

中华人民共和国国家标准

农业部 783 号公告 —3— 2006

水产品中敌百虫残留量的测定 气相色谱法

Determination of trichlorfon residues in fishery products
Gas chromatography

2006-12-19 发布

2006-12-19 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国水产标准化技术委员会水产品加工分技术委员会归口。

本标准由中国水产科学研究院黑龙江水产研究所负责起草。

本标准主要起草人：卢彤岩，刘永，刘红柏，赵吉伟，刘芳萍，刘玉芹。

水产品中敌百虫残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了水产品及水产加工品中敌百虫残留量气相色谱测定方法。

本标准适用于水产品及水产加工品可食部分中敌百虫残留量的检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

样品中的敌百虫用乙腈提取,乙酸锌去脂,三氯甲烷萃取,用配有火焰光度检测器的气相色谱仪测定,敌百虫分解成亚磷酸二甲酯和三氯乙醛,以亚磷酸二甲酯外标法定量。

4 试剂

本标准所用试剂在亚磷酸二甲酯出峰处应无干扰峰。除另有说明外,所用试剂均为分析纯;试验用水应符合 GB/T 6682 一级水的要求。

4.1 乙腈:优级纯。

4.2 三氯甲烷:优级纯。

4.3 乙酸乙酯:优级纯。

4.4 乙酸锌。

4.5 无水硫酸钠:经 650℃灼烧 4 h,置于干燥器内备用。

4.6 20 g/L 硫酸钠溶液:将 2 g 无水硫酸钠溶于 100 mL 去离子水中。

4.7 敌百虫标准品:纯度 $\geq 98.0\%$ 。

4.8 敌百虫标准溶液:准确称取适量的敌百虫标准品,用乙酸乙酯配成浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液,根据需要再用乙酸乙酯稀释成适当浓度的标准工作液。

4.9 1+9 乙腈溶液:将 1 份水加入到 9 份乙腈中。

4.10 2+9 乙腈溶液:将 2 份水加入到 9 份乙腈中。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪:配有火焰光度检测器(具 526 nm 磷滤光片)

5.2 均质器

5.3 离心机

5.4 旋转蒸发器

5.5 振荡器

5.6 离心管:5 mL、50 mL

5.7 旋涡混合器

5.8 分液漏斗:250 mL

5.9 梨形瓶:250 mL

5.10 无水硫酸钠柱:8.0 cm×1.5 cm(内径)玻璃柱,内装 2 cm 高无水硫酸钠。

6 色谱条件

气相色谱条件包括:

6.1 色谱柱:DB-225 毛细管柱,30 m×0.25 μm×0.32 mm;或与之性能相当者。

6.2 柱温:70℃(保持 1 min),10℃/min 升至 180℃(保持 2 min),30℃/min 升至 230℃(保持 2 min)。

6.3 进样口温度:280℃,不分流进样(使用分流/不分流衬管,衬管中带玻璃纤维)。

6.4 检测器温度:250℃。

6.5 载气:高纯氮,纯度≥99.999%,1.8 mL/min。

6.6 氢气:纯度 99.9%。

6.7 进样方式:不分流进样。

6.8 进样量:1 μL。

7 测定步骤

7.1 样品预处理

鱼去鳞、去皮沿背脊取肌肉;虾去头、去壳取可食肌肉部分;蟹、甲鱼等取可食部分。所取样品切为不大于 0.5 cm×0.5 cm×0.5 cm 的小块后混匀。将样品于 -18℃ 以下冷冻保存。

7.2 提取

称取样品 5 g(精确到 0.01 g)于 50 mL 离心管中,加入 0.5 g 乙酸锌,再加入 20 mL 1+9 乙腈水溶液(干制样品加入 2+9 乙腈水溶液),均质器均质 1 min,以 4 000 r/min 离心 3 min,将上层清液转移至 250 mL 分液漏斗中。离心管中残渣再加入 20 mL 乙腈,均质 1 min,以 4 000 r/min 离心 3 min,合并提取液于同一 250 mL 分液漏斗中。

7.3 净化

在盛有提取液的 250 mL 分液漏斗中加入 100 mL 硫酸钠水溶液,振荡混匀,加入 30 mL 三氯甲烷,剧烈振荡混匀 3 min,静止分层,将下层三氯甲烷通过无水硫酸钠柱,上层再加入 30 mL 三氯甲烷,再重复提取 2 次,萃取液合并至 250 mL 梨形瓶中,用旋转蒸发器浓缩至干,定量加入 1.0 mL 乙酸乙酯溶解残留物,供气相色谱测定。

7.4 色谱测定

根据样液中敌百虫的含量情况,选定浓度与样液相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中敌百虫响应值均应在仪器检测线性范围内。标准工作溶液和样液等体积参差进样测定。在上述色谱条件下,敌百虫热分解产物亚磷酸二甲酯的保留时间约为 4.6 min。敌百虫分解产物亚磷酸二甲酯色谱图见附录 A。

7.5 空白试验

除不加试样外,均按上述步骤进行。

8 结果计算和表达

样品中敌百虫残留量按下式计算。计算结果须扣除空白。

$$X = \frac{A \times c \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X —— 试样中敌百虫残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- A —— 样液中敌百虫热分解产物亚磷酸二甲酯的峰面积;
- A_s —— 标准工作液中敌百虫热分解产物亚磷酸二甲酯的峰面积;
- c —— 标准工作液中敌百虫的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V —— 样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- m —— 最终样液所代表的试样质量,单位为克(g)。

9 方法回收率

标准添加浓度为 0.04 mg/kg~1.00 mg/kg 时,回收率≥75%。

10 方法检出限

本方法检出限为 0.04 mg/kg。

11 方法精密度

本方法精密度≤10%。

12 方法线性范围

本方法线性范围:0.4 μg/mL~25.0 μg/mL。

附录 A

(资料性附录)

敌百虫分解产物亚磷酸二甲酯标准色谱图

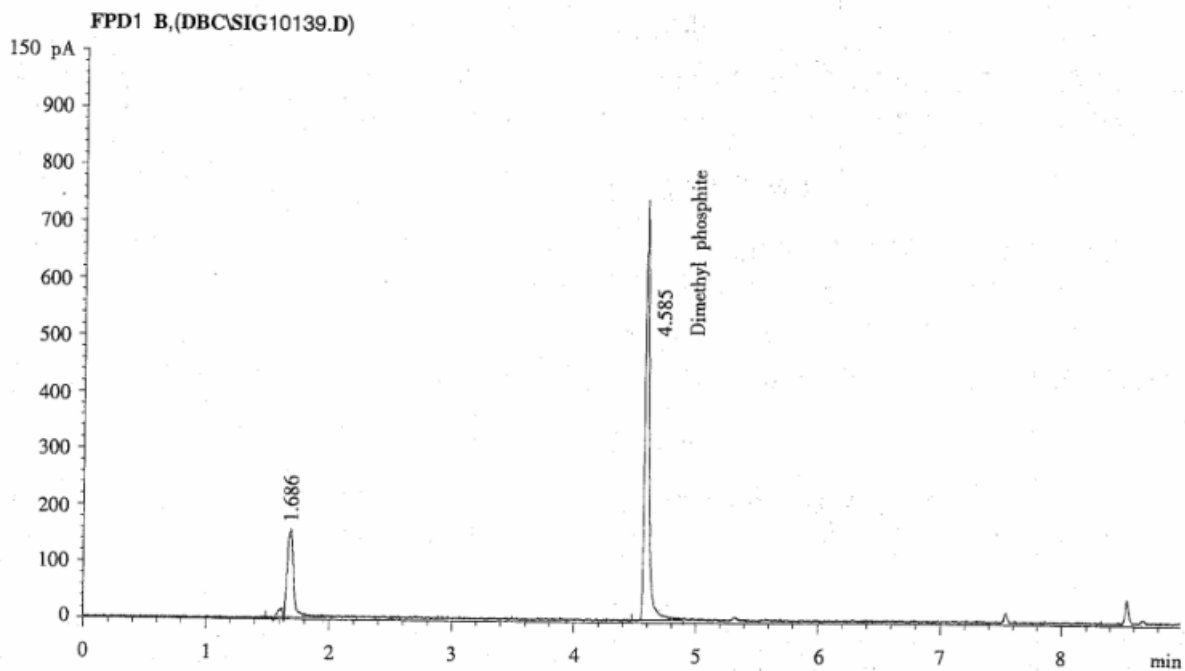


图 A.1 敌百虫分解产物亚磷酸二甲酯标准色谱图