



中华人民共和国国家标准

GB 31656.17—2022

食品安全国家标准 水产品中二硫氰基甲烷残留量的测定 气相色谱法

National food safety standard—
Determination of methylene bithiocyanate residues in aquatic products
by gas chromatography

2022-09-20 发布

2023-02-01 实施

中华人民共和国农业农村部
中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布
国家市场监督管理总局



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件系首次发布。

食品安全国家标准

水产品中二硫氰基甲烷残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了水产品中二硫氰基甲烷残留量测定的制样和气相色谱测定方法。
本文件适用于鱼、虾、蟹、鳖等水产品可食组织中二硫氰基甲烷残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件，不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 30891—2014 水产品抽样规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中残留的二硫氰基甲烷，用二氯甲烷和正己烷混合液提取，去脂，中性氧化铝固相萃取柱净化，气相色谱测定，外标法定量。

5 试剂与材料

除另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈(CH_3CN): 色谱纯。

5.1.2 甲醇(CH_3OH): 色谱纯。

5.1.3 正己烷(C_6H_{14}): 色谱纯。

5.1.4 二氯甲烷(CH_2Cl_2): 色谱纯。

5.1.5 丙酮(CH_3COCH_3): 色谱纯。

5.1.6 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。

5.2 溶液配制

二氯甲烷-正己烷(1:1, V/V): 分别取二氯甲烷和正己烷 250 mL, 混匀。现用现配。

5.3 标准品

二硫氰基甲烷(Methylene bithiocyanate, $\text{C}_3\text{H}_2\text{N}_2\text{S}_2$, CAS 号: 6317-18-6), 含量 $\geq 99\%$ 。

5.4 标准溶液制备

5.4.1 标准储备液: 准确称取二硫氰基甲烷标准品 10 mg, 用乙腈适量使溶解并稀释定容至 50 mL 棕色容量瓶, 配制成浓度为 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。-18 $^{\circ}\text{C}$ 以下保存, 有效期 3 个月。

5.4.2 标准工作液: 精确量取二硫氰基甲烷标准储备液适量, 用二氯甲烷稀释, 配制成浓度为 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的系列标准工作液。现用现配。