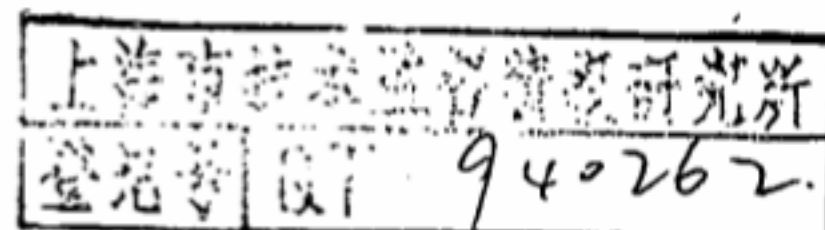


SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0143—92



出口饲料中六六六、滴滴涕 残留量检验方法

Method for determination of BHC and DDT
residues in feed for export

1992-12-25 发布

1993-05-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0143—92

出口饲料中六六六、滴滴涕 残留量检验方法

代替 ZB X10 001—86
ZB X21 002—87

Method for determination of BHC and DDT
residues in feed for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口油菜籽粕粉和苜蓿粒中六六六、滴滴涕残留量的抽样和测定方法。

本标准适用于出口油菜籽粕粉和苜蓿粒中六六六、滴滴涕残留量检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过 2 000 件(油菜籽粕粉)、5 000 件(苜蓿粒)为一检验批。同一检验批内商品应具有同一的特征,如包装、标记、产地、规格、等级等。

2.2 抽样数量

a. 油菜籽粕粉:

每批件数	抽样件数
500 以下	15
501~1 000	25
1 001~2 000	30

b. 苜蓿粒:

每批件数	抽样件数
50 以下	5
51~100	8
101~500	32
501~1 000	52
1 001~5 000	64

每件抽取样品 500 g 作为原始样品。原始样品总量不得少于 2 000 g。

2.3 试样的制备

a. 油菜籽粕粉:将原始样品充分混匀,用四分法缩分出 500 g,均分成两份。一份供保存复验,另一份用小型粉碎机粉碎(通过直径为 2 mm 的筛孔),装入洁净的容器内,密封,作为试样。

b. 苜蓿粒:将原始样品置于分样台上,用分样器缩分到 2 kg 后,用粉碎机将样品全部粉碎,并装

入洁净的容器内,密封,作为试样。

装有试样的容器应填写标签,注明品名、日期、垛位、产地、报验号、申请单位、抽样人。

注:在抽样和制样的操作中,必须防止样品受到污染或发生任何变化。

2.4 样品保存

样品应放在 4℃ 的冰箱中保存。

3 测定方法

3.1 试剂和材料

3.1.1 石油醚:重蒸馏,收集 65~75℃ 馏分。取 300 mL,用旋转蒸发器浓缩至 5 mL,在与测定方法相同的色谱条件下取 5 μ L 进行色谱测定,应无干扰被测物的杂质峰。

3.1.2 丙酮:分析纯,重蒸馏。

3.1.3 蒸馏水:取蒸馏水 100 mL,用石油醚 10 mL 提取,在与测定方法相同的色谱条件下,取 5 μ L 提取液进行色谱测定,应无石油醚以外的杂质峰。

3.1.4 无水硫酸钠:分析纯,650℃ 灼烧 4 h,贮于密闭容器中。

3.1.5 硫酸钠水溶液(20 g/L):将 2 g 灼烧过的无水硫酸钠溶于 100 mL 蒸馏水中。

3.1.6 浓硫酸:优级纯。

3.1.7 内标物和农药标准品:内标物环氧七氯和农药六六六、滴滴涕各异构体的纯度均大于 99%。

3.1.8 标准溶液的配制:准确称取适量的环氧七氯、甲体-六六六、乙体-六六六、丙体-六六六、丁体-六六六、对,对'-滴滴涕、邻,对-滴滴涕、对,对'-滴滴涕、对,对'-滴滴涕,用少量苯溶解,然后分别用石油醚配制成浓度 0.100 mg/mL 的标准贮备溶液。根据需要再配制成适用浓度的含内标物的混合标准工作溶液。

注:如果试样中含有环氧七氯,可选择其他适当内标物。

3.2 仪器和设备

3.2.1 气相色谱仪并配有电子俘获检测器。

3.2.2 微量注射器:1 μ L, 10 μ L, 100 μ L。

3.2.3 旋转蒸发器。

3.2.4 索氏抽提器。

3.2.5 全玻璃系统蒸馏装置。

3.2.6 无水硫酸钠柱:筒形漏斗,内装 5 cm 高无水硫酸钠(3.1.4)。

3.2.7 分液漏斗:500 mL。

3.2.8 心形瓶式脂肪提取器:250 mL 心形瓶(24 号标准磨口)见附录 A 图 A1。

3.2.9 抽吸装置:见附录 A 图 A2。

3.3 测定步骤

3.3.1 提取

称取混匀的试样 10 g 于滤纸筒内,放入索氏抽提器或心形瓶式脂肪提取器的提取管内,加入 150 mL 石油醚和 50 mL 丙酮,置于水浴中回流提取 6 h,回流速度 6~10 次/h。

3.3.2 净化

A 法:将提取瓶内的提取液转入 500 mL 分液漏斗内。用少量石油醚洗涤提取瓶,洗涤液也并入分液漏斗内。加入 20 mL 硫酸钠水溶液,轻轻振摇。静置分层。弃去下层。在提液中加入浓硫酸(浓硫酸与提取液的比例为 1:10),轻轻振摇,静置分层,弃去酸层。再按上述操作重复净化 4~5 次至下层酸液呈无色或淡黄色。静置分层后,弃去酸层。加硫酸钠水溶液 200 mL,振摇 1 min,静置分层。弃去水层,加入 5~10 g 无水硫酸钠于分液漏斗内轻轻摇动几次。然后将石油醚层通过 5 cm 高的无水硫酸钠柱,收集石油醚于旋转蒸发器中。再用少量石油醚洗涤分液漏斗及无水硫酸钠柱,洗液合并至旋转蒸发器

浓缩至约 20 mL。

B 法:向心形瓶中的提取液内加入浓硫酸(提取液与浓硫酸体积比为 10:1),轻轻摇动 1~2 次,静置分层,用抽吸管将下层酸液缓慢抽除,再重复净化 3~5 次(净化至下层酸液呈无色或淡黄色),每次振摇约 0.5 min,静置分层后抽除下层酸溶液,用硫酸钠水溶液洗涤两次(每次 100 mL),抽除水层,在旋转蒸发器上将净化液浓缩至约 20 mL,然后加入 5 g 无水硫酸钠脱水。

3.3.3 测定

3.3.3.1 色谱条件

色谱柱:玻璃柱,2 m×3 mm(内径),色谱柱填充物:

- a. 1.6%(m/m)OV-17+6.4%(m/m)OV-210 混合液涂于 Gas Chrom Q(80-100 筛目);
- b. 2.5%(m/m)OV-17+3.3%(m/m)QF-1 混合液涂于 Chromos orb W AW-DMCS(80~100 筛目);
- c. 载气:高纯氮,纯度>99.99%,50 mL/min;
- d. 柱温:200℃;
- e. 进样口温度:250℃;
- f. 检测器温度:250℃。

3.3.3.2 色谱测定

视样品中农药组分含量多少,将上述净化液稀释或浓缩,并定量加入内标物标准溶液作为色谱测定的样液。同时选择与样液中农药含量相近的含内标的混合标准工作溶液进行色谱测定。

注:① 出峰顺序为甲体-六六六、丙体-六六六、乙体-六六六、丁体-六六六、环氧七氯、对,对'-滴滴涕、邻,对-滴滴涕、对,对'-滴滴涕、对,对'-滴滴涕。

② 混合标准工作溶液及样液中内标物和各农药组分的响应值均在仪器检测的线性范围之内。

3.3.4 空白试验

按上述有关步骤进行试剂空白试验。

3.3.5 结果计算

用色谱数据处理机按适当程序计算各种农药残留量。也可按式(1)分别计算。

$$X = \frac{h}{h'} \times \frac{h_i'}{h_i} \times \frac{c_i'}{c_i} \times \frac{m'}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: X —— 各种农药残留量,mg/kg;

h —— 样液中农药的峰高,mm;

h' —— 混合标准工作溶液中农药的峰高,mm;

h_i' —— 混合标准工作溶液中内标物的峰高,mm;

h_i —— 样液中内标物的峰高,mm;

c_i' —— 混合标准工作溶液中农药的浓度,μg/mL;

c_i —— 混合标准工作溶液中内标物的浓度,μg/mL;

m' —— 样液中加入内标物的质量,μg;

m —— 样品质量,g。

注:计算结果需将空白值扣除。

附录 A
心形瓶式脂肪抽提器及抽吸装置
(补充件)

A1 心形瓶式脂肪抽提器:250 mL 心形瓶,规格见图 A1。

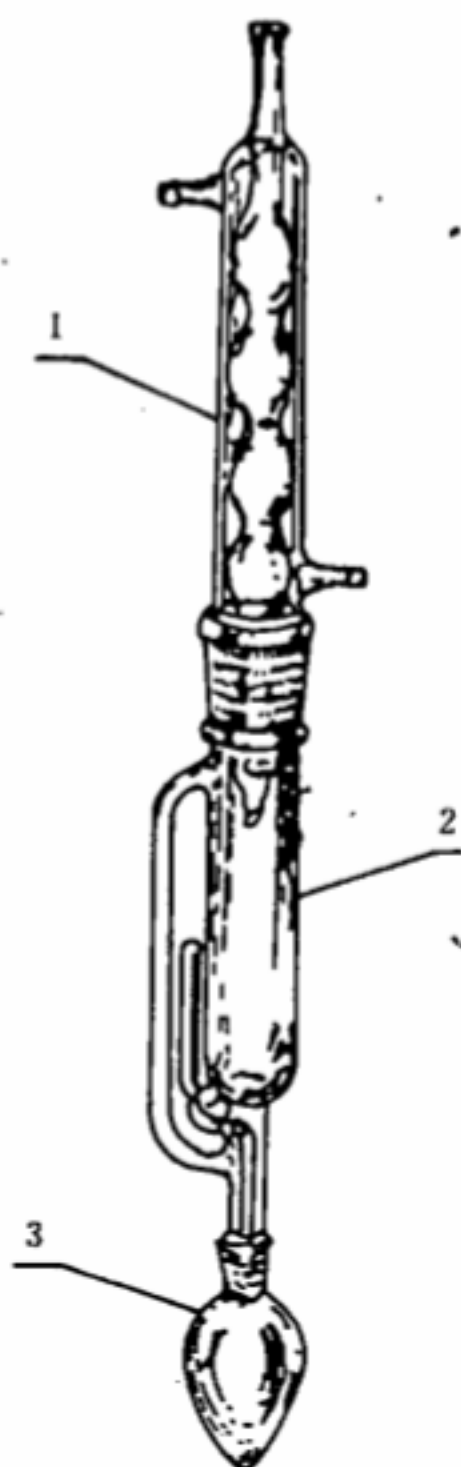


图 A1

1—冷凝器;2—提取器;3—心形瓶

A2 抽吸装置见图 A2。

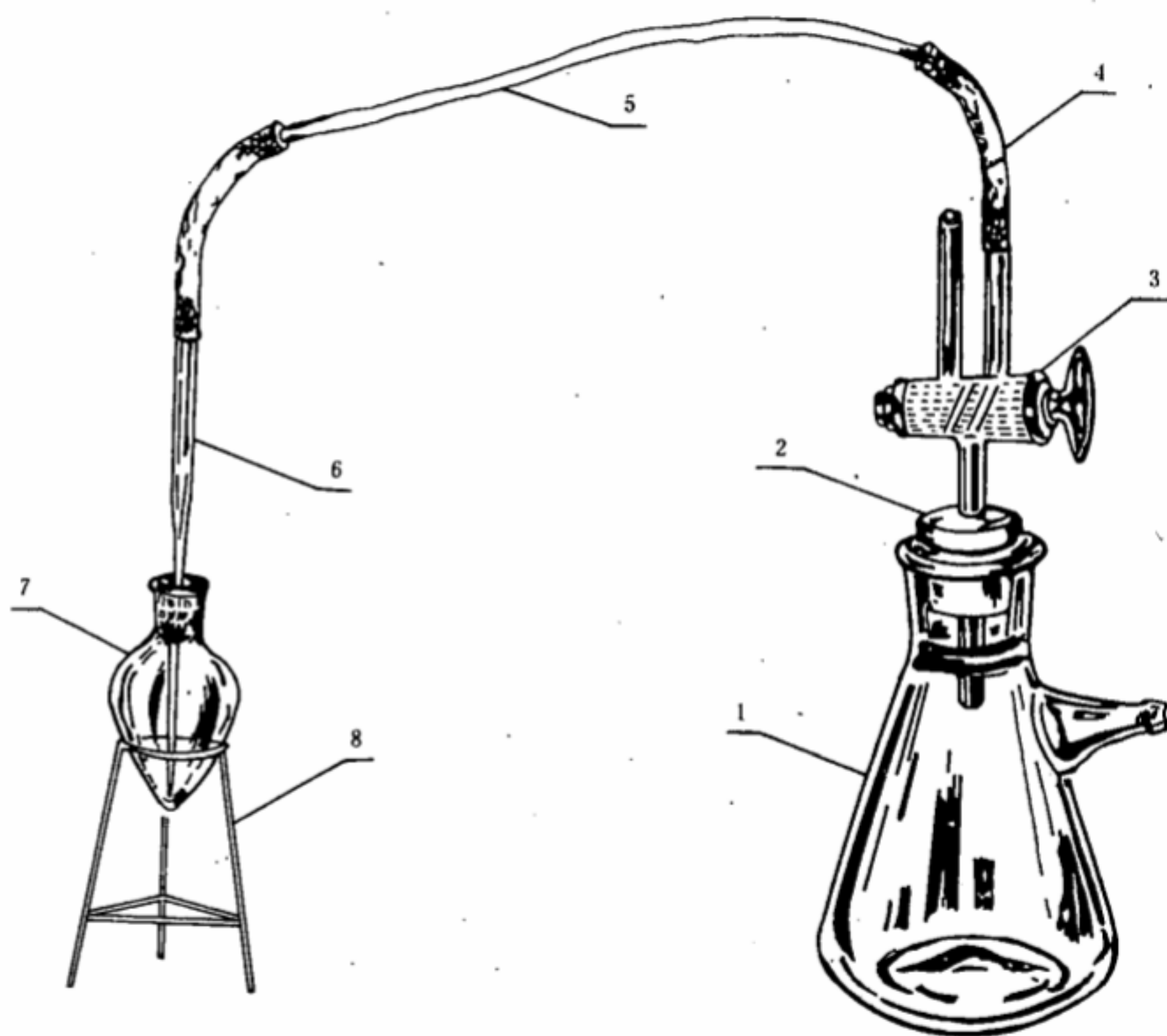


图 A2 抽吸装置

1—抽滤瓶; 2—橡胶塞; 3—玻璃三通节门; 4—胶管; 5—聚乙烯软管;
6—玻璃吸管; 7—心形瓶; 8—心形瓶架

A3 抽吸装置使用注意事项:

抽吸装置使用前, 将三通活塞转至排空处, 以手捏紧连接吸管的耐酸橡胶管, 将吸管插至心形瓶底 (当吸管尖端通过石油醚层时, 要捏压橡胶管内空气, 使气泡不断冒出, 防止石油醚流入吸管内)。然后松开橡胶管, 并旋转活塞, 抽气, 将酸液 (或水) 抽除, 待抽尽下层酸液 (或水) 时, 立即紧捏胶管或关闭活塞停止抽吸, 然后将吸管提出 (此时用滴管吸取未用过的石油醚, 冲洗吸管外壁 3~4 滴), 用滤纸擦净管外壁并用丙酮抽吸洗净管内壁, 再用滴管吸取未用过的石油醚 3~4 滴冲洗吸管外壁, 即可继续使用。

附加说明:

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国贵州进出口商品检验局、山东进出口商品检验局、浙江进出口商品检验局起草。

本标准主要起草人沈力生、刘淑贞、刘学悌、田洁、朱宏。

(京)新登字 023 号

SN 0143—92

中华人民共和国进出口商品检验
行 业 标 准
出口饲料中六六六、滴滴涕
残留量检验方法

SN 0143—92

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)
中国标准出版社北京印刷厂印刷
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 10 千字
1993 年 7 月第一版 1993 年 7 月第一次印刷
印数 1—3 000

*

书号: 155066·2-8871



SN0143-1992