

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.190—2006
代替 GB/T 5009.190—2003

食品中指示性多氯联苯含量的测定

Determination of indicator polychlorinated biphenyls in foods

2006-09-14 发布

2007-01-01 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

前 言

本标准代替 GB/T 5009.190—2003《海产食品中多氯联苯的测定》。

本标准与 GB/T 5009.190—2003 相比主要变化如下：

——修改了标准的中文名称，改为《食品中指示性多氯联苯含量的测定》；

——修改采用加拿大环境保护局和国际乳品联盟的相关方法。

本标准第一法为气相色谱-质谱法，修改采用加拿大环境保护局 1997 年 3 月发布的《多氯联苯含量测定的推荐方法》(Environmental Protection Series: Reference method for the analysis of polychlorinated biphenyls)，方法编号为 EPS 1/RM/31。与 EPS 1/RM/31 方法的不同之处如下：

——增加了离子阱串联质谱的测定条件；

——增加了方法的重现性限和再现性限。

本标准第二法为气相色谱法，修改采用国际乳品联盟(IDF)1991 年发布的《奶及其制品中多氯联苯含量的测定方法》(Determination of polychlorinated biphenyls in milk and milk products)，方法编号为 IDF 130A:1991。与 IDF130A:1991 方法的不同之处如下：

——增加适用范围，扩大到动物源性产品；

——本标准以 PCB198 为内标，采用浓硫酸和碱性氧化铝的净化处理，按相对响应因子进行定量计算；

——增加了方法的准确度和精密度结果。

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录，附录 C、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：中国科学院生态环境研究中心、沈阳市疾病预防控制中心、福建省疾病预防控制中心、江苏省疾病预防控制中心、北京市疾病预防控制中心、北京大学。

本标准第一法主要起草人：李敬光、吴永宁、赵云峰、郑明辉、栾燕、傅武胜、邵兵、马永建、陈左生。

本标准第二法主要起草人：赵云峰、吴永宁、刘浩、李敬光、栾燕、郑明辉、邵兵、马永建。

本标准于 1988 年首次发布，2003 年第一次修订，本次为第二次修订。

引 言

多氯联苯(polychlorinated biphenyls, PCBs)是斯德哥尔摩公约中优先控制的 12 类持久性有机污染物之一。PCBs 理论上有 209 个同系物异构体,目前已在商品中鉴定出 130 种同系物异构体单体,其中大多数为非平面化合物。PCBs 化学性质极为稳定,难于被生物体降解,能够通过食物链富集,通常在生物样品和环境样品中同时存在。PCBs 对免疫系统、生殖系统、神经系统和内分泌系统均会产生不良影响,并且是导致与之接触过的人群发生癌症的一个可疑因素。1997 年 WHO 重新评估二噁英类化合物的毒性当量因子时将二噁英样 PCBs 也包括在内。由于二噁英样 PCBs 的测定需要采用高分辨质谱法,难以在普通实验室推广,为此联合国 GEMS/Food 中规定了 PCB28、PCB52、PCB101、PCB118、PCB138、PCB153 和 PCB180 作为 PCBs 污染状况的指示性单体(indicator PCBs)进行替代性监测。除职业暴露外,食物摄入是人类接触 PCBs 的主要途径,超过了人体接触量的 90%,动物性食品是其主要来源,因此监测食品中 PCBs 对于控制其危害十分重要。

我国颁布的 GB 2762—2005《食品中污染物限量》也是以指示性 PCBs 单体 PCB28、PCB52、PCB101、PCB118、PCB138、PCB153 和 PCB180 的总和作为 PCBs 的指标,并特别规定了 PCB138 和 PCB153 单体的允许限量。而我国原有的 GB/T 5009.190—2003《海产食品中多氯联苯的测定》已不能适应食品中 PCBs 痕量分析技术的发展要求,需要发展与 GB 2762—2005 配套的食品中指示性 PCBs 的标准化测定方法,以满足日常监测的需要。

本标准第一法修改采用加拿大环境保护局 1997 年 3 月发布的多氯联苯含量测定方法(编号为 EPS 1/RM/31),根据实验研究资料和验证性试验结果提出,适用于 20 种指示性 PCBs 单体的测定,包括 GEMS/Food 中规定的 PCB28、PCB52、PCB101、PCB118、PCB138、PCB153 和 PCB180。第二法是在参考 IDF 130A:1991 方法的基础上,根据实验研究资料和验证性试验结果提出,适用于 GEMS/Food 中规定的指示性 PCB28、PCB52、PCB101、PCB118、PCB138、PCB153 和 PCB180 的测定。

食品中指示性多氯联苯含量的测定

1 范围

本标准第一法规定了食品中包括全球环境监测系统/食品规划部分(GEMS/Food)中规定的PCB28、PCB52、PCB101、PCB118、PCB138、PCB153和PCB180在内的20种指示性PCBs含量的测定方法,第二法规定了GEMS/Food中规定的PCB28、PCB52、PCB101、PCB118、PCB138、PCB153和PCB180的测定方法。

本标准适用于鱼类、贝类、蛋类、肉类、奶类等动物源性食品及其制品和油脂类样品中指示性PCBs的测定。

本标准中的各指示性PCBs的定量限为 $0.5\ \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

第一法 稳定性同位素稀释的气相色谱-质谱法

2 原理

应用稳定性同位素稀释技术,在试样中加入 $^{13}\text{C}_{12}$ 标记的PCBs作为定量标准,索氏提取18 h~24 h,提取后的试样溶液经柱色谱层析净化、分离,浓缩后加入回收率内标,使用气相色谱-低分辨质谱联用仪,以四极杆质谱选择离子监测(SIM)或离子阱串联质谱多反应监测(MRM)模式进行分析,内标法定量。

3 试剂和材料

3.1 溶剂和柱填料

3.1.1 正己烷,农残级。

3.1.2 二氯甲烷,农残级。

3.1.3 丙酮,农残级。

3.1.4 甲醇,农残级。

3.1.5 异辛烷,农残级。

3.1.6 无水硫酸钠,优级纯。将市售无水硫酸钠装入玻璃色谱柱,依次用正己烷和二氯甲烷淋洗两次,每次使用的溶剂体积约为无水硫酸钠体积的两倍。淋洗后,将无水硫酸钠转移至烧瓶中,在 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘烤至干,然后在 $225\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘烤8 h~12 h,冷却后干燥器中保存。

3.1.7 浓硫酸,优级纯。

3.1.8 氢氧化钠,优级纯。

3.1.9 硝酸银,优级纯。

3.1.10 色谱用硅胶(100目~200目)。将市售硅胶装入玻璃色谱柱中,依次用正己烷和二氯甲烷淋洗两次,每次使用的溶剂体积约为硅胶体积的两倍。淋洗后,将硅胶转移到烧瓶中,以铝箔盖住瓶口置于烘箱中 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘烤至干,然后升温至 $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘烤8 h~12 h,冷却后装入磨口试剂瓶中,干燥器中保存。

3.1.11 44%酸化硅胶:称取活化好的硅胶100 g,逐滴加入78.6 g浓硫酸,振摇至无块状物后,装入磨口试剂瓶中,干燥器中保存。

3.1.12 33%碱性硅胶:称取活化好的硅胶100 g,逐滴加入49.2 g 1mol/L的氢氧化钠溶液,振摇至无块状物后,装入磨口试剂瓶中,干燥器中保存。

3.1.13 10%硝酸银硅胶:将5.6 g硝酸银溶解在21.5 mL去离子水中,逐滴加入50 g活化硅胶中,振