



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.162—2008
代替 GB/T 5009.162—2003

动物性食品中有机氯农药和拟除虫菊酯 农药多组分残留量的测定

Determination of organochlorine pesticide and pyrethroid pesticide
multiresidues in animal original 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 气相色谱-质谱法	
2 原理	1
3 试剂	1
4 仪器	3
5 分析步骤	3
6 结果计算	5
7 精密度	5
第二法 气相色谱-电子捕获检测器法(GC-ECD)	
8 原理	5
9 试剂	5
10 仪器	6
11 分析步骤	6
12 结果计算	8
13 精密度	8
附录 A (资料性附录) 第一法(GC-MS)中各目标化合物时间窗口及定量离子	9
附录 B (资料性附录) 色谱图	11
附录 C (资料性附录) 方法的不确定度	16

前 言

本标准代替 GB/T 5009.162—2003《动物性食品中有机氯农药和拟除虫菊酯农药多组分残留量的测定》。

本标准与 GB/T 5009.162—2003 相比主要修改如下：

——将 GB/T 5009.162—2003 方法作为本标准的第二法。

——增加以稳定性同位素六氯苯和灭蚁灵为内标的气相色谱-质谱法(GC-MS)作为阳性样品的确证方法(第一法),且增加六氯苯,灭蚁灵,氯丹的异构体顺氯丹、反氯丹及其代谢产物氧氯丹,硫丹的异构体 α -硫丹、 β -硫丹和硫丹硫酸盐,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,五氯硝基苯及其代谢产物五氯苯基硫酸酯和五氯苯胺,丙烯菊酯,杀螨蟥及甲氰菊酯组分的检测。

——提供全自动凝胶渗透色谱系统进行净化的方法,供选择使用。

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。

本标准主要起草人:第一法,吴永宁、王绪卿、赵云峰、陈惠京、杨欣、杨大进;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/T 5009.162—2003。

动物性食品中有机氯农药和拟除虫菊酯 农药多组分残留量的测定

1 范围

本标准第一法规定了动物性食品中六六六、滴滴涕、六氯苯、七氯、环氧七氯、氯丹、艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、灭蚁灵、五氯硝基苯、硫丹、除螨酯、丙烯菊酯、杀螨蟥、杀螨酯、胺菊酯、甲氰菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯的气相色谱-质谱(GC-MS)测定方法。

本标准第二法规定了动物性食品中六六六、滴滴涕、五氯硝基苯、七氯、环氧七氯、艾氏剂、狄氏剂、除螨酯、杀螨酯、胺菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、 α -氰戊菊酯、溴氰菊酯的气相色谱-电子捕获器(GC-ECD)测定方法。

本标准第一法适用于肉类、蛋类、乳类食品及油脂(含植物油)中 α -六六六、六氯苯、 β -六六六、 γ -六六六、五氯硝基苯、 δ -六六六、五氯苯胺、七氯、五氯苯基硫醚、艾氏剂、氧氯丹、环氧七氯、反氯丹、 α -硫丹、顺氯丹、 p, p' -滴滴伊、狄氏剂、异狄氏剂、 β -硫丹、 p, p' -滴滴滴、 o, p' -滴滴涕、异狄氏剂醛、硫丹硫酸盐、 p, p' -滴滴涕、异狄氏剂酮、灭蚁灵、除螨酯、丙烯菊酯、杀螨蟥、杀螨酯、胺菊酯、甲氰菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯的确认分析。

本标准第二法适用于肉类、蛋类及乳类动物性食品中 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、五氯硝基苯、七氯、环氧七氯、艾氏剂、狄氏剂、除螨酯、杀螨酯、 p, p' -滴滴伊、 p, p' -滴滴滴、 o, p' -滴滴涕、 p, p' -滴滴涕、胺菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、 α -氰戊菊酯、溴氰菊酯等20种常用有机氯农药和拟除虫菊酯农药残留量分析。

本标准第一法的各种农药检出限($\mu\text{g}/\text{kg}$)为: α -六六六 0.20;六氯苯 0.20; β -六六六 0.20; γ -六六六 0.20;五氯硝基苯 0.50; δ -六六六 0.20;五氯苯胺 0.50;七氯 0.50;五氯苯基硫醚 0.50;艾氏剂 0.50;氧氯丹 0.20;环氧七氯 0.50;反氯丹 0.20; α -硫丹 0.50;顺氯丹 0.20; p, p' -滴滴伊 0.20;狄氏剂 0.20;异狄氏剂 0.50; β -硫丹 0.50; p, p' -滴滴滴 0.20; o, p' -滴滴涕 0.20;异狄氏剂醛 0.50;硫丹硫酸盐 0.50; p, p' -滴滴涕 0.20;异狄氏剂酮 0.50;灭蚁灵 0.20;除螨酯 0.50;丙烯菊酯 0.50;杀螨蟥 0.50;杀螨酯 0.50;胺菊酯 1.00;甲氰菊酯 1.00;氯菊酯 1.00;氯氰菊酯 2.00;氰戊菊酯 2.00;溴氰菊酯 2.00。

本标准第二法的各种农药检出限($\mu\text{g}/\text{kg}$)为: α -六六六 0.25; β -六六六 0.50; γ -六六六 0.25; δ -六六六 0.25;五氯硝基苯 0.25;七氯 0.50;环氧七氯 0.50;艾氏剂 0.25;狄氏剂 0.50;除螨酯 1.25;杀螨酯 1.25; p, p' -滴滴涕 0.50; o, p' -滴滴涕 0.50; p, p' -滴滴伊 0.60; p, p' -滴滴滴 0.75;胺菊酯 12.50;氯菊酯 7.50;氯氰菊酯 2.00; α -氰戊菊酯 2.50;溴氰菊酯 2.50。

第一法 气相色谱-质谱法

2 原理

在均匀的试样溶液中定量加入 ^{13}C -六氯苯和 ^{13}C -灭蚁灵稳定性同位素内标,经有机溶剂振荡提取、凝胶色谱层析净化,采用选择离子监测的气相色谱-质谱法(GC-MS)测定,以内标法定量。

3 试剂

3.1 丙酮(CH_3COCH_3):分析纯,重蒸。

3.2 石油醚:沸程 $30\text{ }^\circ\text{C}\sim 60\text{ }^\circ\text{C}$,分析纯,重蒸。