



中华人民共和国水产行业标准

SC/T 3041—2008

水产品中苯并（a）芘的测定 高效液相色谱法

Determination of benzo(a)pyrene in aquatic products
High performance liquid 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：中国水产科学研究院南海水产研究所。

本标准主要起草人：杨贤庆、陈胜军、李来好、岑剑伟、郝淑贤、戚勃、马海霞。

水产品中苯并(a)芘的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了水产品中苯并(a)芘的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于水产品及其加工品中苯并(a)芘的测定。

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

SC/T 3016 水产品抽样方法

3 方法原理

试样经氢氧化钾皂化后用正己烷提取,通过固相柱净化,用正己烷二氯甲烷溶液洗脱,旋转蒸发器蒸干,残渣用乙腈溶解,经反相色谱柱分离,荧光检测器检测,外标法定量。

4 试剂

除特别说明外,所用试剂均为分析纯。

4.1 水:符合 GB/T 6682 一级水的要求。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 甲醇。

4.4 正己烷。

4.5 二氯甲烷。

4.6 无水硫酸钠:650℃下灼烧 4 h,冷却至室温,贮存于干燥器中备用。

4.7 固相萃取柱:佛罗里柱(Florisil),250 mg,3 mL,使用前活化。

4.8 50%氢氧化钾溶液:称取 50.0 g 氢氧化钾加适量蒸馏水溶解,冷却后,用蒸馏水稀释定容至 100 mL,摇匀即可。

4.9 正己烷二氯甲烷溶液:将 2 mL 二氯甲烷加入到 6 mL 正己烷溶液中。

4.10 苯并(a)芘标准品:纯度 $\geq 98.0\%$ 。

4.11 标准贮备液:准确称取苯并(a)芘标准品 0.010 0 g,置于 100 mL 容量瓶中,加乙腈定容至刻度,该贮备液浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 。置 4℃冰箱中密封保存(保存时间不超过 3 个月)。

4.12 标准工作液:准确吸取 1.00 mL 的标准贮备液,置于 100 mL 容量瓶中,用乙腈稀释至刻度。分别准确吸取一定体积的该溶液,制成浓度为 0.5 ng/mL、5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、50.0 ng/mL、100.0 ng/mL、150.0 ng/mL、200.0 ng/mL 的标准工作液。

5 仪器设备

5.1 高效液相色谱仪:配荧光检测器。

- 5.2 离心机:5 000 r/min。
- 5.3 超声波振荡器。
- 5.4 旋转蒸发器。
- 5.5 旋涡振荡器。
- 5.6 分析天平:感量 0.01 g 和 0.000 1 g。
- 5.7 氮吹仪。
- 5.8 高速组织捣碎机。
- 5.9 无水硫酸钠柱:砂芯玻璃层析柱中装无水硫酸钠 25 g。
- 5.10 固相萃取装置。
- 5.11 圆底烧瓶:50 mL 和 100 mL。
- 5.12 试管:10 mL。
- 5.13 聚丙烯离心管:100 mL。
- 5.14 微孔过滤膜:孔径 0.45 μm 。

6 测定步骤

6.1 试样制备

6.1.1 鲜活水产品的试样制备:按 SC/T 3016 的规定执行。

6.1.2 水产加工品的试样制备:抽取至少 3 个包装件,取试样 200 g 绞碎混合均匀后分为两份,一份用于检验,另一份作为留样。

6.2 提取

称取试样 5 g(精确至 0.01 g),加入 250 mL 三角瓶中,加入 25 mL 甲醇和 50% 的氢氧化钾溶液 (4.8)10 mL,在 60℃ 水浴中浸提 30 min,不时振摇。然后再超声振荡 10 min,转移至 100 mL 聚丙烯离心管中,加入 20 mL 正己烷,旋涡混匀 5 min,4 000 r/min 离心 10 min 分层,取上层正己烷相经无水硫酸钠柱滤入 100 mL 圆底烧瓶中,再用 15 mL 正己烷按上述操作重复提取水相一次。将提取液在 50℃ 水浴中旋转蒸发,当圆底烧瓶中剩下约 1 mL 液体时,取下圆底烧瓶,将液体移入试管中,再加入 2 mL 正己烷清洗,合并到试管中,重复清洗一次,收集的液体留过柱用。

6.3 净化

先使用 3 mL 二氯甲烷、5 mL 正己烷活化固相萃取柱(4.7),流速约为 2 mL/min。将提取液用 10 mL 正己烷洗入柱子中,再用 8 mL 的正己烷二氯甲烷溶液(4.9)洗脱,用 50 mL 圆底烧瓶收集洗脱液。将洗脱液在 50℃ 水浴中旋转蒸发浓缩,待瓶中剩下约 1 mL 时,取下圆底烧瓶,将液体移入试管中,再加入 2 mL 正己烷清洗圆底烧瓶 2 次,合并至试管中,氮气吹干,准确加入 1.00 mL 乙腈,超声溶解后,用 0.45 μm 的微孔滤膜过滤,供高效液相色谱仪测定。

6.4 试样测定

6.4.1 色谱条件

6.4.1.1 色谱柱:反相 C18,250 mm $\times$ 4.6 mm,粒度 5 μm ;或与之相当的色谱柱。

6.4.1.2 流动相:乙腈+水(75+25)。

6.4.1.3 流速:1.0 mL/min。

6.4.1.4 柱温:35℃。

6.4.1.5 检测器波长:激发波长 297 nm,发射波长 405 nm。

6.4.1.6 进样量:20 μL 。

6.4.2 色谱分析:分别取标准工作液(4.12)和试样提取液于液相色谱仪中,按上述色谱条件进行色谱分析,记录分析结果,响应值均应在仪器检测的线性范围之内,根据标准品的保留时间定性,外标法定量。标准品色谱图参见附录 A。

6.5 空白试验

不加试样,在相同试验条件下,与试样测定的同批进行空白试验。

7 计算

试样中苯并(a)芘的含量按式(1)计算。计算结果需扣除空白值。结果保留 3 位有效数字。

$$X = \frac{C \times V}{m} \times 1\,000 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X——试样中苯并(a)芘的含量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);
- C——试样中苯并(a)芘的含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- m——试样质量,单位为克(g);
- V——试样定容的体积,单位为毫升(mL)。

8 方法灵敏度、准确度和精密度

8.1 灵敏度

本方法最低检出限为 $0.1\ \mu\text{g}/\text{kg}$,最低定量限为 $0.5\ \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

8.2 准确度

本方法添加浓度为 $0.5\ \mu\text{g}/\text{kg} \sim 40\ \mu\text{g}/\text{kg}$ 时,回收率为 $75\% \sim 110\%$ 。

8.3 精密度

本方法批内和批间的相对标准偏差 $<15\%$ 。

附录 A
(资料性附录)
苯并(a)芘液相色谱图

A.1 浓度为 5 mg/L 苯并(a)芘的标准液相色谱图见图 A.1。

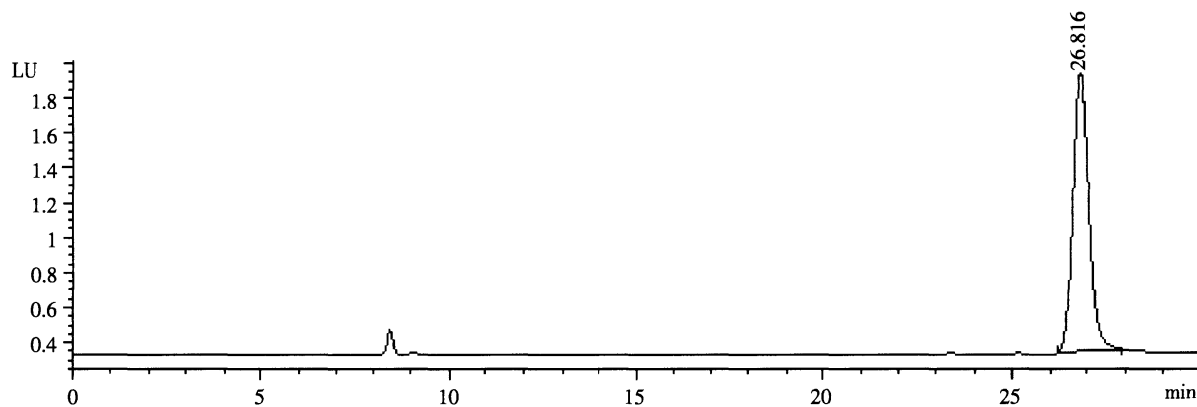


图 A.1 浓度为 5 $\mu\text{g/L}$ 苯并(a)芘的标准液相色谱图

A.2 试样空白色谱图见图 A.2。

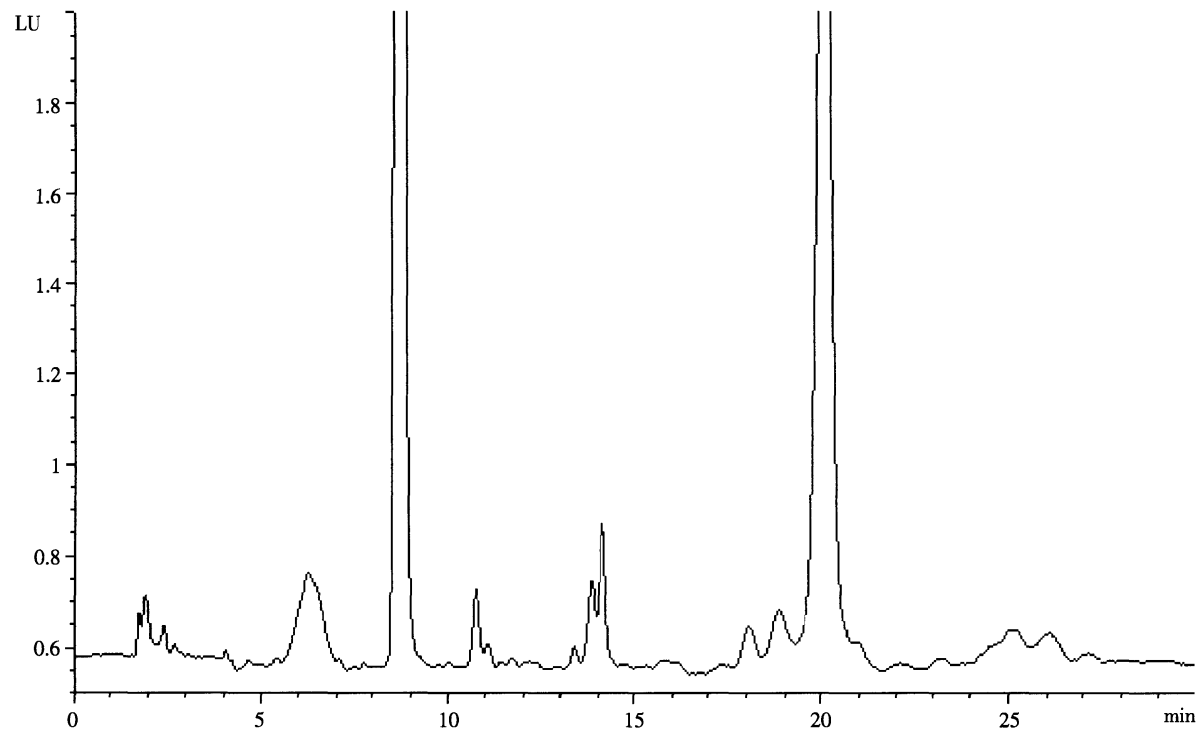


图 A.2 试样空白色谱图

A.3 试样中苯并(a)芘色谱图见图 A.3。

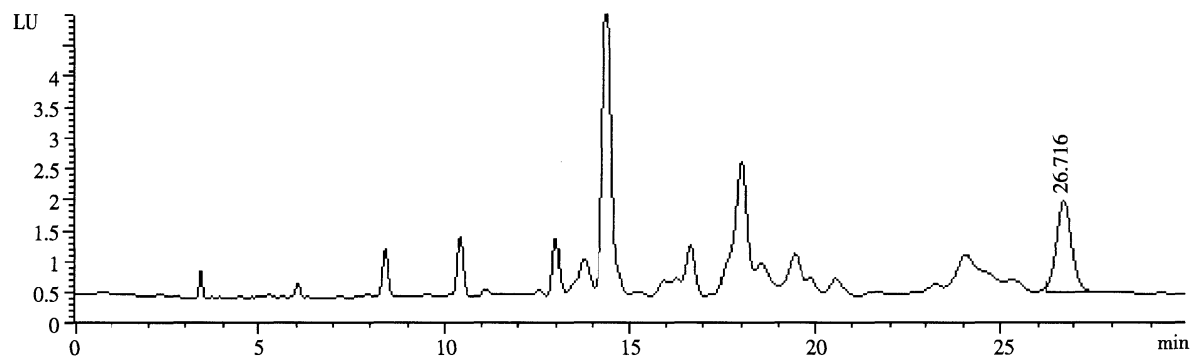


图 A.3 试样中苯并(a)芘色谱图

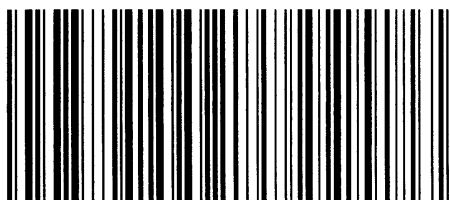
中 华 人 民 共 和 国
水 产 行 业 标 准
水 产 品 中 苯 并 (a) 芘 的 测 定
高 效 液 相 色 谱 法
SC/T 3041—2008

* * *

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: 16109·1780
定 价: 18.00 元



SC/T 3041-2008

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