

# 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

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  $\mu$ 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  $\mu$ 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  $\mu$ L,10  $\mu$ L,100  $\mu$ 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