



中华人民共和国水产行业标准

SC/T 3036—2006

水产品中硝基苯残留量的测定 气相色谱法

Determination of nitrobenzene residues in fishery products
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。

本标准的技术归口单位：全国水产品标准化技术委员会水产品加工分技术委员会。

本标准起草单位：农业部渔业环境及水产品质量监督检验测试中心(哈尔滨)，中国水产科学研究院黄海水产研究所，东北师范大学，吉林省水产科学研究院。

本标准主要起草人：战培荣、冷凯良、陈中祥、丁蕴铮、王海涛、赵彩霞、卢玲、郭军、周明莹、孙伟红。

水产品中硝基苯残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了测定水产品中硝基苯残留量的气相色谱法。
本标准适用于水产品可食部分中硝基苯残留量的检测。

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

样品经丙酮提取,水蒸气蒸馏,苯萃取,脱水净化后,用配有电子捕获检测器的气相色谱仪测定,外标法定量。

4 试剂

所有试剂在硝基苯出峰处应无干扰峰。

- 4.1 丙酮:分析纯。
- 4.2 苯:色谱纯。
- 4.3 无水硫酸钠:分析纯,600℃灼烧4 h,冷却后贮于密闭容器中备用。
- 4.4 氯化钠:分析纯。
- 4.5 水:实验用水应符合 GB/T 6682 中一级水标准。
- 4.6 2%氯化钠溶液:20 g 氯化钠溶于1 000 mL 水中。
- 4.7 硝基苯标准溶液:1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 甲醇标准溶液或相当试剂。
- 4.8 硝基苯标准工作液:准确取适量的硝基苯标准溶液(4.7),用苯(4.2)稀释配成浓度为500 ng/mL 的标准贮备溶液,置4℃冰箱中保存。用时取此贮备液,用苯(4.2)逐级稀释成适当浓度的标准工作液。

5 仪器

- 5.1 气相色谱仪:配 ^{63}Ni 电子捕获检测器。
- 5.2 匀质机。
- 5.3 离心机,4 000 r/min。
- 5.4 旋涡混合器。
- 5.5 分液漏斗:500 mL。
- 5.6 离心管:50 mL,具塞。
- 5.7 电加热套或电炉。
- 5.8 全玻璃水蒸气蒸馏装置:500 mL 蒸馏瓶和与之配套的冷凝管及磨口弯管接口(见附录 A)。

6 色谱条件

- 6.1 色谱柱:DB-1701 石英毛细管柱,30 m×0.32 mm×0.25 μm;或与之相当的色谱柱。
- 6.2 载气:高纯氮气;载气流量:0.8 mL/min。
- 6.3 进样口温度:240℃。
- 6.4 柱箱温度:初始柱温 50℃,维持 1 min,8℃/min 程序升温至 120℃,维持 2 min 或直到硝基苯已经流出,然后设定 35℃/min 程序升温至 250℃,维持 8 min。
- 6.5 检测器:⁶³Ni 电子捕获检测器;温度:300℃。
- 6.6 进样方式及进样量:无分流方式进样,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、去附肢,取可食肌肉部分;蟹、中华鳖等取可食肌肉部分;样品切为不大于 0.5 cm×0.5 cm×0.5 cm 的小块后混匀,放置冰箱中-18℃冷冻贮存备用。

7.2 提取

将样品解冻,称取样品 10 g(精确到 0.01 g),置于 50 mL 离心管中,加入丙酮(4.1)25 mL,匀质 1 min,分散均匀,提取硝基苯,4 000 r/min 离心 5 min,收集上清液。再向离心管中加丙酮(4.1)20 mL,用原匀质机再匀浆 1 min,4 000 r/min 离心 5 min,合并丙酮提取液于 500 mL 蒸馏瓶中,水蒸气蒸馏出 250 mL;馏出液置于 500 mL 分液漏斗中,加入氯化钠(4.4)20 g,加入苯(4.2)10 mL,剧烈振摇萃取 3 min~5 min,静止 30 min 分层,弃去下层水相,加入 2%氯化钠溶液(4.6)20 mL,洗涤苯萃取液,静止分层,弃去下层水相,取苯层 2 mL~3 mL 置于预先装有少许无水硫酸钠(4.3)的 5 mL 具塞离心管中,脱水,备色谱分析用。

7.3 样品测定

根据样品液中硝基苯含量情况,选定峰高相近的标准工作溶液,分别注入硝基苯标准液(4.7)1 μL 及样品液于气相色谱仪中,按上述色谱条件进行色谱分析;响应值均应在仪器检测线性范围之内。根据标准样品的保留时间定性,外标法定量。

7.4 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

8 结果计算

样品中硝基苯的含量按式(1)计算。

$$X = \frac{A \times C_s \times 10}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X——样品中硝基苯含量,单位为微克每千克(μg/kg);
- C_s——标准溶液中硝基苯含量,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- A——试样液中硝基苯的峰面积或峰高;
- 10——样品苯提取物溶液体积,单位为毫升(mL);
- A_s——硝基苯标准溶液的峰面积或峰高;
- m——样品质量,单位为克(g)。

注:计算结果需扣除空白值。

9 方法回收率

标准添加浓度为 $3.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ ~ $500.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 时,回收率 75%~110%。

10 方法检出限

本方法检出限 $3.0 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

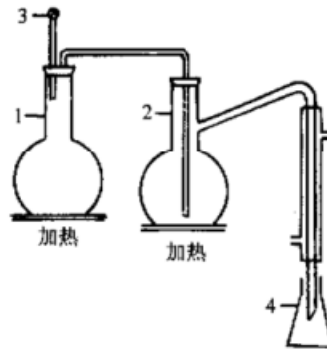
11 重现性

两次平行测定结果相对偏差 $\leq 15\%$ 。

12 方法的线性范围

本方法的线性范围: $1.0 \text{ ng}/\text{mL}$ ~ $500.0 \text{ ng}/\text{mL}$ 之间。

附录 A
(资料性附录)



- 1. 水蒸气发生瓶
- 2. 样品蒸馏瓶
- 3. 阀门
- 4. 三角瓶

图 A.1 水蒸气蒸馏装置参考示意图

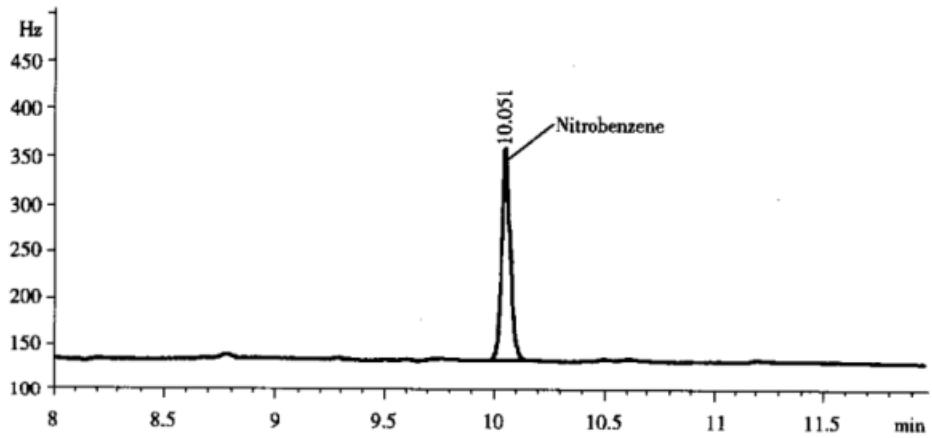


图 A.2 硝基苯标准品色谱图