



中华人民共和国国家标准

GB/T 43819—2024

皮革 化学试验 杀虫剂残留量的测定

Leather—Chemical tests—Determination of pesticide residues content

(ISO 22517:2019, MOD)

2024-03-15 发布

2024-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂和材料	1
6 仪器和设备	2
7 取样及试样的制备	2
7.1 取样	2
7.2 试样的制备	2
8 试验步骤	2
8.1 萃取	2
8.2 净化	2
8.3 测定	3
8.4 空白试验	3
8.5 GC-MS 分析	3
8.6 定性定量测定	3
9 结果计算	4
10 方法的可行性	4
10.1 检出限	4
10.2 精密度	4
10.3 回收率	4
11 试验报告	4
附录 A (资料性) 本文件与 ISO 22517:2019 结构编号对照情况	5
附录 B (资料性) 本文件与 ISO 22517:2019 技术差异及其原因	6
附录 C (资料性) 24 种杀虫剂化合物信息	8
附录 D (资料性) GC-MS 条件和参数	9
附录 E (资料性) 24 种杀虫剂的保留时间、定量离子和定性离子及离子丰度比	10
附录 F (资料性) 每组监测离子的开始时间和保留时间	11
附录 G (资料性) 24 种杀虫剂标准品 GC-MS 选择离子色谱图	12
附录 H (资料性) 方法的精密度	13
附录 I (资料性) 方法的回收率($n=6$)	16
参考文献	19

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件修改采用 ISO 22517:2019《皮革 化学试验 杀虫剂残留量的测定》。

本文件与 ISO 22517:2019 相比，在结构上有较多调整。两个文件之间的结构编号变化对照一览表见附录 A。

本文件与 ISO 22517:2019 相比，存在较多技术差异，在所涉及的条款的外侧页边空白位置用垂直单线(⊥)进行了标示。这些技术差异及其原因一览表见附录 B。

本文件做了下列编辑性改动：

- 更改了混合溶液混合体积比的表述方式(见 5.5、5.6)；
- 更改了不同浓度对应的溶液名称(见 5.8、5.9)；
- 更改了标准工作溶液的浓度单位(见 5.10 和 8.3.1)；
- 更改了部分条标题的名称(见第 8 章)；
- 更改了相对离子丰度范围的表示方法(见 8.6)；
- 增加了对 GC-MS 分析测定的注(见 8.6)；
- 增加了公式编号(见第 9 章)；
- 更改了各种杀虫剂的排序(见附录 C)；
- 增加了附录中的表头名称(见附录 C、附录 E、附录 F 和附录 H)；
- 更改了“方法的精密度”的数据来源，并增加了各种杀虫剂的编号(见附录 H)；
- 更改了“方法的回收率”的数据表示方式(见附录 I)。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国皮革工业标准化技术委员会(SAC/TC 252)归口。

本文件起草单位：中华人民共和国榕城海关、集美大学、浙江盛汇化工有限公司、中纺标(深圳)检测有限公司、福州海关技术中心、中国皮革和制鞋工业研究院(晋江)有限公司、天创时尚股份有限公司、东莞市合标科技有限公司、福建省农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、泉州海关综合技术服务中心、埃欧孚(上海)检测技术有限公司、广州威廉史蒂芬商贸有限公司、中国皮革制鞋研究院有限公司、中轻检验认证有限公司。

本文件主要起草人：陈学灿、胡宗祥、戴金兰、王文琪、刘鹏、韦航、邹强、姜苏杰、倪兼明、屈兴合、王华丽、庞小兰、陈星、任可帅。

引 言

皮革中的杀虫剂残留主要来自于动物饲养和原皮防腐等过程,并通过人体皮肤接触或废弃后进入土壤再通过食物链进入人体。《鞋类 鞋类和鞋类部件中可能存在的重点化学物质 重点化学物质清单》技术报告(ISO/TR 16178)指出,皮革中可能存在 20 种对人类健康和环境有害的杀虫剂,其中滴滴涕(DDT)、林丹、硫丹等 10 种杀虫剂已被《关于持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约》(POPs 公约)列为禁用的有机杀虫剂,其残留易富集、易迁移、耐降解,进入人体后具有致癌、致畸、致突变、干扰内分泌等危害,目前已引起国际上的广泛关注。

目前国际上已形成对皮革中杀虫剂残留量测定的方法标准,但我国尚未有相关标准,为相关产品在生产和贸易中的质量控制带来了一定的困难。为指导企业防控皮革及其制品中的杀虫剂残留,提高产品质量,保护消费者和环境安全,加强市场安全监管 and 环境保护,规范市场秩序,评估皮革行业防控持久性有机污染物的成效和完善防控措施,加快科学研究和技术交流合作,加快推进行业绿色发展,急需制定标准,以满足行业需求。

本文件的发布机构提请注意,声明符合本文件时,可能涉及到第 8 章试验步骤相关的专利的使用。

本文件的发布机构对于该专利的真实性、有效性和范围无任何立场。

该专利持有人已向本文件的发布机构承诺,他愿意同任何申请人在合理且无歧视的条款和条件下,就专利授权许可进行谈判。该专利持有人的声明已在本文件的发布机构备案。相关信息可以通过以下联系方式获得:

专利持有人姓名:泉州海关综合技术服务中心;福建省农业科学院农业质量标准与检测技术研究所
地址:福建省泉州市丰泽区刺桐东路南段 110 号;福建省福州市鼓楼区五四路 247 号
邮编:362200;350003

请注意除上述专利外,本文件的某些内容仍可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

皮革 化学试验 杀虫剂残留量的测定

警告：部分杀虫剂可能会对人体有潜在的危害性，该类物质的任何处理和处置应严格按照适用的健康和安要求要求进行；试验时应遵循良好的实验室操作规范，采取必要的安全措施。

1 范围

本文件描述了气相色谱-质谱(GC-MS)法测定皮革中 24 种杀虫剂残留量的试验方法。
本文件适用于各种类型的皮革及其制品中杀虫剂残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 39364 皮革 化学、物理、机械和色牢度试验 取样部位(GB/T 39364—2020, ISO 2418:2017, MOD)

QB/T 2716 皮革 化学试验样品的准备(QB/T 2716—2018, ISO 4044:2008, MOD)

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

用正己烷-乙酸乙酯混合溶液(体积比 1:1)超声萃取皮革试样，经固相萃取柱净化后，净化液采用 GC-MS 法检测和确认，外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有规定，所用试剂均为分析纯。

5.1 正己烷，色谱纯。

5.2 乙酸乙酯，色谱纯。

5.3 乙腈，色谱纯。

5.4 甲苯，色谱纯。

5.5 正己烷-乙酸乙酯混合溶液，将正己烷(5.1)和乙酸乙酯(5.2)按体积比 1:1 混合。

5.6 乙腈-甲苯混合溶液，将乙腈(5.3)和甲苯(5.4)按体积比 3:1 混合。

5.7 24 种杀虫剂(见附录 C)标准品，纯度 $\geq 97\%$ 。

5.8 杀虫剂标准储备溶液，称取适量的每种杀虫剂标准品(精确至 0.1 mg)，用少量正己烷(5.1)溶解后配制质量浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液，也可选用市售标准储备溶液。

5.9 杀虫剂混合标准溶液，准确移取一定体积的各杀虫剂标准储备溶液(5.8)至容量瓶中，用正己烷