

中华人民共和国国家标准

GB/T 9695.10—2008
代替 GB/T 9695.10—1988

肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定

Meat and meat products—Determination of BHC and DDT

2008-06-25 发布

2009-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 9695 由以下部分组成：

- GB/T 9695.1《肉与肉制品 游离脂肪含量的测定》；
- GB/T 9695.2《肉与肉制品 脂肪酸测定》；
- GB/T 9695.3《肉与肉制品 铁含量测定》；
- GB/T 9695.4《肉与肉制品 总磷含量测定》；
- GB/T 9695.5《肉与肉制品 pH 测定》；
- GB/T 9695.6《肉制品 胭脂红着色剂测定》；
- GB/T 9695.7《肉与肉制品 总脂肪含量测定》；
- GB/T 9695.8《肉与肉制品 氯化物含量测定》；
- GB/T 9695.9《肉与肉制品 聚磷酸盐测定》；
- GB/T 9695.10《肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定》；
- GB/T 9695.11《肉与肉制品 氮含量测定》；
- GB/T 9695.13《肉与肉制品 钙含量测定》；
- GB/T 9695.14《肉制品 淀粉含量测定》；
- GB/T 9695.15《肉与肉制品 水分含量测定》；
- GB/T 9695.17《肉与肉制品 葡糖酸- δ -内酯含量的测定》；
- GB/T 9695.18《肉与肉制品 灰分测定》；
- GB/T 9695.19《肉与肉制品 取样方法》；
- GB/T 9695.20《肉与肉制品 锌的测定》；
- GB/T 9695.21《肉与肉制品 镁含量测定》；
- GB/T 9695.22《肉与肉制品 铜含量测定》；
- GB/T 9695.23《肉与肉制品 L(-)-羟脯氨酸含量测定》；
- GB/T 9695.24《肉与肉制品 胆固醇含量测定》；
- GB/T 9695.25《肉与肉制品 维生素 PP 含量测定》；
- GB/T 9695.26《肉与肉制品 维生素 A 含量测定》；
- GB/T 9695.27《肉与肉制品 维生素 B₁ 含量测定》；
- GB/T 9695.28《肉与肉制品 维生素 B₂ 含量测定》；
- GB/T 9695.29《肉制品 维生素 C 含量测定》；
- GB/T 9695.30《肉与肉制品 维生素 E 含量测定》；
- GB/T 9695.31《肉制品 总糖含量测定》。

本部分为 GB/T 9695 的第 10 部分。

本部分代替 GB/T 9695.10—1988《肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定》。

本部分与 GB/T 9695.10—1988 相比主要变化如下：

- 按照 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》和 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》进行了结构调整和文字修改；
- 增加了规范性引用文件；
- 增加了“术语和定义”、“精密度”和“试验报告”三章；

- 修改了六六六和滴滴涕标准工作液的浓度；
- 用毛细管色谱柱代替担体和固定液；
- 增加了绞肉机、旋转蒸发器和索式提取仪三种仪器；
- 修改了净化操作；
- 修改了计算公式；
- 增加了资料性附录 A 和附录 B。

本部分的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本部分由全国食品工业标准化技术委员会肉禽蛋制品分技术委员会提出并归口。

本部分起草单位：中国商业联合会商业标准中心、国家加工食品质量监督检验中心(广州)、广州市产品质量监督检验所。

本部分主要起草人：郭新东、邓鸿铃、罗海英、杜志峰、吴钟玲、郭茂章、吴玉玺。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 9695.10—1988。

肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定

1 范围

GB/T 9695 的本部分规定了肉和肉制品中六六六、滴滴涕残留量的测定方法。

本部分适用于肉和肉制品中六六六、滴滴涕残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 9695 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用引用文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 9695 的本部分。

3.1

肉和肉制品中六六六、滴滴涕的残留量 BHC and DDT of meat and meat products

在本部分规定的条件下,测定的试样中 α -HCH、 β -HCH、 γ -HCH、 δ -HCH 四种六六六异构体和 p,p' -DDE、 o,p' -DDT、 p,p' -DDD、 p,p' -DDT 四种滴滴涕异构体的含量(参见附录 A)。

4 原理

试样中的六六六、滴滴涕经提取、净化、浓缩后,用带电子捕获检测器的气相色谱仪(参见附录 B)检测。根据保留时间定性,标准曲线法定量。

5 试剂和材料

除无特别说明,本部分所用试剂应适用于农药残留量分析。所用溶剂应依照试样的测定程序做空白试验以检查其纯度,溶剂色谱图的基线上不应出现会影响测定的峰。

5.1 水:符合 GB/T 6682—1992 规定的一级水。

5.2 石油醚:沸程 60 °C~90 °C,重蒸馏(6.4)。

5.3 正己烷:重蒸馏(6.4)并验证。

5.4 苯:重蒸馏(6.4)并验证。

5.5 无水硫酸钠:分析纯。650 °C灼烧 4 h,贮于干燥器中。

5.6 硫酸钠溶液[$c(\text{Na}_2\text{SO}_4)=20 \text{ g/L}$]:称取 20 g 无水硫酸钠(5.5),用水溶解并稀释至 1 000 mL。

5.7 浓硫酸:优级纯。

5.8 高氯酸:优级纯。

5.9 冰乙酸。

5.10 高氯酸+冰乙酸混合液[1+1(体积比)]:量取 50 mL 高氯酸(5.8)、50 mL 冰乙酸(5.9),混匀。

5.11 农药标准品: α -HCH、 β -HCH、 γ -HCH、 δ -HCH、 p,p' -DDE、 o,p' -DDT、 p,p' -DDD、 p,p' -DDT 的纯度均大于 95%。

5.12 单一标准储备液:由国家认可的标准物质销售单位提供,或按下述方法配制:称取各种农药标准

品(5.11)25 mg(准确至0.1 mg),分别置于250 mL容量瓶中,用正己烷(5.3)定容。配制成浓度约为100 μg/mL的单一标准储备液。

乙体-六六六在正己烷中溶解度低,先用少量苯(5.4)溶解,再用正己烷(5.3)定容。

贮存于4℃冰箱中,可稳定一年。

5.13 混合储备液A:吸取各种农药单一标准储备液(5.12)5.00 mL于100 mL容量瓶中,用正己烷(5.3)定容,得到各种农药浓度约为5 μg/mL的混合储备液A。贮存于4℃冰箱中,可稳定半年。

5.14 混合储备液B:吸取混合储备液A(5.13)1.00 mL于10 mL容量瓶中,用正己烷(5.3)定容,得到各种农药浓度约为0.5 μg/mL的混合储备液B。

5.15 混合标准工作液:吸取10.00 mL、5.00 mL、1.00 mL混合储备液A(5.13),分别置于三个100 mL容量瓶中,用正己烷(5.3)定容。分别吸取1.00 mL混合储备液B(5.14)于100 mL容量瓶和200 mL容量瓶中,用正己烷(5.3)定容。配制成各种农药浓度约为500 ng/mL、250 ng/mL、50 ng/mL、5 ng/mL、2.5 ng/mL的混合标准工作液。

6 仪器和设备

玻璃器具使用前应洗涤,避免使用塑料容器和密封油脂,以免给溶剂引入杂质。

实验室常规仪器及下列仪器。

6.1 机械设备:用于试样的均质化。包括高速旋转的切割机,或多孔板的孔径不超过4 mm的绞肉机。

6.2 气相色谱仪:配备电子捕获检测器(ECD)。

6.3 旋转蒸发器。

6.4 全玻璃系统重蒸馏装置。

6.5 分析天平:可准确称重至0.1 mg。

7 取样

本部分不规定取样方法。取样方法参见GB/T 9695.19。

实验室所收到的样品应具有代表性且在运输和储藏过程中没受损或发生变化。

至少取有代表性的样品200 g。

8 试样制备

使用适当的机械设备(6.1)将试样均质。注意避免试样的温度超过25℃。若使用绞肉机,试样至少通过该仪器两次。

将试样装入密封的容器里,防止变质和成分变化。试样应尽快进行分析,均质化后最迟不超过24 h。

9 分析步骤

9.1 提取

称取约5 g(准确至0.01 g)试样,置于具塞三角瓶中,加入20 mL高氯酸+冰乙酸混合液(1+1)(5.10),置于80℃水浴上,至试样消化完全(为防止产生炭粒,开始时要连续摇动几分钟),取下,冷却至室温。将消化液转移至250 mL分液漏斗中,用25 mL水洗涤三角瓶,洗液并入分液漏斗中。用50 mL、30 mL、20 mL石油醚(5.2)[或正己烷(5.3)]分3次从消化液中提取农药。合并石油醚(或正己烷)提取液。

9.2 净化

向石油醚(或正己烷)提取液(9.1)中加入10 mL浓硫酸(5.7),轻轻振摇1次~2次,静置分层,弃去下层溶液。重复以上操作1次~3次,至下层溶液呈无色或淡黄色。加入100 mL 20 g/L硫酸钠溶

液(5.6),振摇后静置分层,弃去下层溶液,用滤纸吸除分液漏斗颈内外的水。提取液流经盛有约 15 g 无水硫酸钠(5.5)的漏斗,用石油醚(5.2)洗涤漏斗数次。合并滤液和洗液,旋转蒸发(6.3)浓缩至近干,用正己烷(5.3)定容至 1 mL,待测。

9.3 色谱参考条件

- a) 色谱柱:毛细管柱,30 m×0.32 mm,膜厚 0.25 μm;
- b) 载气:高纯氮,纯度≥99.999%;恒流 1.0 mL/min;
- c) 柱温(程序升温):初始温度为 70 °C,以 15 °C/min 升至 280 °C,于 280 °C 保持 8 min;
- d) 进样口温度:270 °C;
- e) 检测器温度:300 °C;
- f) 进样量为 1 μL,不分流进样,进样 1 min 后开阀。

9.4 测定

分别将待测试样溶液(9.2)和混合标准工作液(5.15)用气相色谱仪测定。以保留时间定性。以标准工作液被测组分的浓度为横坐标、相应的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。根据试样溶液中被测组分的峰面积,从标准曲线上查出相应的浓度。

9.5 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

10 计算

试样中六六六和滴滴涕单一异构体的含量按式(1)计算:

$$w = \frac{c \times V \times f \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w ——试样中六六六和滴滴涕单一异构体的含量,单位为微克每千克(μg/kg);
- c ——从标准曲线上查得的试样溶液中被测组分的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- f ——试样溶液的稀释倍数;
- V ——试样溶液最初定容的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量,单位为克(g)。

结果扣除空白值。

11 精密度

同一分析者在同一实验室、采用相同的方法和相同的仪器、在短时间间隔内对同一样品独立测定两次。两次测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

12 试验报告

试验报告应说明:

- 所有与识别样品有关的必需信息;
- 取样方法;
- 依据本部分所采用的方法;
- 本部分未规定或未列为可选的所有操作,以及可能影响测试结果的其他因素;
- 测试结果;
- 如果检验了重复性,列出最终结果。

附录 A
(资料性附录)

六六六、滴滴涕异构体的名称和检出限

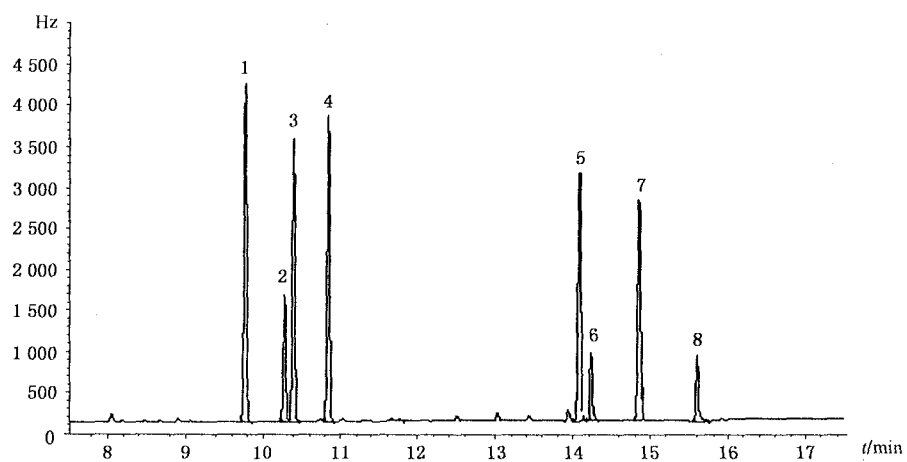
表 A.1 六六六、滴滴涕异构体的名称和检出限

英文名	中文名 ^a	检出限/($\mu\text{g}/\text{kg}$)
α -HCH 或 α -BHC	甲体-六六六	1
β -HCH 或 β -BHC	乙体-六六六	1
γ -HCH 或 γ -BHC	丙体-六六六	1
δ -HCH 或 δ -BHC	丁体-六六六	1
p, p' -DDE	p, p' -滴滴伊	1
o, p' -DDT	o, p' -滴滴涕	2
p, p' -TDE 或 p, p' -DDD	p, p' -滴滴滴	1
p, p' -DDT	p, p' -滴滴涕	3

^a 中文名出自 GB 4839—1998。

附录 B
(资料性附录)

六六六和滴滴涕标准气相色谱图



- 1— α -666;
- 2— β -666;
- 3— γ -666;
- 4— δ -666;
- 5— p, p' -DDE;
- 6— o, p' -DDT;
- 7— p, p' -DDD;
- 8— p, p' -DDT。

图 B.1 六六六和滴滴涕标准气相色谱图

参 考 文 献

- [1] GB/T 9695.19 肉与肉制品 取样方法
-