

DB 22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 1834—2013

人参浸膏中六六六、滴滴涕的测定 气相色谱法

Determination of BHC and DDT in gensen extrace—GC method

2013 - 05 - 15 发布

2013 - 09 - 01 实施

吉林省质量技术监督局 发 布

前 言

本标准参照GB/T1.1-2009和GB/T20001.4-2001给出的规则起草。

本标准由吉林出入境检验检疫局提出并归口。

本标准起草单位：珲春出入境检验检疫局、肇庆出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：张琦、李达、李晶、辛立、牛悦齐、宋立甫、史伟、赵玉芹。

人参浸膏中六六六、滴滴涕的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了人参浸膏中六六六、滴滴涕残留量的气相色谱测定方法。
本标准适用于白参浸膏、红参浸膏中六六六、滴滴涕残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法。

3 原理

试样采用甲醇-正己烷提取，浓缩后经浓硫酸磺化，采用气相色谱仪-电子捕获检测器测定，外标法定量。

4 试剂

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

4.1 浓硫酸。

4.2 甲醇（CH₃OH）：色谱纯。

4.3 正己烷（C₆H₁₄）：色谱纯。

4.4 甲醇-正己烷(1+2)：300 mL 甲醇（4.2）和 600 mL 正己烷（4.3）混匀。

4.5 农药标准品：六六六（ α -BHC，CAS 号：319-84-6； β -BHC，CAS 号：319-85-7； γ -BHC，CAS 号：58-89-9； δ -BHC，CAS 号：319-86-8）、滴滴涕（p,p'-DDE，CAS 号：72-55-9；o,p'-DDT，CAS 号：789-02-6；p,p'-DDT，CAS 号：50-29-3；p,p'-DDD，CAS 号：1022-22-6）。纯度不低于 98%。

4.6 标准溶液的配制：分别准确称取或量取上述农药标准品适量，用正己烷稀释成一定浓度的标准储备溶液。量取适量标准储备溶液，用正己烷稀释为系列混合标准溶液。

5 仪器

5.1 气相色谱仪：配备电子捕获检测器（ECD）。

5.2 旋转蒸发仪。

5.3 高速离心机：10 000 r/min。

5.4 超声波清洗机。

5.5 天平：感量 0.0001 g 和 0.01 g。

5.6 涡旋混合器。

6 分析步骤

6.1 提取与分配

称取约 1g 试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 离心管中，加入 30 mL 甲醇-正己烷（1+2）均质 3 min，超声提取 10 min 后离心，吸取上清液到 100 mL 分液漏斗中，残渣重复提取两次，合并上清液于分液漏斗，待净化。

6.2 净化

向分液漏斗中加入 2 mL 浓硫酸（4.1），盖上瓶塞，震荡 3~5 min，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，弃去下层。将分液漏斗中溶液全部转移至浓缩瓶中，旋转蒸发近干，用正己烷（4.3）定容至 1 mL，留待 GC 分析。

6.3 空白试验

除不称取试料外，均按 6.1、6.2 进行。

6.4 测定

6.4.1 气相色谱参考条件

6.4.1.1 色谱柱：DB-1701 石英毛细管柱，长 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μm；或等效柱。

6.4.1.2 柱温：升温程序

50 °C (1 min) $\xrightarrow{20\text{ °C/min}}$ 150 °C (1 min) $\xrightarrow{15\text{ °C/min}}$ 280 °C (10 min)。

6.4.1.3 进样口温度：250 °C。不分流进样，进样量 1 μL。

6.4.1.4 检测器：电子捕获检测器（ECD）温度 300 °C。

6.4.1.5 载气流速：氮气（N₂），流速 1 mL/min；尾吹，25 mL/min。

6.4.1.6 柱前压：0.5 MPa。

6.4.2 色谱分析

分别吸取 1 μL 混合标准液及试样净化液注入气相色谱仪中，记录色谱图，以保留时间定性，以试样和标准的峰高或峰面积比较定量。

6.4.3 色谱图

色谱图参见附录 A，出峰顺序为：α-六六六、β-六六六、γ-六六六、δ-六六六、p,p'-滴滴伊、o,p'-滴滴涕、p,p'-滴滴涕、p,p'-滴滴涕。

7 结果计算

用色谱数据处理机或按公式（1）计算试样中六六六、滴滴涕的残留量，计算结果需扣除空白值。

$$X = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中六六六、滴滴涕的残留量,单位为微克每千克 ($\mu\text{g/kg}$);

c ——从标准曲线读出的六六六、滴滴涕溶液浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——样液最终定容体积,单位为毫升 (mL);

m ——样液所代表的最终试样的质量,单位为克 (g)。

计算结果保留两位有效数字。

8 定量限、回收率

8.1 定量限

本标准方法定量限: α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC依次为0.82 $\mu\text{g/kg}$ 、0.92 $\mu\text{g/kg}$ 、1.17 $\mu\text{g/kg}$ 、1.5 $\mu\text{g/kg}$; p,p'-DDE、o,p'-DDT、p,p'-DDD、p,p'-DDT依次为0.42 $\mu\text{g/kg}$ 、1.6 $\mu\text{g/kg}$ 、0.63 $\mu\text{g/kg}$ 、1.7 $\mu\text{g/kg}$ 。

8.2 回收率

样品中六六六、滴滴涕的添加浓度及其回收率、精密度实验数据参见附录B。

9 精密度

9.1 重复性

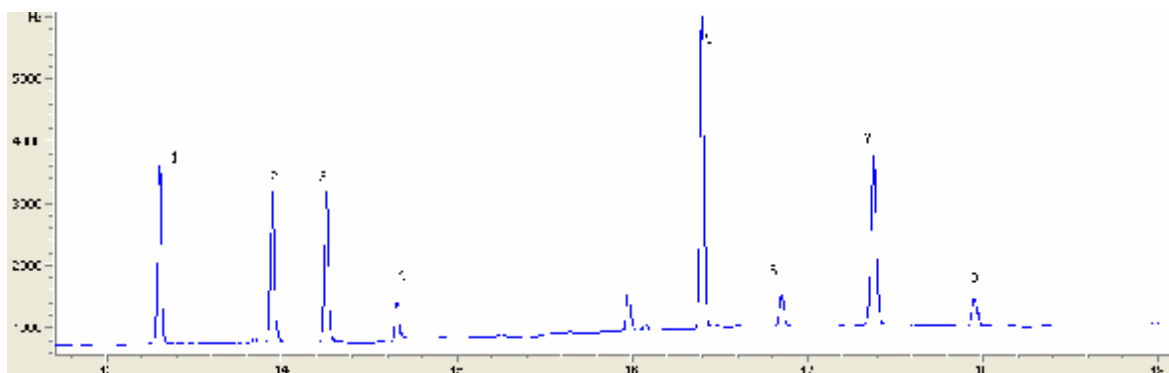
在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定结果的算术平均值的15 %。

9.2 再现性

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定结果的算术平均值的20 %。

附 录 A
(资料性附录)

六六六、滴滴涕标准溶液气相色谱图



图A. 1 六六六、滴滴涕标准溶液气相色谱图（浓度为 0.01 ug/mL）

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

附 录 B
(资料性附录)

不同添加水平回收率范围及重现性 (n=10)

表 B.1 各水平添加回收率及精密度结果

666-DDT	样品	添加水平 μg/kg	回收率范围 %	相对标准偏差 %
α-BHC	白参浸膏	5	85.6~97.0	3.55
		10	91.2~100.3	4.08
		50	95.2~98.9	1.36
	红参浸膏	5	79.0~106.6	8.88
		10	80.2~99.4	6.78
		50	88.7~97.2	2.78
β-BHC	白参浸膏	5	68.2~106.4	11.39
		10	82.3~96.4	4.33
		50	86.2~95.4	3.20
	红参浸膏	5	92.4~107.0	4.04
		10	97.6~112.4	4.95
		50	92.5~101.1	2.33
γ-BHC	白参浸膏	5	85.0~97.4	4.07
		10	96.7~100.5	2.59
		50	95.1~101.0	2.20
	红参浸膏	5	80.4~91.8	4.43
		10	79.1~90.1	4.04
		50	84.7~94.0	4.19
δ-BHC	白参浸膏	5	92.2~100.4	3.42
		10	85.1~99.6	5.21
		50	88.9~100.2	4.20
	红参浸膏	5	86.4~100.4	5.23
		10	86.9~102.1	5.85
		50	90.2~98.4	5.04
p,p'-DDD	白参浸膏	5	88.8~100.2	4.09
		10	82.0~95.5	4.91
		50	82.4~100.3	7.16
	红参浸膏	5	84.2~99.4	5.86
		10	85.7~96.4	4.15
		50	79.9~96.5	5.53

表 B.1 (续)

666-DDT	样品	添加水平 μg/kg	回收率范围 %	相对标准偏差 %
p,p'-DDE	白参浸膏	5	91.4~98.4	2.51
		10	86.8~95.6	2.97
		50	92.5~97.9	1.89
	红参浸膏	5	85.8~93.8	3.39
		10	95.8~98.5	0.95
		50	84.6~96.5	4.44
o,p'-DDT	白参浸膏	5	90.4~99.2	3.56
		10	85.8~93.2	2.5
		50	91.4~99.4	2.61
	红参浸膏	5	84.0~98.4	4.59
		10	87.5~94.4	2.58
		50	76.2~82.4	3.42
p,p'-DDT	白参浸膏	5	78.4~91.2	6.07
		10	80.8~86.2	2.74
		50	82.5~93.8	3.95
	红参浸膏	5	81.8~93.8	4.22
		10	82.5~87.8	2.12
		50	80.5~96.5	5.76