

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.19—2008
代替 GB/T 5009.19—2003

食品中有机氯农药 多组分残留量的测定

Determination of organochlorine pesticide multiresidues in foods

2008-12-03 发布

2009-03-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
第一法 毛细管柱气相色谱-电子捕获检测器法	
2 原理	1
3 试剂	1
4 仪器	2
5 分析步骤	2
5.1 试样制备	2
5.2 提取与分配	2
5.3 净化	2
5.4 测定	3
6 结果计算	3
7 精密度	3
第二法 填充柱气相色谱-电子捕获检测器法	
8 原理	3
9 试剂	4
10 仪器	4
11 分析步骤	4
11.1 试样制备	4
11.2 提取	4
11.3 气相色谱测定	4
11.4 色谱图	5
12 结果计算	5
13 精密度	5
附录 A (资料性附录) 不同基质试样的检出限	6
附录 B (资料性附录) 有机氯农药混合标准溶液的色谱图	7
附录 C (资料性附录) 方法的不确定度	8

前 言

本标准代替 GB/T 5009.19—2003《食品中六六六、滴滴涕残留量的测定》。

本标准与 GB/T 5009.19—2003 相比主要修改如下：

- 标准名称修改为《食品中有机氯农药多组分残留量的测定》。
- 增加了毛细管柱的气相色谱-电子捕获检测器法，作为第一法。该法与 GB/T 5009.19—2003 第一法的检测组分相比，增加了六氯苯，灭蚁灵，七氯及其代谢物环氧七氯，艾氏剂，狄氏剂，异狄氏剂及其裂解产物异狄氏剂醛和光解产物异狄氏剂酮，氯丹异构体顺氯丹、反氯丹及其代谢产物氧氯丹，硫丹异构体 α -硫丹、 β -硫丹和硫丹硫酸盐，五氯硝基苯及其代谢产物五氯苯基硫醚和五氯苯胺。本方法除了提供采用凝胶渗透色谱法进行样品提取液的净化方法外，也提供了全自动凝胶渗透色谱系统净化方法，供选择使用。
- 原 GB/T 5009.19—2003 的第一法作为本标准的第二法，即填充柱气相色谱-电子捕获检测器法，检测的组分为六六六和滴滴涕的残留量。
- 删除原 GB/T 5009.19—2003 的第二法。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准负责起草单位：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所。

本标准参加起草单位：北京市疾病预防控制中心、东南大学、浙江省疾病预防控制中心、沈阳市疾病预防控制中心、首都医科大学。

本标准主要起草人：第一法，吴永宁、赵云峰、陈惠京、栾燕、邵兵、王灿楠、任一平、封锦芳；第二法，王绪卿、陈惠京、林媛真。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 5009.19—1981、GB 5009.19—1985、GB/T 5009.19—1996、GB/T 5009.19—2003。

食品中有机氯农药 多组分残留量的测定

1 范围

本标准第一法规定了食品中六六六(HCH)、滴滴滴(DDD)、六氯苯、灭蚁灵、七氯、氯丹、艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、硫丹、五氯硝基苯的测定方法。第二法规定了食品中六六六、滴滴涕(DDT)残留量的测定方法。

本标准第一法适用于肉类、蛋类、乳类动物性食品和植物(含油脂)中 α -HCH、六氯苯、 β -HCH、 γ -HCH、五氯硝基苯、 δ -HCH、五氯苯胺、七氯、五氯苯基硫醚、艾氏剂、氧氯丹、环氧七氯、反式氯丹、 α -硫丹、顺式氯丹、 p, p' -滴滴伊(DDE)、狄氏剂、异狄氏剂、 β -硫丹、 p, p' -DDD、 o, p' -DDT、异狄氏剂醛、硫丹硫酸盐、 p, p' -DDT、异狄氏剂酮、灭蚁灵的分析。第二法适用于各类食品中HCH、DDT残留量的测定。

第一法测定的检出限随试样基质而不同,参见附录A。第二法的检出限:取样量2g,最终体积为5mL,进样体积为10 μ L时, α -HCH、 β -HCH、 γ -HCH、 δ -HCH依次为0.038 μ g/kg、0.16 μ g/kg、0.047 μ g/kg、0.070 μ g/kg; p, p' -DDE、 o, p' -DDT、 p, p' -DDD、 p, p' -DDT依次为0.23 μ g/kg、0.50 μ g/kg、1.8 μ g/kg、2.1 μ g/kg。

第一法 毛细管柱气相色谱-电子捕获检测器法

2 原理

试样中有机氯农药组分经有机溶剂提取、凝胶色谱层析净化,用毛细管柱气相色谱分离,电子捕获检测器检测,以保留时间定性,外标法定量。

3 试剂

- 3.1 丙酮(CH_3COCH_3):分析纯,重蒸。
- 3.2 石油醚:沸程30 $^{\circ}\text{C}$ ~60 $^{\circ}\text{C}$,分析纯,重蒸。
- 3.3 乙酸乙酯($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$):分析纯,重蒸。
- 3.4 环己烷(C_6H_{12}):分析纯,重蒸。
- 3.5 正己烷($n\text{-C}_6\text{H}_{14}$):分析纯,重蒸。
- 3.6 氯化钠(NaCl):分析纯。
- 3.7 无水硫酸钠(Na_2SO_4):分析纯,将无水硫酸钠置干燥箱中,于120 $^{\circ}\text{C}$ 干燥4h,冷却后,密闭保存。
- 3.8 聚苯乙烯凝胶(Bio-Beads S-X3):200目~400目,或同类产品。
- 3.9 农药标准品: α -六六六(α -HCH)、六氯苯(HCB)、 β -六六六(β -HCH)、 γ -六六六(γ -HCH)、五氯硝基苯(PCNB)、 δ -六六六(δ -HCH)、五氯苯胺(PCA)、七氯(Heptachlor)、五氯苯基硫醚(PCPs)、艾氏剂(Aldrin)、氧氯丹(Oxychlorane)、环氧七氯(Heptachlor epoxide)、反氯丹(*trans*-chlordane)、 α -硫丹(α -endosulfan)、顺氯丹(*cis*-chlordane)、 p, p' -滴滴伊(p, p' -DDE)、狄氏剂(Dieldrin)、异狄氏剂(Endrin)、 β -硫丹(β -endosulfan)、 p, p' -滴滴滴(p, p' -DDD)、 o, p' -滴滴涕(o, p' -DDT)、异狄氏剂醛(Endrin aldehyde)、硫丹硫酸盐(Endosulfan sulfate)、 p, p' -滴滴涕(p, p' -DDT)、异狄氏剂酮(Endrin ketone)、灭蚁灵(Mirex),纯度均应不低于98%。