



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.205—2007

---

## 食品中二噁英及其类似物毒性当量的测定

Determination of toxic equivalencies of dioxin and dioxin-like  
compounds in foods

2007-10-29 发布

2008-04-01 实施

---

中华人民共和国卫生部 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 目 次

|  |    |
|--|----|
| 前言 .....                                       | I  |
| 引言 .....                                       | II |
| 1 范围 .....                                     | 1  |
| 2 原理 .....                                     | 1  |
| 3 试剂和材料 .....                                  | 1  |
| 4 仪器与设备 .....                                  | 3  |
| 5 试样制备与净化 .....                                | 4  |
| 6 PCDD/Fs 色谱分析 .....                           | 9  |
| 7 DL-PCBs 的色谱分析 .....                          | 13 |
| 8 结果的计算与报告 .....                               | 17 |
| 9 质量保证(QA)和质量控制(QC) .....                      | 17 |
| 10 分析过程中的干扰及消除 .....                           | 18 |
| 11 污染防护和废弃物的管理 .....                           | 18 |
| 附录 A (规范性附录) 多氯代二苯并二噁英及呋喃和二噁英样多氯联苯毒性当量因子 ..... | 20 |
| 附录 B (规范性附录) 标准溶液 .....                        | 22 |
| 附录 C (规范性附录) 测定方法的技术要求 .....                   | 31 |
| 附录 D (资料性附录) 索氏提取装置及分析流程图 .....                | 40 |
| 附录 E (资料性附录) 精密度 .....                         | 53 |

## 前 言

本标准参考采用美国环境保护局(EPA)的“多氯代二苯并二噁英及多氯代二苯并呋喃(PCDD/Fs)高分辨气相色谱-高分辨质谱法(Tetra-through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS, EPA1613—1997)”和“水、土壤、飞灰和生物样品中多氯联苯(PCBs)的高分辨气相色谱-高分辨质谱法(Chlorinated biphenyl congeners in water, soil, sediment, biosolids and tissue by HRGC/HRMS, EPA1668A—1999)”。

本标准与 EPA1613—1997 和 EPA1668A—1999 方法的不同之处如下：

- 建立了针对世界卫生组织(WHO)已经规定毒性当量因子(TEF)的 17 种 2,3,7,8 位氯取代的 PCDD/Fs 和 12 种二噁英样多氯联苯(DL-PCBs)的同时测定方法；
- 将 EPA1613—1997 和 EPA1668A—1999 方法合并，建立二噁英及其类似物的毒性当量(TEQ)测定方法；
- 增加了有关利用液体管理系统(FMS)进行全自动净化处理方法，发展了全面、有效的净化技术。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 为规范性附录，附录 D 和附录 E 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。

本标准由中国疾病预防控制中心营养与食品安全所负责起草，中国科学院生态环境研究中心、深圳市疾病预防控制中心、浙江省疾病预防控制中心和北京大学参加起草。

本标准主要起草人：吴永宁、郑明辉、李敬光、赵云峰、张建清、韩见龙、陈左生。

## 引 言

国际食品法典委员会(CAC)的食品添加剂与污染物委员会(CCFAC)将具有毒性当量的二噁英及其类似物列入制标议程,正收集食品中二噁英及其类似物的污染水平和人体暴露数据,并制定了控制食品污染措施的操作规范;欧盟已经制定了包括食品中多氯代二苯并二噁英及多氯代二苯并呋喃(PCDD/Fs)和二噁英样多氯联苯(DL-PCBs)在内的二噁英及其类似物毒性当量(TEQ)允许限量标准。为了对食品中二噁英及其类似物进行有效监控,需要发展国际认可的超痕量分析技术。

食品中二噁英及其类似物分析属超痕量(pg~fg)、多组分(多氯代二苯并二噁英(PCDDs)有75种、多氯代二苯并呋喃(PCDFs)有135种、PCBs有209种同系物异构体)和复杂的前处理技术,对特异性、选择性和灵敏度的要求极高,成为当今食品和环境分析领域的难点,其检测能力体现了一个国家在该领域的研究水平。

美国环境保护局(EPA)根据二噁英及其类似物痕量分析的技术要求,采用同位素稀释的高分辨气相色谱-高分辨质谱联用技术(HRGC-HRMS)分别建立测定PCDD/Fs的EPA1613标准方法(1997B版)和测定多氯联苯的EPA1668A—1999方法,以满足二噁英及其类似物的超痕量分析需要。

本标准修改采用EPA1613—1997方法和EPA1668A—1999方法,提出适合我国的检测食品中二噁英及其类似物痕量需要的标准化方法。

### 警告:

1. PCDD/Fs和DL-PCBs为剧毒化合物,并具有致癌性和生殖内分泌毒性。为此,处理含PCDD/Fs和DL-PCBs样品应与放射性物质或传染性物质一样,值得高度重视。
2. 实验室应具备良好的通风条件,同时应严格控制出入实验室的人员。
3. 本标准中所用的试剂和化学品都有一定的毒性,对健康具有潜在的危害,应尽量减少接触。操作PCDD/Fs和DL-PCBs的人员需要经过安全知识培训,且训练有素。
4. 推荐实验室购买经过稀释的标准溶液。如果需要制备储备溶液,应在通风橱中进行,并且应戴上防毒面罩。

# 食品中二噁英及其类似物毒性当量的测定

## 1 范围

本标准规定了食品中 17 种 2,3,7,8-取代的多氯代二苯并二噁英(PCDDs)、多氯代二苯并呋喃(PCDFs)和 12 种二噁英样多氯联苯(DL-PCBs)含量及二噁英毒性当量(TEQ)的测定方法。

本标准适用于附录 A 的表 A.1 中规定的食品中 17 种 2,3,7,8-取代多氯代二苯并二噁英及多氯代二苯并呋喃(PCDD/Fs)和 12 种 DL-PCBs 含量及其 TEQ 的测定。

本标准的检测限:2,3,7,8-四氯代二苯并二噁英(2,3,7,8-TCDD)和 2,3,7,8-四氯代二苯并呋喃(2,3,7,8-TCDF)为 0.04 ng/kg、八氯代二苯并二噁英(OCDD)和八氯代二苯并呋喃(OCDF)为 0.40 ng/kg、其余 PCDD/Fs 为 0.20 ng/kg、DL-PCB 为 1.00 ng/kg。

## 2 原理

应用高分辨气相色谱-高分辨质谱联用技术,在质谱分辨率大于 10 000 的条件下,通过精确质量测量监测目标化合物的两个离子,获得目标化合物的特异性响应。以目标化合物的同位素标记化合物为定量内标,采用稳定性同位素稀释法准确测定食品中 2,3,7,8 位氯取代 PCDD/Fs 和 DL-PCBs 的含量;并以各目标化合物的毒性当量因子(TEF)与所测得的含量相乘后累加,得到样品中二噁英及其类似物的毒性当量(TEQ)。

## 3 试剂和材料

### 3.1 有机溶剂

以下有机溶剂均为农残级,浓缩 10 000 倍后不得检出二噁英及其类似物。

- 3.1.1 丙酮。
- 3.1.2 正己烷。
- 3.1.3 甲苯。
- 3.1.4 环己烷。
- 3.1.5 二氯甲烷。
- 3.1.6 乙醚。
- 3.1.7 甲醇。
- 3.1.8 正壬烷。
- 3.1.9 异辛烷。

### 3.2 标准溶液

#### 3.2.1 PCDD/Fs 标准溶液

本标准推荐使用 EPA1613—1997 规定的标准溶液,各实验室可根据具体情况选用相当的标准品。

3.2.1.1 校正和时间窗口确定的标准溶液(CS3WT 溶液):用壬烷配制,为含有天然和同位素标记 PCDD/Fs(定量内标、净化标准和回收率内标)的溶液,用于方法的校正和确证,并可以用于 DB5 毛细管柱(或等效柱)时间窗口确定和 2,3,7,8-TCDD 分离度的检查(见附录 B 的表 B.1)。

3.2.1.2 净化标准溶液:用壬烷配制的<sup>37</sup>Cl<sub>4</sub>-2,3,7,8-TCDD 溶液(浓度为 40 ng/mL±2 ng/mL)。

3.2.1.3 同位素标记定量内标的储备溶液:用壬烷配制的<sup>13</sup>C-PCDD/Fs 溶液(见附录 B 的表 B.2)。

3.2.1.4 回收率内标标准溶液:用壬烷配制的<sup>13</sup>C-1,2,3,4-TCDD 和<sup>13</sup>C-1,2,3,7,8,9-HxCDD 溶液(见附录 B 的表 B.3)。