

中华人民共和国国家标准

GB/T 9695.10—2008
代替 GB/T 9695.10—1988

肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定

Meat and meat products—Determination of BHC and DDT

2008-06-25 发布

2009-01-01 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

GB/T 9695 由以下部分组成：

- GB/T 9695.1《肉与肉制品 游离脂肪含量的测定》；
- GB/T 9695.2《肉与肉制品 脂肪酸测定》；
- GB/T 9695.3《肉与肉制品 铁含量测定》；
- GB/T 9695.4《肉与肉制品 总磷含量测定》；
- GB/T 9695.5《肉与肉制品 pH 测定》；
- GB/T 9695.6《肉制品 胭脂红着色剂测定》；
- GB/T 9695.7《肉与肉制品 总脂肪含量测定》；
- GB/T 9695.8《肉与肉制品 氯化物含量测定》；
- GB/T 9695.9《肉与肉制品 聚磷酸盐测定》；
- GB/T 9695.10《肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定》；
- GB/T 9695.11《肉与肉制品 氮含量测定》；
- GB/T 9695.13《肉与肉制品 钙含量测定》；
- GB/T 9695.14《肉制品 淀粉含量测定》。

- GB/T 9695.15《肉与肉制品 水分含量测定》；
- GB/T 9695.17《肉与肉制品 葡糖酸- δ -内酯含量的测定》；
- GB/T 9695.18《肉与肉制品 灰分测定》；
- GB/T 9695.19《肉与肉制品 取样方法》；
- GB/T 9695.20《肉与肉制品 锌的测定》；
- GB/T 9695.21《肉与肉制品 镁含量测定》；
- GB/T 9695.22《肉与肉制品 铜含量测定》；
- GB/T 9695.23《肉与肉制品 L(-)-羟脯氨酸含量测定》；
- GB/T 9695.24《肉与肉制品 胆固醇含量测定》；
- GB/T 9695.25《肉与肉制品 维生素 PP 含量测定》；
- GB/T 9695.26《肉与肉制品 维生素 A 含量测定》；
- GB/T 9695.27《肉与肉制品 维生素 B₁ 含量测定》；
- GB/T 9695.28《肉与肉制品 维生素 B₂ 含量测定》；
- GB/T 9695.29《肉制品 维生素 C 含量测定》；
- GB/T 9695.30《肉与肉制品 维生素 E 含量测定》；
- GB/T 9695.31《肉制品 总糖含量测定》。

本部分为 GB/T 9695 的第 10 部分。

本部分代替 GB/T 9695.10—1988《肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定》。

本部分与 GB/T 9695.10—1988 相比主要变化如下。

- 修改了六六六和滴滴涕标准工作液的浓度；
- 用毛细管色谱柱代替担体和固定液；
- 增加了绞肉机、旋转蒸发器和索式提取仪三种仪器；
- 修改了净化操作；
- 修改了计算公式；
- 增加了资料性附录 A 和附录 B。

本部分的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本部分由全国食品工业标准化技术委员会肉禽蛋制品分技术委员会提出并归口。

本部分起草单位：中国商业联合会商业标准中心、国家加工食品质量监督检验中心（广州）、广州市产品质量监督检验所。

本部分主要起草人：郭新东、邓鸿铃、罗海英、杜志峰、吴钟玲、郭茂章、吴玉玺。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 9695.10—1988。

肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定

1 范围

GB/T 9695 的本部分规定了肉和肉制品中六六六、滴滴涕残留量的测定方法。
本部分适用于肉和肉制品中六六六、滴滴涕残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 9695 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分达成

品(5.11)25 mg(准确至0.1 mg),分别置于250 mL容量瓶中,用正己烷(5.3)定容。配制成浓度约为100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的单一标准储备液。

贮存于4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中,可稳定一年。

5.13 混合储备液A:吸取各种农药单一标准储备液(5.12)5.00 mL于100 mL容量瓶中,用正己烷(5.3)定容,得到各种农药浓度约为5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合储备液A。贮存于4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中,可稳定半年。

5.14 混合储备液B:吸取混合储备液A(5.13)1.00 mL于10 mL容量瓶中,用正己烷(5.3)定容,得到各种农药浓度约为0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合储备液B。

5.15 混合标准工作液:吸取10.00 mL、5.00 mL、1.00 mL混合储备液A(5.13),分别置于三个100 mL容量瓶中,用正己烷(5.3)定容。分别吸取1.00 mL混合储备液B(5.14)于100 mL容量瓶和200 mL容量瓶中,用正己烷(5.3)定容。配制成各种农药浓度约为500 ng/mL 、250 ng/mL 、50 ng/mL 、5 ng/mL 、2.5 ng/mL 的混合标准工作液。

6 仪器和设备

玻璃器具使用前应洗涤,避免使用塑料容器和密封油脂,以免给溶剂引入杂质。

实验室常规仪器及下列仪器。

- 6.1 机械设备:用于试样的均质化。包括高速旋转的切割机,或多孔板的孔径不超过4 mm的绞肉机。
- 6.2 气相色谱仪:配备电子捕获检测器(ECD)。
- 6.3 旋转蒸发器。
- 6.4 全玻璃系统重蒸馏装置。
- 6.5 分析天平:可准确称重至0.1 mg。

7 取样

液(5.6),振摇后静置分层,弃去下层溶液,用滤纸吸除分液漏斗颈内外的水。提取液流经盛有约 15 g 无水硫酸钠(5.5)的漏斗,用石油醚(5.2)洗涤漏斗数次。合并滤液和洗液,旋转蒸发(6.3)浓缩至近干,用正己烷(5.3)定容至 1 mL,待测。

9.3 色谱参考条件

1. 色谱柱: 毛细管柱, 30 m × 0.25 mm ID, 0.25 μm film thickness, 5% Ph/95% MS.

- b) 载气: 高纯氮, 纯度 $\geq 99.999\%$; 恒流 1.0 mL/min;
- c) 柱温(程序升温): 初始温度为 70 °C, 以 15 °C/min 升至 280 °C, 于 280 °C 保持 8 min;
- d) 进样口温度: 270 °C;
- e) 检测器温度: 300 °C;
- f) 进样量为 1 μL, 不分流进样, 进样 1 min 后开阀。

9.4 测定

1. 将待测样品溶液(5.6)和混合标准溶液(5.7)分别注入气相色谱仪, 记录色谱图。

附录 A
(资料性附录)

六六六、滴滴涕异构体的名称和检出限

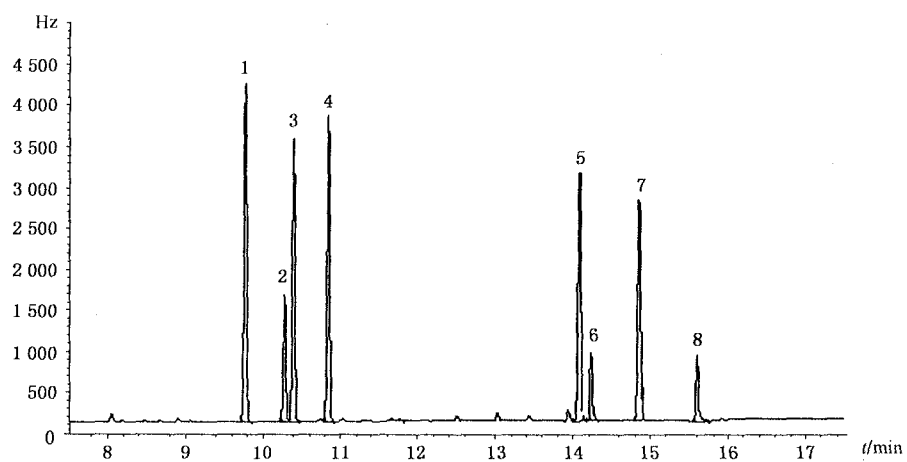
表 A.1 六六六、滴滴涕异构体的名称和检出限

英文名	中文名 ^a	检出限/($\mu\text{g}/\text{kg}$)
α -HCH 或 α -BHC	甲体-六六六	1
β -HCH 或 β -BHC	乙体-六六六	1
γ -HCH 或 γ -BHC	丙体-六六六	1
δ -HCH 或 δ -BHC	丁体-六六六	1
p,p' -DDE	p,p' -滴滴伊	1
o,p' -DDT	o,p' -滴滴涕	2
p,p' -TDE 或 p,p' -DDD	p,p' -滴滴滴	1
p,p' -DDT	p,p' -滴滴涕	3

^a 中文名出自 GB 4839—1998。

附录 B
(资料性附录)

六六六和滴滴涕标准气相色谱图



- 1— α -666;
- 2— β -666;
- 3— γ -666;
- 4— δ -666;
- 5— p, p' -DDE;
- 6— o, p' -DDT;
- 7— p, p' -DDD;
- 8— p, p' -DDT。

图 B.1 六六六和滴滴涕标准气相色谱图

参 考 文 献

- [1] GB/T 9695.19 肉与肉制品 取样方法