

水产品中氰化物残留量的测定

Determination of cyanide in fishery product

2006-07-07 发布

2006-08-08 实施

浙江省质量技术监督局 发布

前 言

本标准由浙江省海洋与渔业局提出。

本标准由浙江省海洋与渔业局归口。

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(舟山)。

本标准主要起草人：金彩杏、郭远明、刘琴、钟志、陈雪昌、刘士忠。

水产品中氰化物残留量的测定

1 范围

本标准规定了水产品中氰化物残留量的测定方法。

本标准适用于水产品中氰化物残留量的测定。

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

样品中氰化物在酸性溶液中蒸出，碱性溶液吸收，调节pH至7.0，以氯胺T转化，异烟酸-吡唑啉酮作用显色，于638 nm波长处测定吸光值，与标准系列比较定量。

4 试剂

本标准所用试剂均为分析纯，实验用水均符合 GB/T 6682 二级水要求。

4.1 乙酸锌溶液(100 g/L)。

4.2 酒石酸。

4.3 硬脂酸。

4.4 氢氧化钠溶液(10 g/L)。

4.5 氢氧化钠溶液(1 g/L)。

4.6 酚酞-乙醇指示液(10 g/L)。

4.7 乙酸(1+24)。

4.8 磷酸盐缓冲溶液(0.5 mol/L, pH7.0): 称取34.0g无水磷酸二氢钾和35.5 g无水磷酸氢二钠，溶于水并稀释至1 000 mL。

4.9 氯胺T溶液: 称取2.5 g氯胺T(有效氯含量应在11%以上)，溶于100 mL水中。4℃下，试剂48h内稳定。

4.10 异烟酸-吡唑啉酮溶液: 称取1.5 g异烟酸溶于48 mL氢氧化钠溶液(4.4)中，加水至100 mL，另称取0.25 g吡唑啉酮，溶于20 mL N,N-二甲基甲酰胺中，合并上述两种溶液，混匀。室温下，试剂24h内稳定。

4.11 试银灵(对二甲氨基亚苄基罗丹宁)溶液: 称取0.02 g试银灵，溶于100 mL丙酮中。

4.12 氰化钾标准溶液: 称取0.25 g氰化钾，溶于水中，并稀释至1 000 mL，此溶液每毫升约相当于0.1 mg氰化物，其准确浓度在使用前用下法标定。4℃下，试剂1个月内稳定。

取上述溶液10.0 mL，置于锥形瓶中，加1 mL氢氧化钠溶液(4.4)，使pH为11以上，加0.1mL试银灵溶液(4.11)，用硝酸银标准溶液(0.020 mol/L)滴定至橙红色[1 mL硝酸银标准溶液(0.020 mol/L)相当于1.08 mg氢氰酸]。

4.13 氰化钾标准使用液(1.00μg/mL): 根据氰化钾标准溶液的浓度吸取适量，用氢氧化钠溶液(4.5)稀释成每毫升相当于1μg氢氰酸。临用时配制。

5 仪器和装置

5.1 氰化物蒸馏装置(见图1)。

5.2 分光光度计。

5.3 可控温水浴锅。

5.4 天平(感量0.0001g)。

5.5 高速组织捣碎机。

6 分析步骤

6.1 试样准备

鱼去头、尾、内脏、鳞、皮(如果是非可食部分),取可食部分;蟹去壳、腮,取可食部分;虾去头、壳、附肢,取可食部分;牡蛎、蛤蜊等贝壳类动物去壳,取可食部分(包括其中的汁液);冷冻水产品要完全解冻,沥干水分;罐装水产品必须包括其中所有的可食部分。

样品用高速组织捣碎机搅碎混匀,12h内测定;如不能立即测定,应放置于-18℃低温冰箱中,48h内测定。

6.2 样品提取

称取10g(精确到0.01g)样品,置于500 mL蒸馏瓶中,加约200mL水,将样品浸没,依次加20 mL乙酸锌溶液(4.1)、1 g酒石酸(4.2)和1g硬脂酸(4.3),迅速连接好全部装置(如图1)。将冷凝管下端插入盛有10 mL氢氧化钠溶液(4.4)的100 mL容量瓶的液面下,缓慢加热蒸馏瓶,收集蒸馏液近100 mL,取下容量瓶,加水至刻度,混匀。用10.00 mL蒸馏液置于25 mL比色管中;如浓度过高,经相应稀释后取10.00 mL。

取适量蒸馏液至3cm比色杯,以蒸馏水作参比,于638 nm波长处测定吸光值,如果吸光值超过0.010,视作蒸馏失败,应重新蒸馏样品。

不加生物样,直接在蒸馏瓶中加入200mL水,按照上述方法加入试剂并蒸馏,收集蒸馏液作为样品空白。

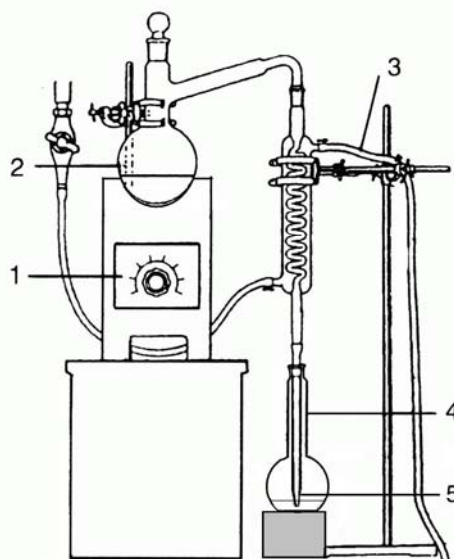


图1 氰化物蒸馏装置

1—碗式电炉; 2—蒸馏瓶; 3—冷凝水出水口;
4—容量瓶; 5—馏出液导管

6.3 标准溶液及样品测定

吸取0.00、0.20、0.50、1.00、1.50、2.00mL氰化物标准使用液(4.13)，分别置于25.00 mL比色管中，并加水至10.00 mL。于样品溶液及标准溶液中各加1 mL氢氧化钠溶液(4.4)和1滴酚酞指示液(4.6)，用乙酸(4.7)调至红色刚刚消失，加5 mL磷酸盐缓冲溶液(4.8)，加温至35℃左右，再加入0.1 mL氯胺T溶液(4.9)，加塞混合，放置5 min，然后加入5 mL异烟酸-吡唑啉酮溶液(4.10)，加水至25 mL，混匀，于35℃水浴放置40min，用3cm比色杯，以零浓度管作参比，于638 nm波长处测定吸光值。

7 计算

样品中氰化物的含量按下列公式计算。

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \times V \times \gamma}{m}$$

式中：X——水产品中氰化物(以氢氰酸计)的含量，mg/kg；

C_1 ——从工作曲线查得的样品溶液浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

C_2 ——从工作曲线查得的空白样品溶液浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

m ——样品质量，g；

V ——样品蒸馏液总体积，mL；

γ ——蒸馏液稀释倍数。

结果的表述：报告算术平均值的二位有效数。

8 方法准确度

本方法的回收率为(74~101)%，相对标准偏差为(4.3~12.7)%。

9 方法检出限

本方法检出限为0.02 mg/kg。

10 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的20%。