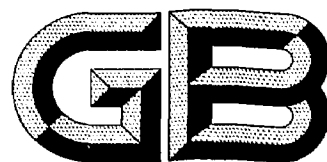


ICS 67.060
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 2795—2008
代替 GB/T 2795—1981

冻兔肉中有机氯及拟除虫菊酯类农药 残留的测定方法 气相色谱/质谱法

Method for determination of organochlorine and pyrethroid Pesticide
multiresidues in rabbit tissues—GC-MS method

2008-09-10 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

本标准代替 GB/T 2795—1981《出口冻兔肉六六六、滴滴涕残留量检验方法》。

本标准与 GB/T 2795—1981 相比主要区别如下：

——将原方法中的被分析物六六六、滴滴涕 8 种扩大到 24 种有机氯、3 种杀螨剂和 14 种拟除虫菊酯类农药；

——将填充柱更换为毛细柱；

——气相色谱-质谱同时确证和测定代替气相色谱-电子捕获检测器测定；

——方法的样品净化处理采用凝胶渗透色谱和固相萃取代替原方法的磺化处理法。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 均为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王云凤、葛宝坤、陈其勇、常春艳、高建会、王伟、宓捷波、刘有序、彭杨思、刘畅、赵孔祥。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 2795—1981。

冻兔肉中有机氯及拟除虫菊酯类农药 残留的测定方法 气相色谱/质谱法

1 范围

本标准规定了冻兔肉中 41 种有机氯及拟除虫菊酯类农药残留量气相色谱/质谱的测定方法。

本标准适用于冻兔肉中 α -666、 β -666、林丹、 δ -666、*o*、*p'*-滴滴涕、*p*、*p'*-滴滴伊、*p*、*p'*-滴滴涕、*o*、*p'*-滴滴涕、七氯、环氧七氯、艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、氯丹、四氯硝基苯、五氯硝基苯、 α -硫丹、 β -硫丹、硫丹硫酸盐、六氯苯、甲氧滴滴涕、氯菊酯、溴氰菊酯、氰戊菊酯、S 氰戊菊酯、甲氰菊酯、联苯菊酯、氯氰菊酯、胺菊酯、三氟氯氰菊酯、醚菊酯、氟氯氰菊酯、氟氰戊菊酯、苯醚菊酯、生物呋喃菊酯、乙酯杀螨醇、三氯杀螨醇、三氯杀螨砜、氯杀螨、杀螨特、溴螨酯 41 种农药残留量的测定。

2 原理

试样用环己烷+乙酸乙酯混合溶剂均质提取，提取液浓缩后经凝胶渗透色谱和固相萃取净化，浓缩，气相色谱-质谱仪检测，外标法定量。

3 试剂和材料

所有试剂除另有说明外，均为色谱纯，水为二次蒸馏水。

- 3.1 乙腈。
- 3.2 环己烷。
- 3.3 乙酸乙酯。
- 3.4 环己烷+乙酸乙酯混合溶剂(1+1, 体积比)。
- 3.5 正己烷。
- 3.6 正己烷饱和的乙腈: 向 100 mL 乙腈中加入 100 mL 正己烷, 充分振摇后, 静置分层, 取下层乙腈备用。
- 3.7 甲苯。
- 3.8 丙酮。
- 3.9 无水硫酸钠, 分析纯: 用前在 650 °C 灼烧 4 h, 储存于干燥器中, 冷却后备用。
- 3.10 中性氧化铝固相萃取小柱, 500 mg, 3 mL 或相当者: 用前使用 2 mL 正己烷饱和的乙腈活化。
- 3.11 农药标准物质: 纯度 $\geq 95\%$ 。
- 3.12 标准储备溶液。
- 3.13 准确称取 10 mg(精确至 0.1 mg)各农药标准物, 分别置于 10 mL 容量瓶中, 用甲苯溶解并定容至刻度。
- 3.14 混合标准溶液

按照农药的性质和保留时间, 将 41 种农药按照附录 A 中表 A.1 所规定的浓度分成四组, 用甲苯配制成混合标准溶液。混合标准溶液避光 4 °C 保存, 可使用 1 个月。

3.15 基质混合标准工作溶液

按照附录 A 中表 A.1 所规定的浓度, 分别取四组混合标准溶液 0、0.05、0.10、0.25、0.5 mL, 加样品空白基质提取液并定容至 1.0 mL, 混匀, 配成四组基质混合标准工作溶液, 用于绘制标准工作曲线。基质混合标准工作溶液使用前配制。