



中华人民共和国水产行业标准

SC/T 3034—2006

水产品中三唑磷残留量的测定 气相色谱法

Determination of triazophos in fishery product
Gas Chromatography

2006-12-06 发布

2007-02-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准附录 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。

本标准起草单位：农业部水产品质量监督检验测试中心(上海)。

本标准主要起草人：蔡友琼、黄冬梅、于慧娟、钱蓓蕾、李庆、沈晓盛、毕士川。

水产品中三唑磷残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了水产品中三唑磷残留量的气相色谱测定方法。
本标准适用于水产品可食部分中三唑磷残留量的测定。

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

样品中的三唑磷以二氯甲烷提取,经净化、反相萃取、浓缩后,用配有氮磷检测器(或火焰光度检测器)的气相色谱仪测定,外标法定量。

4 试剂

本标准所用试剂在三唑磷出峰处应无干扰峰。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 二氯甲烷:色谱纯。
- 4.2 正己烷。
- 4.3 正己烷:色谱纯。
- 4.4 甲醇:色谱纯。
- 4.5 80%甲醇溶液:80 mL 甲醇加 20 mL 水。
- 4.6 5%氯化钠溶液:25 g 氯化钠,加水 500 mL 溶解。
- 4.7 三唑磷标准溶液:100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 丙酮溶液。
- 4.8 三唑磷标准工作液:使用前,取三唑磷标准溶液用正己烷(4.3)稀释成所需浓度。

5 仪器

- 5.1 气相色谱仪:配氮磷检测器或火焰光度检测器(具 526 nm 磷滤光片)。
- 5.2 电子天平:感量 0.000 1 g。
- 5.3 均质机。
- 5.4 离心机:0~5 000 r/min。
- 5.5 旋转蒸发仪。
- 5.6 电热恒温水浴锅。
- 5.7 氮吹仪。
- 5.8 旋涡混合器。

6 色谱条件

6.1 色谱柱:DB-5 毛细管柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm;或与之相当色谱柱。

6.2 载气:高纯氮,流速 1.5 mL/min。

6.3 进样口温度:250℃

6.4 柱温:

6.4.1 氮磷检测器:初始柱温 150℃,10℃/min 升至 220℃,维持 8min,40℃/min 升至 280℃,维持 10 min。

6.4.2 火焰光度检测器:初始温度 150℃,以 10℃/min 升温至 250℃,保持 6 min。

6.5 检测器:选择下列一种检测器。

6.5.1 氮磷检测器:氢气 3.0 mL/min,空气 60 mL/min,尾吹气 5.0 mL/min。

6.5.2 火焰光度检测器:尾吹气 60 mL/min,氢气 75 mL/min,空气 100 mL/min。载气流速 1.5 mL/min。

6.5.3 检测器温度:

6.5.3.1 氮磷检测器:300℃。

6.5.3.2 火焰光度检测器:250℃。

6.6 进样方式及进样量:不分流进样,1 μL。

7 测定步骤

7.1 样品处理

7.1.1 取样

鱼,去鳞、去皮,沿脊背取肌肉;虾,去头、去壳,取肌肉部分;贝类,去壳,取可食部分(包括体液)。样品均质混匀,备用。

7.1.2 提取

称取样品 10 g(精确到 0.01 g),置于 50 mL 玻璃离心管中,加入 30 mL 二氯甲烷,均质机均质 1 min,4 000 r/min 离心 5 min,将二氯甲烷层转移至 100 mL 梨形瓶中,再用 20 mL 二氯甲烷重复提取两次,合并二氯甲烷提取液于梨形瓶中,35℃ 水浴中减压旋转蒸发至近干。

7.1.3 净化

向梨形瓶中加入 5 mL 80% 甲醇溶液(4.5)溶解残留物,转移至 50 mL 离心管中,再向梨形瓶中加入 5 mL 甲醇溶液重复操作;向离心管中加 10 mL 正己烷(4.2),振荡混合 1 min,4 000 r/min 离心 5 min,去除上层正己烷相,再向离心管中加 10 mL 正己烷(4.2),重复去脂一次。将下层溶液转移至梨形瓶中,于 40℃ 水浴中减压旋转缓慢蒸发至无馏出液为止。

7.1.4 反萃

向梨形瓶中加入 10 mL 5% 氯化钠溶液(4.5)溶解残留物,并转移至 50 mL 离心管中,再用 5 mL 5% 氯化钠溶液重复一次,合并至离心管中;向梨形瓶中加入 20 mL 正己烷(4.3),清洗梨形瓶,并转移至离心管中,振荡 5 min,用 4 000 r/min 离心 5 min,吸取正己烷层至梨形瓶中,再向离心管中加入 20 mL 正己烷(4.3)重复提取两次,合并正己烷层,35℃ 水浴中减压旋转缓慢蒸发,浓缩至 3 mL~4 mL。将梨形瓶中残留溶液移至 8 mL 离心管中,用 1 mL 正己烷(4.3)清洗梨形瓶,并入上述离心管中,于 50℃ 砂浴氮吹至干,加 1 mL 正己烷(4.3),于旋涡混合中混合溶解,供气相色谱分析用。

7.2 色谱测定

分别注入 1 μL 适当浓度的三唑磷标准使用液及样品溶液于气相色谱仪中,按色谱条件进行分析,

记录峰面积或峰高,响应值应在仪器检测的线性范围之内。根据标准溶液的保留时间定性,外标法定量。

8 计算

样品中三唑磷的含量按公式(1)计算。

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

式中:

X ——样品中三唑磷含量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

C_s ——标准溶液含量,单位为纳克每毫升(ng/mL);

A ——样品中三唑磷的峰面积或峰高;

V ——样品经提取和净化后的定容体积,单位为毫升(mL);

A_s ——标准溶液的峰面积或峰高;

m ——样品质量,单位为克(g)。

结果保留小数点后二位。

9 方法回收率

标准添加浓度为 $10 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 100 \mu\text{g}/\text{kg}$ 时,回收率 $\geq 70\%$ 。

10 方法检出限

本方法检出限: $10 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

11 精密度

两次平行测定结果相对标准偏差 $\leq 15\%$ 。

12 方法的线性范围

本方法的线性范围:三唑磷标准溶液浓度为 $0.1 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 10 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

附录 A
(资料性附录)
色谱图

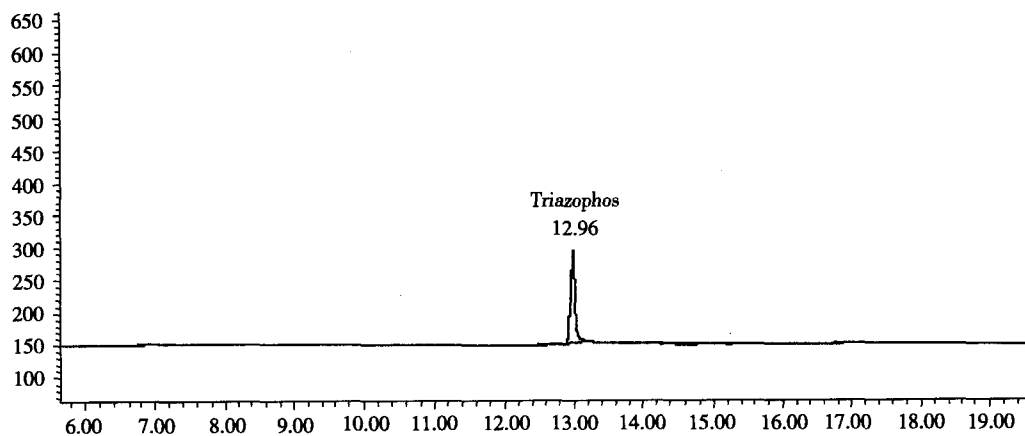


图 A.1 氮磷检测器三唑磷标准溶液色谱图

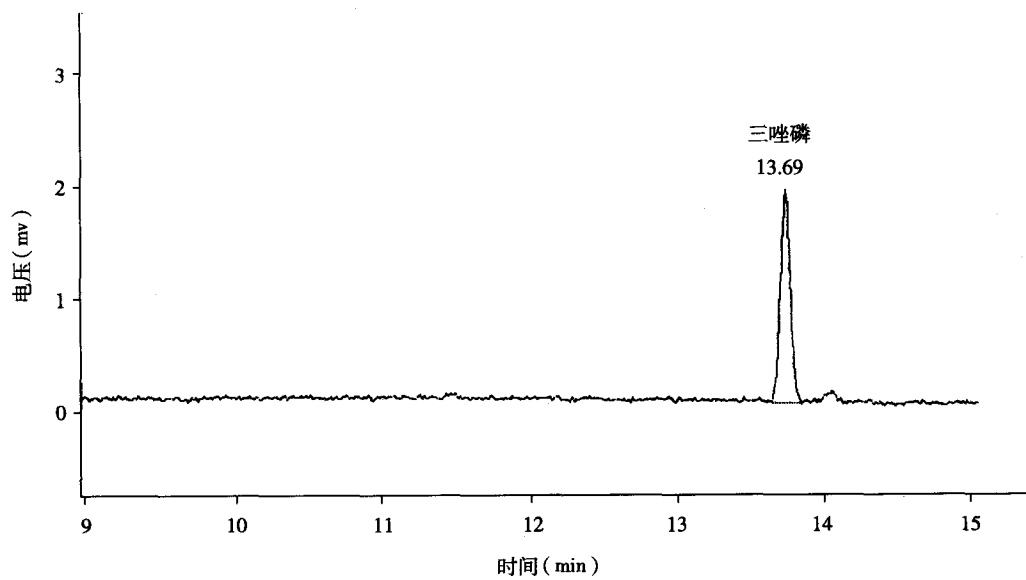


图 A.2 火焰光度检测器三唑磷标准溶液色谱图