

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 13090—2006
代替 GB/T 13090—1999

饲料中六六六、滴滴涕的测定

Determination of HCH and DDT in feeds

2006-12-12 发布

2007-03-01 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

本标准是 GB/T 13090—1999《饲料中六六六、滴滴涕的测定》的修订版。

本标准与 GB/T 13090—1999 的主要差异：

——“方法定量检测限(MLQ)”统一为“方法最小检出限”，并降低检出限范围，满足饲料卫生标准的要求；

——分析步骤：增加净化方法二，提供一种高效、易于操作的前处理方法；增加浓缩步骤；

——检测条件：气相色谱柱温由 214℃ 恒温改为二级程序升温，目标化合物与杂质更好分离，降低干扰，提高方法的灵敏度。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：国家饲料质量监督检验中心(北京)。

本标准主要起草人：范理、高升、王彤、宋荣。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13090—1999；

——GB 13090—1991。

饲料中六六六、滴滴涕的测定

1 范围

本标准规定了饲料中六六六和滴滴涕残留量的气相色谱测定方法。

本标准适用于配合饲料、植物性原料及鱼粉中六六六、滴滴涕异构体及衍生物的残留量的测定。

本标准不适用于检测含有机氯农药七氯的产品。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 方法原理

样品中的六六六、滴滴涕采用含有少量丙酮的正己烷混合溶剂提取,过滤后定容,从中吸出一定量的提取液,净化后,正己烷洗脱液浓缩定容后直接注入气相色谱仪,电子捕获检测器检测,以外标法定性和定量。

本方法对各化合物的最小检出限见表1。

表1 化合物名称和方法最小检出限

通用名	ISO 1750 通用名	化学名称(IUPAC)	方法最小检出限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
六六六	HCH	六氯环己烷(有下列四个异构体)	
甲体六六六	α -HCH	1, 3, 5 / 2, 4, 6-六氯环己烷	0.8
乙体六六六	β -HCH	1, 2, 4, 5 / 3, 6-六氯环己烷	2.4
丙体六六六(林丹)	γ -HCH	1, 2, 3, 4, 5, 6-六氯环己烷	1.6
丁体六六六	δ -HCH	1, 2, 3 / 4, 5, 6-六氯环己烷	1.6
滴滴涕(DDT)	DDT	二氯二苯基三氯乙烷(有下列四种衍生物)	
对,对'-滴滴涕	p, p' -DDE	1, 1-二氯-2,2-双(4-氯苯基)乙烯	2
邻,对'-滴滴涕	o, p' -DDT	1, 1, 1-三氯-2-(2-氯苯基)-2-(4-氯苯基)乙烷	2
对,对'-滴滴涕	p, p' -DDD(TDE)	1, 1-二氯-2,2-双(4-氯苯基)乙烷	5
对,对'-滴滴涕	p, p' -DDT(DDT)	1, 1, 1-三氯-2,2-双(4-氯苯基)乙烷	8

4 试剂

除特殊规定外,本标准所用试剂均为色谱纯,水应符合 GB/T 6682 一级水要求。

4.1 异辛烷。

4.2 正己烷:沸程 67.5℃~69.5℃。

4.3 丙酮。

4.4 提取液:正己烷-丙酮混合溶剂(22+3)。