

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 8381.8—2005

GB/T 8381.8—2005

饲料中多氯联苯的测定 气相色谱法

Determination of polychlorobiphenyls (PCBs) in feed—
Gas chromatography

中华人民共和国
国家标准
饲料中多氯联苯的测定
气相色谱法
GB/T 8381.8—2005

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

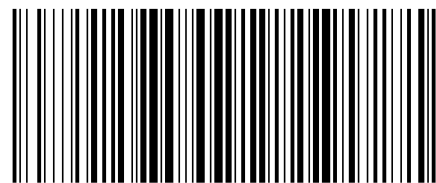
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2006年2月第一版 2006年2月第一次印刷

*
书号: 155066·1-26936 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 8381.8—2005

2005-09-05 发布

2006-02-01 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

层析柱 A: 装入 10 g 无水硫酸钠轻轻敲实。

层析柱 B: 先装入 1 cm 高的无水硫酸钠, 再将 3 g 硅胶放入小烧杯中, 加入 20 mL 正己烷, 边用玻璃棒搅拌边倒入层析柱中, 装实后, 上层装入 1 cm 高的无水硫酸钠。

6 试样制备

按 GB/T 14699.1 规定的方法采样, 选取有代表性的饲料样品至少 500 g, 四分法缩减至 100 g, 磨碎, 通过 0.45 mm 孔筛, 混匀, 装入密闭容器中, 避光低温保存备用。

7 分析步骤

7.1 提取

称取试样约 5 g, 精确至 0.001 g, 加入无水硫酸钠 (4.4) 10 g, 用滤纸包好置于索式提取器中, 加入正己烷 (4.1) 100 mL, 提取 10 h (回流速度 10 次/h~12 次/h), 冷却后, 提取液转入分液漏斗中。

7.2 净化

7.2.1 磺化

于提取液中加入浓硫酸 (4.3) (提取液和浓硫酸的比例是 10 : 1, 以体积计), 在分液漏斗中轻轻振荡, 静置分层, 弃去酸层。再按上述操作重复 1 次~2 次, 至酸液呈无色或淡黄色, 然后加入硫酸钠溶液 (4.7) 100 mL, 振荡, 静置分层, 弃去水层。重复上述操作一次。将正己烷液缓慢通过层析柱 A (5.6), 再用正己烷洗涤分液漏斗和层析柱 A。

7.2.2 硅胶柱净化

收集上述正己烷液于旋转蒸发器浓缩近干, 用 5 mL 正己烷 (4.1) 溶解, 置于层析柱 B, 用 40 mL 正己烷 (4.1) 洗脱, 控制流速为 30 滴/min, 收集正己烷于旋转蒸发器, 浓缩近干, 用正己烷 (4.1) 定容至 2.0 mL, 待气相色谱测定。

注: 装柱、上样及洗脱过程中, 始终保持液面不低于硅胶层上平面。

7.3 测定

7.3.1 色谱条件

色谱柱: DB-1, 柱长 30 m, 内径 0.25 mm, 膜厚 0.25 μm, 或同等极性同等规格柱;

柱温: 100℃ (2 min) $\xrightarrow{15^\circ\text{C}/\text{min}}$ 160℃ $\xrightarrow{5^\circ\text{C}/\text{min}}$ 270℃ (5 min);

进样口温度: 280℃;

检测器温度: 300℃;

进样方式: 不分流进样;

载气: 氮气 (纯度 ≥ 99.99%), 1 mL/min;

补充气: 氮气 (纯度 ≥ 99.99%), 50 mL/min。

7.3.2 定性定量方法

定性: 被测样品色谱图与标准品 Aroclor1242 色谱图进行峰形拟合, 保留时间法或相对保留时间法 (相对其中一个特定氯联苯) 定性。

定量: 分别计算标准溶液及样品的特征识别峰峰面积之和, 外标法计算样品多氯联苯的残留量。

注: 特征识别峰的选择, 选取 5 个~10 个分离较好, 容易识别, 且避开 DDE 等杂质干扰的色谱峰。

7.4 空白试验

除不加试样外, 按上述条件及步骤进行空白实验。

7.5 结果的计算和表述

试样中多氯联苯残留量按式 (1) 计算:

$$X = \frac{A \times c \times V}{A_{\text{标}} \times m} \dots\dots\dots (1)$$

前 言

本标准是在参阅美国 EPA 环境标准 8082 及 SN 0201—1993《出口水产品中多氯联苯残留量检验方法》的基础上, 经过实验而建立的气相色谱检测方法。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准负责起草单位: 国家饲料产品质量监督检验中心 (北京)。

本标准主要起草人: 范理、张萍、高生、杨曙明。