μg/kg。

表1 回归方程、线性范围、相关系数和检出限

Table 1 Regression equations, linear ranges, correlation coefficients and detection limits ($R_{SN} = 3$)

分析物	回归方程	线性范围/(μg/L)	相关系数(R^2)	检出限/(μg/kg)
PCB28	$y=9438.1x-7466.2$	1.25~100	0.9990	0.05
PCB52	$y=7028.1x+3116.7$	1.25~100	0.9993	0.06
PCB101	$y=12437x+5509.2$	1.25~100	0.9996	0.05
PCB118	$y=15935x+5691.1$	1.25~100	0.9997	0.05
PCB153	$y=20535x+3411.8$	1.25~100	0.9999	0.04
PCB138	$y=23475x-36.746$	1.25~100	0.9999	0.04
PCB180	$y=21391x+11942$	1.25~100	0.9996	0.05

2.3.2 方法的精密度和回收率

表2 鲍鱼不同组织样品中7种多氯联苯的加标回收实验及方法的精密度实验结果($n=5$)

Table 2 Results of recovery and RSD for different tissues of abalone spiked with 7 PCBs ($n = 5$)

样品	加标量/(μg/kg)	指标	PCB28	PCB52	PCB101	PCB118	PCB153	PCB138	PCB180
肌肉	0.25	测定值/(μg/kg)	0.263	0.240	0.230	0.233	0.215	0.223	0.210
		回收率/%	105	96.2	91.5	92.8	85.9	89.2	84.1
		RSD/%	6.80	6.22	4.54	4.32	5.34	5.19	5.88
	2	测定值/(μg/kg)	1.87	1.96	1.79	1.87	1.78	1.77	1.62
		回收率/%	93.4	97.8	90.2	93.5	89.2	87.8	80.9
		RSD/%	5.62	5.09	3.92	3.22	4.06	3.87	4.52
	20	测定值/(μg/kg)	18.0	18.4	17.8	18.6	17.2	17.0	16.2
		回收率/%	90.4	92.3	88.9	92.6	86.4	85.3	81.2
		RSD/%	6.21	5.82	4.16	3.53	3.91	3.78	4.17
	0.25	测定值/(μg/kg)	0.225	0.230	0.208	0.213	0.200	0.203	0.190
		回收率/%	90.2	92.3	83.4	84.6	80.2	81.3	76.0
		RSD/%	6.51	7.01	5.84	5.56	4.78	5.23	5.61
内脏	2	测定值/(μg/kg)	1.72	1.68	1.61	1.63	1.44	1.49	1.43
		回收率/%	86.3	83.7	79.8	82.2	71.8	75.4	71.2
		RSD/%	6.17	6.82	4.34	3.46	3.92	4.20	5.14
	20	测定值/(μg/kg)	17.6	17.0	16.2	16.0	15.2	15.6	14.4
		回收率/%	88.3	85.4	80.6	80.2	76.4	77.8	72.1
		RSD/%	5.78	5.63	4.54	3.88	3.51	4.64	5.47
	0.25	测定值/(μg/kg)	0.228	0.220	0.213	0.205	0.195	0.198	0.193
		回收率/%	91.4	88.4	84.7	82.3	78.5	79.3	76.7
		RSD/%	6.56	6.86	5.11	4.52	4.56	4.23	5.62
整贝	2	测定值/(μg/kg)	1.74	1.71	1.65	1.61	1.48	1.51	1.46
		回收率/%	87.4	86.2	82.8	81.0	74.1	75.6	72.6
		RSD/%	5.78	6.22	4.51	3.83	4.07	3.92	4.80
	20	测定值/(μg/kg)	17.0	16.6	16.8	15.8	15.2	15.6	14.8
		回收率/%	85.2	83.1	83.7	79.2	75.5	78.3	74.2
		RSD/%	5.52	5.64	4.78	4.26	3.90	4.13	4.39

如表2所示,肌肉部分样品加标回收率为80.9%~105%,RSD范围为3.22%~6.80%;内脏部分样品加标回收率为71.2%~92.3%,RSD范围为3.46%~7.01%;整贝样品加标回收率为72.6%~91.4%,RSD范围为3.83%~6.86%。肌肉部分样品回收率要稍高于内脏部分和整贝,其原因主要是肌肉部分样品的脂肪和色素含量相对较少,其基质效应明显小于内脏和整贝样品。

2.4 实际样品分析

取20个来自于北京、武汉和西安水产品批发市场的鲍鱼样品,分别进行肌肉部分、内脏部分和整贝中多氯联苯含量测定,均未检出多氯联苯。

3 结论

本实验采用超声波萃取法提取鲍鱼肌肉部分、内脏部分和整贝中的多氯联苯,提取液经GPC初步净化和佛

罗里硅土SPE小柱再净化后,进行GC-ECD分析。结果表明,对于大部分肌肉样品,经GPC初步净化后,杂质对目标化合物无影响,可以直接进入GC-ECD分析,而对于内脏和整贝,需进行佛罗里硅土SPE小柱再净化。该方法简单、灵敏、自动化程度高、重复性好、准确度高、回收率令人满意,能满足鲍鱼不同组织中多氯联苯的分析要求,并进一步应用到其他生物体中多氯联苯的检测。

参考文献:

- [1] WINTERS D, CLEVERLY D, MEIER K, et al. A statistical survey of dioxin-like compounds in United States beef: a progress report[J]. *Chemosphere*, 1996, 32(3): 469-478.
- [2] TYLER C R, JOBLING S, SUMPTER J P. Endocrine disruption in wildlife: a critical review of the evidence[J]. *Critical Reviews in Toxicology*, 1998, 28(4): 319-361.
- [3] VALLACKA H W, BAKKERB D J, BRANDTC I, et al. Controlling persistent organic pollutants: what next?[J]. *Environmental Toxicology and Pharmacology*, 1998, 6(3): 143-175.
- [4] HONG S H, YIM U H, SHIM W J, et al. Nationwide monitoring of polychlorinated biphenyls and organochlorine pesticides in sediments from coastal environment of Korea[J]. *Chemosphere*, 2006, 64(9): 1479-1488.
- [5] 孟紫强. 环境毒理学[M]. 北京: 中国环境科学出版社, 2003: 253.
- [6] 朱坚, 郑晓军. 食品安全监测技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2007: 24.
- [7] FOCARDI S, LEONZIO C, FOSSI C. Variations in polychlorinated biphenyl congener composition in eggs of Mediterranean water birds in relation to their position in the food chain[J]. *Environmental Pollution*, 1988, 52(4): 243-255.
- [8] BI X H, CHU S G, XU X B. Polycyclic aromatic hydrocarbons and polychlorinated biphenyl contamination in Datong City, China[J]. *Bulletin Environmental Contamination Toxicology*, 2001, 67(1): 141-148.
- [9] 李敬光, 吴永宁. 同位素稀释GC-LRMS法测定鱼肉中指示性多氯联苯方法研究[J]. *卫生研究*, 2005, 34(3): 322-325.
- [10] 余颖. 贝类中多氯联苯残留的气相色谱法测定[J]. *福建水产*, 2009(2): 62-65.
- [11] International Dairy Federation. Milk and milk products-determination of polychlorinated biphenyls guidance on gas-liquid chromatographic methods[S]. Brussels: International IDF Standard 130A, 1991.
- [12] TUINSTRA L G M T H, TRAAG W A, van RHIJN J A, et al. The Dutch PCB/dioxin study development of a method for the determination of dioxin, planar and other PCBs in human milk[J]. *Chemosphere*, 1994, 29(9/11): 1859-1875.
- [13] NERIN C, DOMEFIO C. Determination of polyaromatic hydrocarbons and some related compounds in Industrial waste oils by GPC-HPLC-UV[J]. *The Analyst*, 1999, 124(1): 67-70.
- [14] SAITO K, SJODIN A, SANDAU C D, et al. Development of a accelerated solvent extraction and gel permeation chromatography analytical method for measuring persistent organohalogen compounds in adipose and organ tissue analysis[J]. *Chemosphere*, 2004, 57(3): 373-381.
- [15] 费勇, 杨晓红, 张海燕, 等. 全自动凝胶色谱净化-气相色谱法同时测定淡水鱼类中多氯联苯和有机氯农药等36种残留有机物[J]. *中国环境监测*, 2011, 27(2): 63-67.
- [16] CONKA K, DROBNA B, KOCAN A, et al. Simple solid-phase extraction method for determination of polychlorinated biphenyls and selected organochlorine pesticides in human serum[J]. *Journal of Chromatography A*, 2005, 1084(1/2): 33-38.
- [17] HERRERA C, PÉREZ-ARQUILLUÉ C, CONCHELLO P, et al. Determination of pesticides and PCBs in honey by solid-phase extraction cleanup followed by gas chromatography with electron-capture and nitrogen-phosphorus detection[J]. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 2005, 381(3): 695-701.
- [18] 赵荣飏, 秦占芬, 赵汝松, 等. 水和生物样品中痕量多氯联苯的分析方法研究[J]. *分析化学*, 2005, 3(10): 1361-1365.
- [19] 李强, 夏静, 白彦坤, 等. 微波辅助提取-固相萃取净化-气相色谱三重四极杆质谱联用测定水产品中17种多氯联苯(PCBs)[J]. *质谱学报*, 2012, 33(5): 295-300.
- [20] 刘东豪, 张辉. 气相色谱法同时测定干制鱼肉中的有机氯和多氯联苯的研究[J]. *现代食品科技*, 2008, 24(5): 487-489; 486.
- [21] 玛丽莎, 朱新平, 郑光明, 等. 基质固相分散萃取-气相色谱法检测水产品中7种多氯联苯残留[J]. *中国兽药杂志*, 2011, 45(6): 22-25; 52.
- [22] 魏复盛. 固体废弃物试验分析评价手册[M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1992: 252-265.
- [23] 蒋慧, 赵力. 超声波萃取-气相色谱法测定水产品中多氯联苯残留[J]. *安徽农业科学*, 2012, 40(2): 954-955.
- [24] 赵财, 邢维芹, 范璐, 等. 超声波提取-气相色谱法测定海产品中的多氯联苯[J]. *食品科学*, 2009, 30(4): 149-153.
- [25] 吉仙枝. 超声波提取-气相色谱法测定鱼类食品中的多氯联苯[J]. *中国酿造*, 2012, 31(8): 116-119.