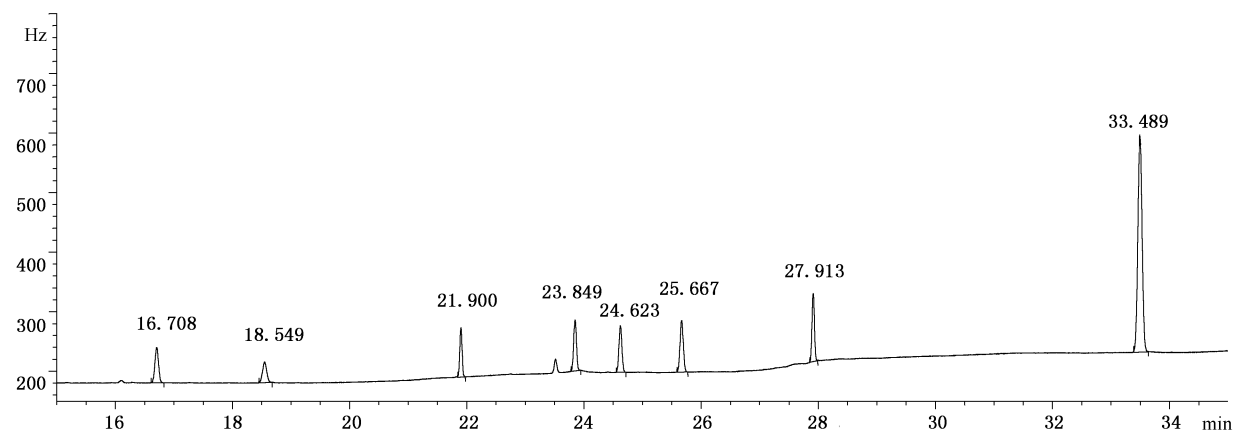


附录 A
(资料性附录)
多氯联苯标准溶液色谱图



注：出峰顺序：PCB 28、PCB 52、PCB 101、PCB 118、PCB 153、PCB 138、PCB 180、PCB 209。

图 A.1 4.0 ng/mL 多氯联苯标准溶液色谱图

GB/T 22331—2008

ICS 67.050
B 50



中华人民共和国国家标准

GB/T 22331—2008

水产品中多氯联苯残留量的测定 气相色谱法

Determination of polychlorinated biphenyls residues in fishery products—
Gas chromatography



GB/T 22331—2008

版权专有 侵权必究

*

书号：155066 · 1-34601

定价： 10.00 元

2008-08-22 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

6.5 空白试验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

7 结果计算和表述

样品中多氯联苯各组分的含量按式(1)计算。

$$X = \frac{c \times c_i \times A \times A_{si} \times V \times 1\,000}{c_{si} \times A_i \times A_s \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X——样品中待测组分残留量,单位为微克每千克(μg/kg);
- c——标准工作溶液中被测物的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- c_i——样液中内标物的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- A——样液中被测组分的峰面积或峰高;
- A_{si}——标准工作溶液中内标物的峰面积或峰高;
- V——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- c_{si}——标准工作溶液中内标物的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- A_i——样液中内标物的峰面积或峰高;
- A_s——标准工作溶液中被测物的峰面积或峰高;
- m——样品称样量,单位为克(g)。

注:计算结果需扣除空白值。

8 精密度

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15%。

9 检出限

方法检出限为0.3 μg/kg,定量限为0.5 μg/kg。

10 回收率

标准添加浓度为1.0 μg/kg~10.0 μg/kg时,PCB 28、PCB 52、PCB 101、PCB 118、PCB 138、PCB 153和PCB 180的回收率均为70%~120%。

11 线性范围

本方法的线性范围:0.001 μg/mL~0.18 μg/mL。

中 华 人 民 共 和 国
 国 家 标 准
 水 产 品 中 多 氯 联 苯 残 留 量 的 测 定
 气 相 色 谱 法

GB/T 22331—2008

*

中国标准出版社出版发行
 北京复兴门外三里河北街16号
 邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字

2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

*

书号:155066·1-34601 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

5 仪器

- 5.1 气相色谱仪:具有⁶³Ni电子捕获检测器。
 5.2 电子天平:感量0.01 g。
 5.3 旋转蒸发器。
 5.4 超声波清洗器。
 5.5 涡旋混合器。
 5.6 梨形瓶:50 mL,100 mL;细口。
 5.7 离心管:100 mL,具塞。
 5.8 净化柱:20.0 cm×1.0 cm(内径)带砂板的玻璃层析柱;依次装入2 g无水硫酸钠(4.7)、1 g去活硅胶(4.5)、2 g酸化硅胶(4.6)、2 g无水硫酸钠(4.7)。临用前用10 mL正己烷淋洗一遍。

6 测定步骤

6.1 样品预处理

取水产品可食部分,切为不大于0.5 cm×0.5 cm×0.5 cm的小块后混匀,充分匀浆,冷冻保存备用。

6.2 提取

将试样解冻,称取试样5 g(精确到0.01 g),置于100 mL具塞离心管中(5.7),加入PCB 209定量内标准使用溶液(4.11)100 μL;同时加入10 g无水硫酸钠,加入30 mL正己烷与丙酮的混合溶液(1:1,体积比),超声提取30 min,4 000 r/min离心5 min,将提取液转移至100 mL梨形瓶中。在离心管中再加入20 mL正己烷与丙酮的混合溶液(1:1,体积比)重复提取一次,合并提取液于同一梨形瓶中。

6.3 净化

将提取液于40℃水浴中减压旋转蒸发浓缩至约2 mL,加入1 g酸化硅胶(4.6),涡旋1 min,静置,将上层溶液转移至预先用10 mL正己烷淋洗过的净化柱(5.8)中,净化柱下接50 mL梨形瓶;在原梨形瓶中加入2 mL正己烷,涡旋30 s,静置,上层溶液转移至净化柱中,再重复进行一次。待净化柱中液面降至上层无水硫酸钠层时,用30 mL正己烷分两次洗脱,洗脱液全部收集到50 mL梨形瓶中,于40℃水浴中减压旋转蒸发至近干,正己烷定容至1.0 mL,涡旋混合溶解残留物,供气相色谱测定。

6.4 测定

6.4.1 色谱条件

色谱柱:DB-5石英毛细管柱,30 m×0.32 mm×0.25 μm;或性能相当者。

载气:高纯氮,流速0.8 mL/min。

进样口温度:240℃。

温度程序:初始柱温60℃,维持2 min;30℃/min升至180℃,维持4 min;20℃/min升至200℃,维持8 min;20℃/min升至250℃,维持5 min;30℃/min升至280℃,维持8 min,确保所有的样品已经流出。

检测器温度:300℃。

检测器:⁶³Ni电子捕获检测器。

进样方式及进样量:不分流方式进样,1.0 μL。

6.4.2 色谱测定

分别注入1 μL适当浓度的多氯联苯标准工作液及样品溶液于气相色谱仪中,在同一色谱条件下进行色谱分析,标准溶液色谱图参见图A.1,样品溶液中待测物的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,内标法定量。

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:国家水产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人:冷凯良、孙伟红、王联珠、翟毓秀、李晓川、王志杰。