



中华人民共和国水产行业标准

SC/T 3040—2008

水产品中三氯杀螨醇残留量的测定 气相色谱法

Determination of dicofol residues in aquatic products
by gas chromatography

2008-08-07 发布

2008-08-07 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渔业局提出。

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：农业部渔业环境及水产品质量监督检验测试中心（广州）、中国水产科学研究院南海水产研究所。

本标准主要起草人：甘居利、林钦、陈洁文、柯常亮、李刘冬、陈培基、杨美兰、王许诺。

水产品中三氯杀螨醇残留量的测定

气相色谱法

1 范围

本标准规定了水产品中三氯杀螨醇残留量的气相色谱测定方法。

本标准适用于水产品中三氯杀螨醇残留量的测定。

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实验方法

SC/T 3016 水产品抽样方法。

3 原理

试样加正己烷经超声波提取，硫酸和弗罗里硅土净化，用配电子捕获检测器的气相色谱仪测定三氯杀螨醇残留量，保留时间定性，外标法定量。

4 试剂与材料

4.1 水：符合 GB/T 6682 中一级水的要求。

4.2 正己烷：色谱纯。

4.3 弗罗里硅土：层析用，60 目~100 目，400℃加热 4 h，冷却至室温，于干燥器中贮存备用。

4.4 无水硫酸钠：分析纯，650℃加热 4 h，冷却至室温，于干燥器中贮存备用。

4.5 玻璃层析柱：柱长 200 mm，内径 10 mm，底部带砂芯滤层、磨口玻璃或聚四氟乙烯旋塞。用 6 mL 正己烷(4.2)湿法装柱，自下而上依次装填弗罗里硅土(4.3)60 mm、无水硫酸钠(4.4)30 mm。

4.6 甲醇：色谱纯。

4.7 浓硫酸：优级纯。

4.8 二氯甲烷：色谱纯。

4.9 正己烷-二氯甲烷混合溶液：正己烷+二氯甲烷=4+1。

4.10 三氯杀螨醇标准物质：纯度 $\geq 99\%$ 。

4.11 三氯杀螨醇标准溶液

4.11.1 标准贮备液

称取三氯杀螨醇标准物质 0.025 0 g，置于烧杯内，在室温下用甲醇(4.6)溶解，转入容量瓶定容至 50 mL，摇匀，配成浓度为 500 $\mu\text{g/mL}$ 的标准贮备液，5℃以下避光保存。

4.11.2 标准中间液

在室温下取标准贮备液 1.00 mL，在 25 mL 容量瓶中用甲醇(4.6)稀释定容，摇匀，配成浓度各为 20.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准中间液。

4.11.3 标准使用液

在室温下取标准中间液 1.00 mL,在 20 mL 容量瓶中用正己烷(4.1)稀释定容,摇匀,配成浓度为 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 的标准使用液。

4.11.4 标准系列溶液

在室温下分别取标准使用液 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.20 mL、2.00 mL、4.00 mL,分别在 10 mL 容量瓶中用正己烷(4.1)稀释定容,摇匀,配成浓度为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.001 $\mu\text{g/mL}$ 、0.002 $\mu\text{g/mL}$ 、0.004 $\mu\text{g/mL}$ 、0.008 $\mu\text{g/mL}$ 、0.120 $\mu\text{g/mL}$ 、0.200 $\mu\text{g/mL}$ 、0.400 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列溶液。

5 仪器设备

- 5.1 气相色谱仪:配⁶³Ni 微电子捕获检测器。
- 5.2 分析天平:感量 0.000 1 g、0.001 g。
- 5.3 离心机:5 000 r/min 以上。
- 5.4 旋涡混合器。
- 5.5 旋转蒸发器。
- 5.6 超声波振荡器。
- 5.7 均质机。
- 5.8 鸡心瓶:50 mL、100 mL,均配磨口塞。
- 5.9 离心管:10 mL,配磨口塞。

6 测定步骤

6.1 试样制备

按 SC/T 3016 的规定。

6.2 提取

称取均质试样 1 g(准确至 0.001 g),放入 10 mL 离心管底部,加入正己烷(4.2)5 mL 浸泡 30 min 后,超声波提取 15 min,4 000 r/min 离心 5 min,将上层澄清提取液转入 50 mL 鸡心瓶;另用正己烷(4.2)5 mL 浸泡离心管中残渣 10 min,重复提取一次;合并上层澄清提取液入 50 mL 鸡心瓶,于 45℃水浴减压旋转蒸发至近干。

6.3 硫酸净化

用 3 mL 正己烷(4.2)分 3 次洗涤鸡心瓶内壁,洗涤液转移至另一 10 mL 离心管。向离心管内滴加 3 mL 浓硫酸(4.7),用玻棒上下搅拌 50 次~60 次,5 000 r/min 离心 10 min,至上层正己烷澄清。用玻璃吸管小心吸除下层硫酸,再次滴加 3 mL 浓硫酸(4.7)净化正己烷层,直到硫酸层基本无色。

6.4 柱层析净化

调节层析柱(4.6)底部旋塞,将柱内正己烷液面调整到无水硫酸钠层上方 3 mm~5 mm,至少分 3 次转移经硫酸净化的正己烷澄清液入层析柱,每次转移后将柱内液面调整到无水硫酸钠层上方 3 mm~5 mm。用 50 mL 正己烷/二氯甲烷溶液(4.8),以 1 mL/min~1.2 mL/min 的流速淋洗净化柱。洗脱液的前 10 mL 弃去,其余收集入 100 mL 鸡心瓶。

6.5 浓缩

将鸡心瓶置于 45℃水浴减压旋转蒸发至干。迅速用 3.00 mL 正己烷洗涤鸡心瓶内壁,洗涤液转入气相色谱进样瓶,密封,及时进行气相色谱测定。

6.6 测定

6.6.1 色谱条件

6.6.1.1 石英毛细管色谱柱:HP-5 型,规格 30 m×0.32 mm×0.25 μm ,或性能相当者。

6.6.1.2 柱箱升温程序:初始柱温 170℃,维持 1 min,然后以 20℃/min 速度升至 210℃,维持 1 min,再以 10℃/min 速度升至 240℃,维持 5 min。

6.6.1.3 进样口温度:210℃。

6.6.1.4 检测器温度:250℃。

6.6.1.5 进样方式:不分流。

6.6.1.6 进样量:1.0 μL。

6.6.1.7 载气:高纯氮气(纯度≥99.999%),流速 1.5 mL/min。

6.6.1.8 吹扫气:高纯氮气(纯度≥99.999%),流速 60 mL/min。

6.6.2 标准曲线绘制

向气相色谱仪中注入系列标准溶液(4.11.4),记录峰面积。以三氯杀螨醇色谱峰面积为纵坐标,三氯杀螨醇浓度为横坐标,绘制标准曲线。三氯杀螨醇标准溶液的气相色谱图参见附录 A 图 A.1。

6.6.3 试样溶液测定

向气相色谱仪中注入试样溶液,记录峰面积,仪器响应值应在标准曲线的线性范围 0.001 μg/mL~0.4 μg/mL 之内,根据色谱峰的保留时间定性,用外标法定量。鳗鲡加标试样、鳗鲡试样的气相色谱图参见附录 A 图 A.2 和图 A.3。

6.7 空白试验

在相同试验条件下,与试样测定的同批做空白试验,除不加试样外,按 6.2~6.6.3 步骤进行。

6.8 计算

试样中三氯杀螨醇含量按式(1)计算。计算结果需扣除空白值,并保留 3 位有效数字。

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

式中:

X ——试样中三氯杀螨醇含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A ——试样溶液中三氯杀螨醇的峰面积,单位为赫兹·秒(Hz·s);

C_s ——标准溶液中三氯杀螨醇浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);

A_s ——标准溶液中三氯杀螨醇的峰面积,单位为赫兹·秒(Hz·s);

m ——试样质量,单位为克(g)。

7 方法灵敏度、准确度和精密度

7.1 灵敏度

本方法最低检出限为 0.003 mg/kg,最低定量限为 0.01 mg/kg。

7.2 准确度

本方法三氯杀螨醇添加浓度为 0.01 mg/kg~0.5 mg/kg 时,回收率为 70%~120%。

7.3 精密度

本方法批内相对标准偏差<15%,批间相对标准偏差<10%。

附录 A
(资料性附录)
三氯杀螨醇气相色谱图

A.1 三氯杀螨醇标准溶液气相色谱图见图 A.1。

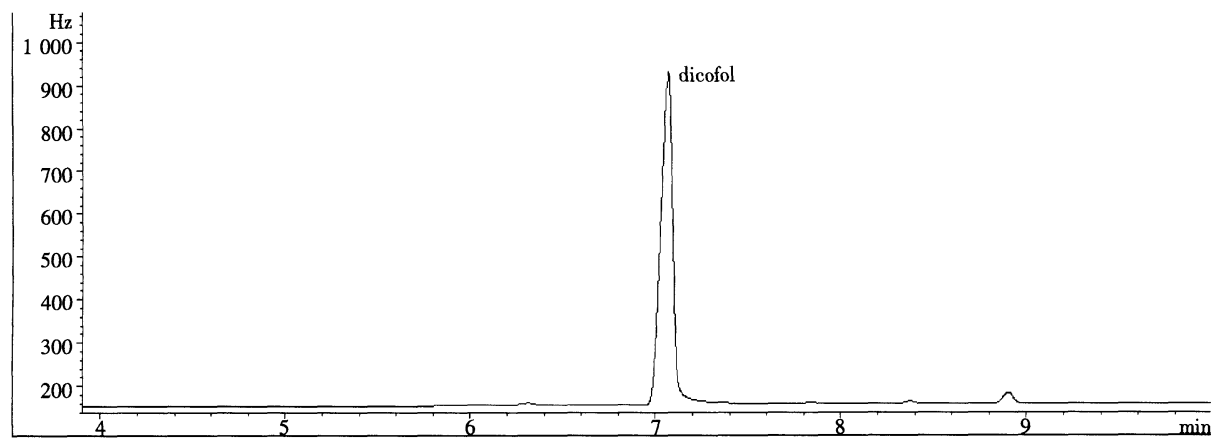


图 A.1 三氯杀螨醇标准溶液气相色谱图

A.2 鳗鲡三氯杀螨醇加标试样气相色谱图(添加量为 0.01 mg/kg)见图 A.2。

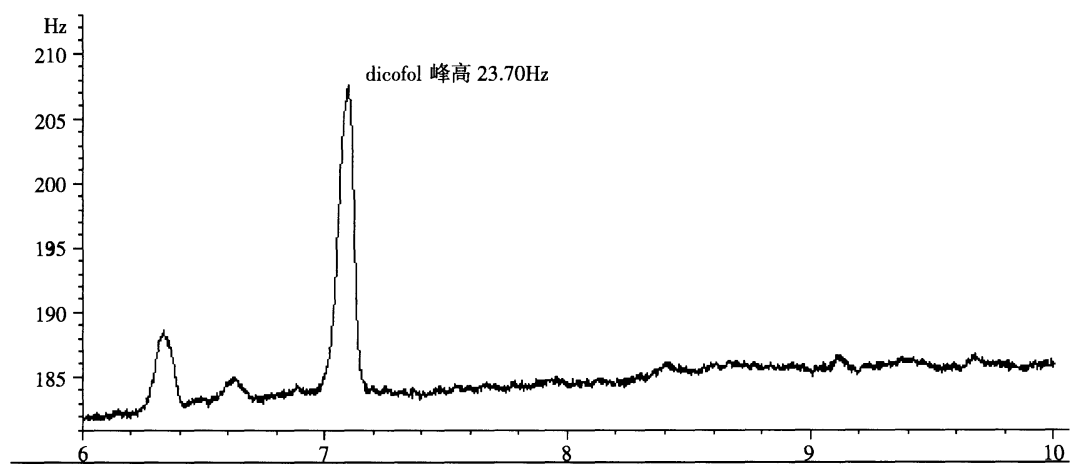


图 A.2 鳗鲡三氯杀螨醇加标试样气相色谱图(添加量为 0.01 mg/kg)

A.3 鳗鲡空白试样气相色谱图见图 A.3。

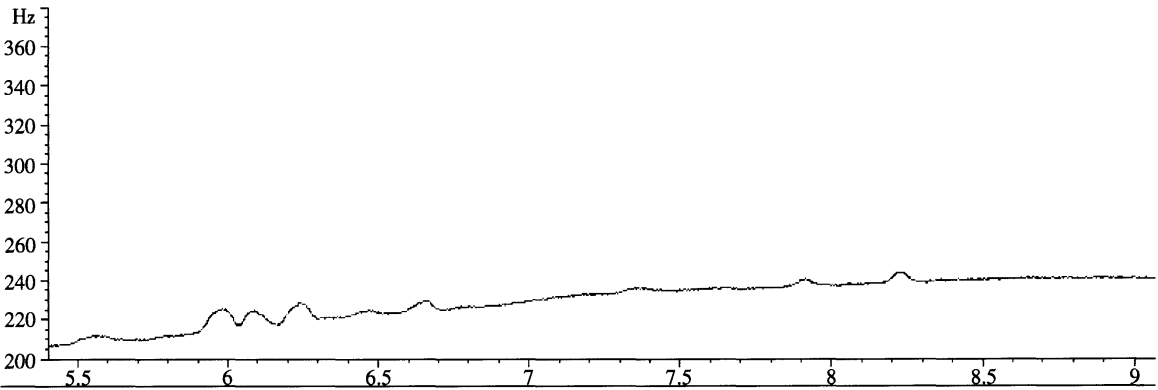


图 A.3 鳗鲡空白试样气相色谱图

中 华 人 民 共 和 国
水 产 行 业 标 准
水 产 品 中 三 氯 杀 蟥 醇 残 留 量 的 测 定
气 相 色 谱 法

SC/T 3040—2008

* * *

中 国 农 业 出 版 社 出 版
(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccap.com.cn)

北 京 昌 平 环 球 印 刷 厂 印 刷
新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行 各 地 新 华 书 店 经 销

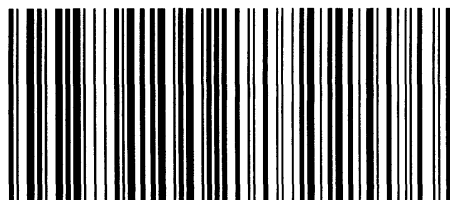
* * *

开 本 880mm×1230mm 1/16 印 张 0.75 字 数 7 千 字

2008 年 8 月 第 1 版 2008 年 8 月 北 京 第 1 次 印 刷

书 号: 16109 · 1779

定 价: 18.00 元



SC/T 3040-2008

版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话: (010) 65005894