



中华人民共和国国家标准

GB/T 14551—1993

生物质量 六六六和滴滴涕的测定 气相色谱法

Organisms quality—Determination of BHC
and DDT—Gas chromatography

1993-07-19 发布

1994-01-15 实施

国家环境保护局 发布

中华人民共和国国家标准

生物质量 六六六和滴滴涕的测定 气相色谱法

GB/T 14551—1993

Organisms quality—Determination of BHC and DDT—Gas chromatography

1 适用范围

- 1.1 本标准适用于生物(动物:如禽、畜、鱼、蚯蚓;植物:如粮食、水果、蔬菜、茶、藕)中六六六、滴滴涕的分析。
- 1.2 本法采用丙酮-石油醚提取,以浓硫酸净化,用带电子捕获检测器的气相色谱仪测定。
- 1.3 本方法的最低检测浓度为 0.000 04~0.004 87 mg/kg。

2 试剂和材料

2.1 载气

氮气,纯度 99.99%,经去氧管过滤,氧的含量小于 5 ppm,氢的含量小于 1.0 ppm。

2.2 配制标准样品和试样预处理时使用的试剂和材料

使用的试剂系分析纯,有机溶剂经重蒸,浓缩 20 倍用气谱测定无干扰峰。

- 2.2.1 色谱标准样品: α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、p、p'-DDE、o、p'-DDT、p、p'-DDD、p、p'-DDT,含量 98%~99%,色谱纯。
- 2.2.2 石油醚:沸程 60~90 C。
- 2.2.3 丙酮(CH₃COCH₃)。
- 2.2.4 异辛烷(C₈H₁₈)。
- 2.2.5 苯(C₆H₆):优级纯。
- 2.2.6 浓硫酸(H₂SO₄):密度为 1.84。
- 2.2.7 发烟硫酸(H₂SO₄·xSO₃)。
- 2.2.8 高氯酸(HClO₄):优级纯。
- 2.2.9 冰乙酸(CH₃COOH)。
- 2.2.10 无水硫酸钠(Na₂SO₄):在 300 C 烘箱中烘烤 4 h,备用。
- 2.2.11 硫酸钠溶液:20 g/L。
- 2.2.12 硅藻土:试剂级。
- 2.2.13 三氯甲烷(CHCl₃)。
- 2.2.14 助滤剂 Celite545。
- 2.2.15 脱脂棉(或玻璃棉):用丙酮回流 16 h,取出晾干后备用。
- 2.2.16 消化液:将 60%高氯酸及冰乙酸等体积混合。

2.3 制备色谱柱时使用的试剂和材料

- 2.3.1 色谱柱和填充物(3.6.5)。

2.3.2 涂渍固定液所用溶剂三氯甲烷(2.2.13)。

3 仪器

3.1 主要仪器:带电子捕获检测器的气相色谱仪。

3.2 控制载气的压力表及流量计。

3.3 进样器:全玻璃系统进样器。

3.4 记录器:与仪器相匹配的记录仪。

3.5 检测器。

3.5.1 类型:电子捕获检测器。

3.5.2 器件的特征:可采用 ^{63}Ni 放射源或高温 ^3H 放射源。

3.5.3 检测器极化电压可采用直流电源或脉冲电源。

3.6 色谱柱。

3.6.1 色谱柱数量:2~3支。

3.6.2 色谱柱特征:

3.6.2.1 材料:硬质玻璃。

3.6.2.2 尺寸:长1.8~2.0 m,内径2~3 mm。

3.6.3 色谱柱类型:螺旋状填充柱。

3.6.4 色谱柱预处理:经水冲洗后,在玻璃柱管内注满热洗液(60~70℃)。浸泡4 h,然后用水冲洗至中性,再用蒸馏水冲洗,烘干后进行硅烷化处理,将6%~10%的二氯二甲基硅烷甲醇溶液注满玻璃柱管,浸泡2 h,然后用甲醇清洗至中性烘干备用。

3.6.5 填充物。

3.6.5.1 载体:chromosorb W AW-DMCS 或者 chromosorb W AW-DMCS-HP,80~100目。

3.6.5.2 固定液:OV-17(甲基硅酮),最高使用温度350℃;QF-1 或 OV-210(三氯丙基甲基硅酮),最高使用温度250℃或275℃。

3.6.5.2.1 液相载荷:OV-17为1.5%;OV-210 或 QF-1为1.95%。

3.6.5.2.2 涂渍固定液的方法:根据担体的重量称取一定量的固定液,溶在三氯甲烷中,待完全溶解后,倒入盛有担体的烧杯中,再向其中加入三氯甲烷(2.2.10)至液面高出1~2 cm,摇匀后浸2 h。然后在红外灯下将溶剂挥发干或在旋转蒸发器上慢速蒸干。再置于120℃烘箱中,放置4 h后备用。

3.6.5.3 色谱柱的填充方法:将色谱柱的一端(接检测器)用硅烷化玻璃塞住,接真空泵,另一端接一漏斗,开动真空泵后将固定相徐徐倾入色谱柱内,并轻轻拍打色谱柱,使固定相在色谱柱内填充紧密,至固定相不再抽入柱内为止,装填完毕后,用硅烷化玻璃棉塞住色谱柱另一端。

3.6.5.4 色谱柱的老化:将填充好的色谱柱进口按正常接在汽化室上,出口空着不接检测器,先用较低载气流速,在略高于实际使用温度而不超过固定液的使用温度下处理4~6 h,然后逐渐提高载气流速老化24~48 h,再降低至使用温度,接上检测器后,如基线稳定即可使用。

3.6.6 柱效能:在给定条件色谱柱总分离效能即分离度要求不小于90%。

3.7 试样预处理时使用的仪器:

3.7.1 样品瓶:适宜的玻璃磨口瓶。

3.7.2 蒸发浓缩器。

3.7.3 脂肪提取器。

3.7.4 水浴锅。

3.7.5 振荡器。

3.7.6 万能粉碎机。

3.7.7 组织捣碎机。