



中华人民共和国国家标准

GB/T 14551—2003
代替 GB/T 14551—1993

动、植物中六六六和滴滴涕测定的 气相色谱法

Method of gas chromatographic for determination of
BHC and DDT in animal and plant tissues

2003-11-10 发布

2004-04-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准是对 GB/T 14551—1993《生物质量 六六六和滴滴涕的测定 气相色谱法》进行下述内容的修订：

- 原标准中 2.3 制备色谱柱时使用的试剂、材料和 3.6 色谱柱及 5.2.3 校准数据表示的内容全部删去；
- 在第 5 章色谱测定操作步骤中增加了测定条件 B、毛细管色谱柱及图谱；
- 把 6.2.2 精密度、6.2.3 准确度和 6.2.4 检测限的数据表格全部放到附录 A 中，原精密度用标准偏差表示改为采用相对标准偏差表示。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准的起草单位：农业部环境保护科研监测所。

本标准的主要起草人：黄士忠、刘潇威、黄永春、王继军、买光熙、徐应明、李志祥、张克强。

动、植物中六六六和滴滴涕测定的 气相色谱法

1 范围

本标准规定了动物(禽、畜、鱼、蚯蚓)、植物(粮食、水果、蔬菜、茶、藕)中六六六、滴滴涕残留量的测定方法。

本标准适用于动物性样品(禽、畜、鱼、蚯蚓)、植物性样品(粮食、水果、蔬菜、茶、藕)中有机氯农药残留量的分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准。然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 17332—1998 食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留的测定

NY/T 397 农、畜、水产品污染监测技术规范

3 原理

动、植物样品中的六六六和滴滴涕农药残留量分析采用有机溶剂提取,经液-液分配及浓硫酸净化或柱层析净化除去干扰物质,用电子捕获检测器(ECD)检测,根据色谱峰的保留时间定性,外标法定量。

4 试剂与材料

4.1 载气:氮气(N_2),纯度 $\geq 99.99\%$ 。

4.2 标准样品及样品分析时使用的试剂和材料。所使用的试剂除另有规定外均系分析纯,水为蒸馏水。

4.2.1 农药标准品:

α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC、P、P'-DDE、O、P'-DDT、P、P'-DDD、P、P'-DDT,纯度为98.0%~99.0%。

4.2.1.1 农药标准溶液的制备:准确称取农药标准样品每种100 mg(准确到 ± 0.0001 g),溶于异辛烷(β -BHC先用少量苯溶解),在100 mL容量瓶中定容至刻度,在冰箱中贮存。

4.2.1.2 农药标准中间溶液的配制:分别准确量取八种农药标准溶液,移至100 mL容量瓶中,用异辛烷稀释至刻度,八种农药标准溶液的体积比为: $V_{\alpha\text{-BHC}} : V_{\beta\text{-BHC}} : V_{\gamma\text{-BHC}} : V_{\delta\text{-BHC}} : V_{\text{P,P'-DDE}} : V_{\text{O,P'-DDT}} : V_{\text{P,P'-DDD}} : V_{\text{P,P'-DDT}} = 1 : 1 : 3.5 : 1 : 3.5 : 5 : 3 : 8$ 。(适用于填充柱)

4.2.1.3 农药标准工作液的配制:根据检测器的灵敏度及线性要求,用石油醚或正己烷稀释农药标准中间溶液,配制成几种浓度的标准工作液,在4℃下贮存。

4.2.2 正己烷(C_6H_{14}):沸程67℃~69℃,重蒸。

4.2.3 石油醚:沸程60℃~90℃,重蒸。

4.2.4 异辛烷(C_8H_{18})。

4.2.5 丙酮(CH_3COCH_3),重蒸。

4.2.6 苯(C_6H_6):优级纯。