



中华人民共和国国家标准

GB 5009.190—2014

GB 5009.190—2014

食品安全国家标准

食品中指示性多氯联苯含量的测定

中华人民共和国
国家标准
食品安全国家标准
食品中指示性多氯联苯含量的测定
GB 5009.190—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
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 2 字数 51 千字
2015年7月第一版 2015年7月第一次印刷

*

书号: 155066·1-51056 定价 30.00 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)68510107



GB 5009.190-2014

2014-12-01 发布

2015-05-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.190—2006《食品中指示性多氯联苯含量的测定》和 GB/T 22331—2008《水产品中多氯联苯残留量的测定气相色谱法》。

本标准与 GB/T 5009.190—2006 相比,主要变化如下:
——修改了标准格式。

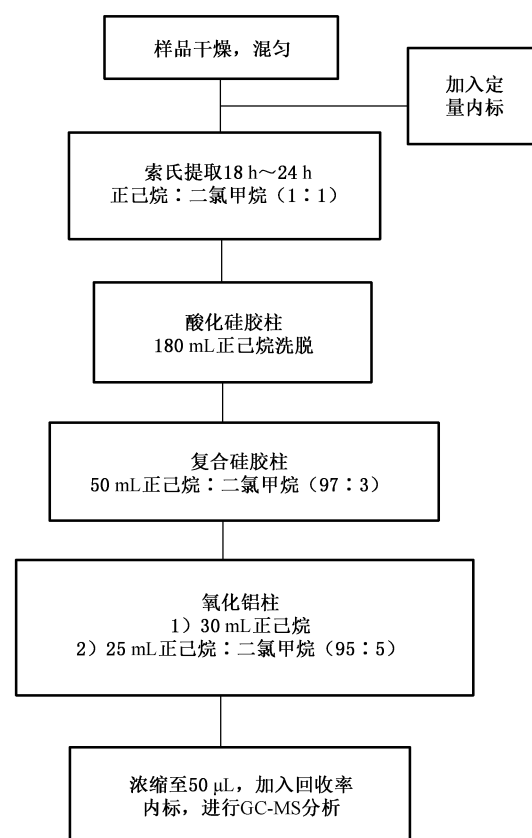


图 D.2 同位素稀释气相色谱-质谱联用仪测定食品中多氯联苯流程图

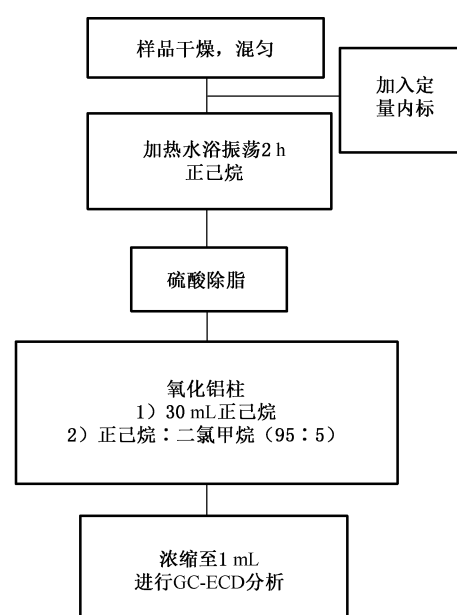


图 D.3 气相色谱-电子捕获检测器测定食品中多氯联苯流程图

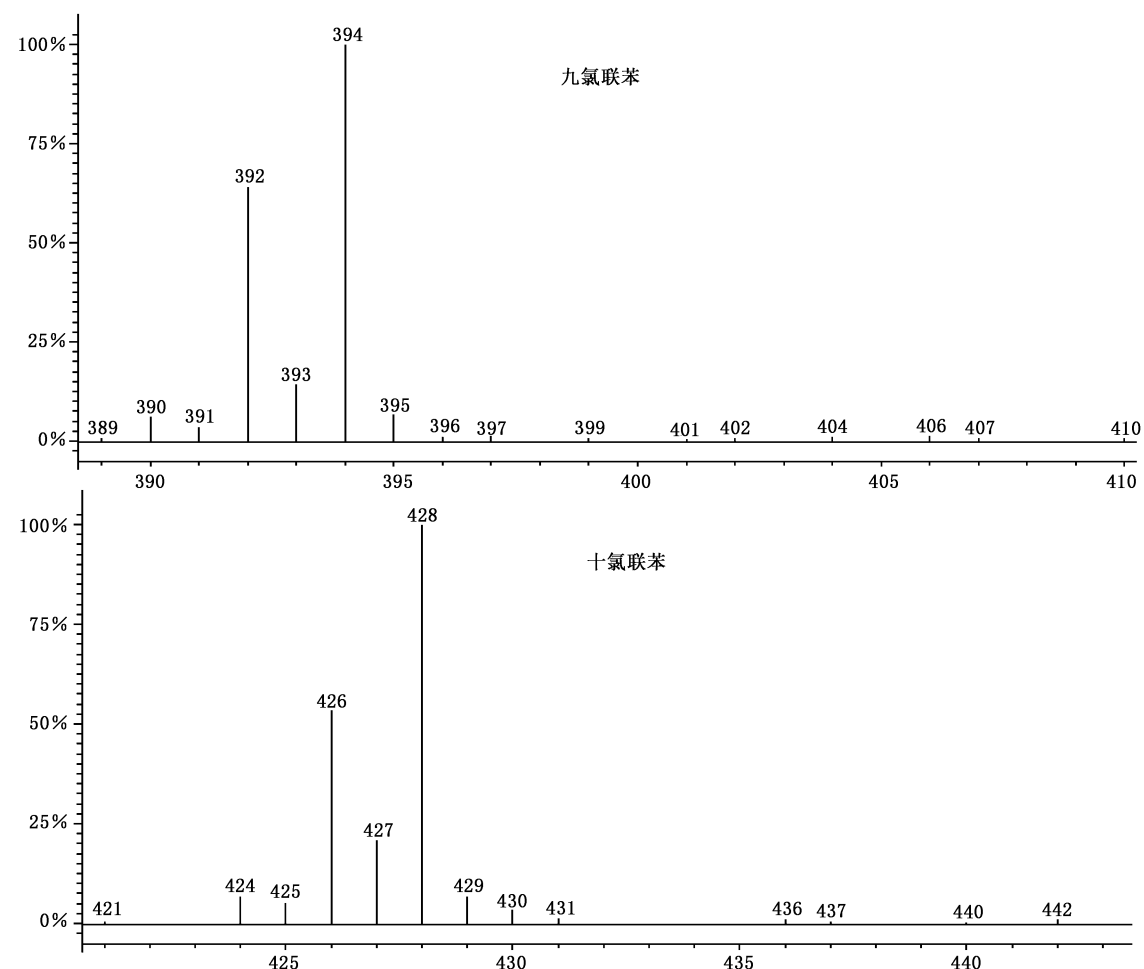


图 C.4 (续)

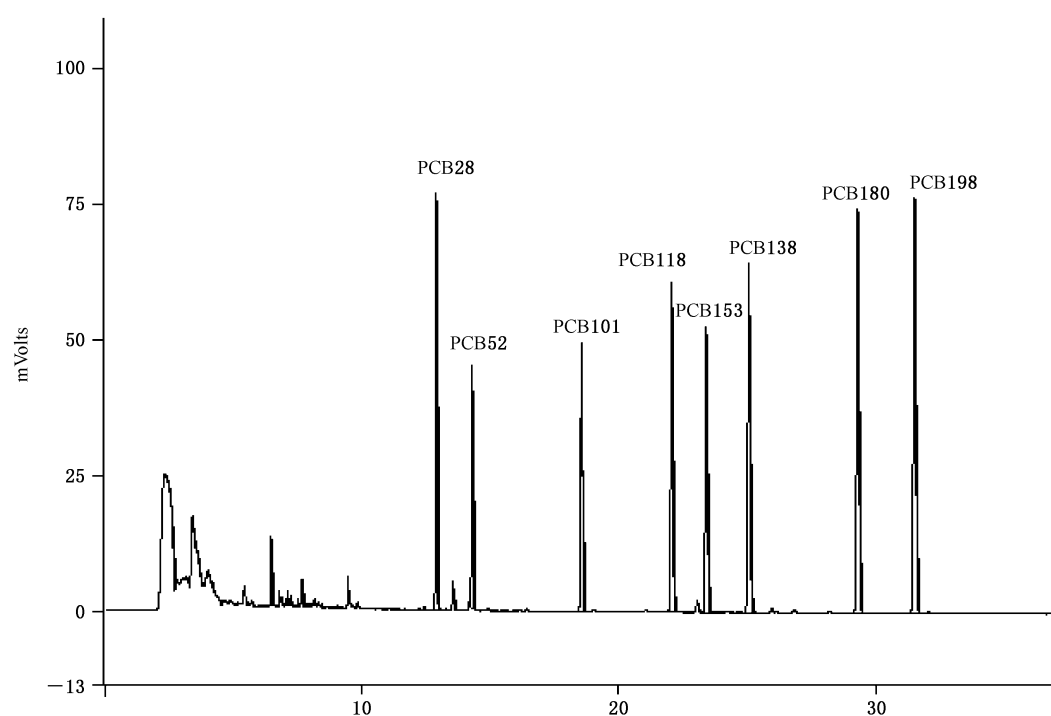


图 C.5 GC-ECD 测定的指示性多氯联苯标准溶液色谱图

食品安全国家标准

食品中指示性多氯联苯含量的测定

1 范围

本标准第一法规定了食品中多氯联苯(polychlorinated biphenyls, PCBs)包括全球环境监测系统/食品规划中规定的指示性 PCBs (PCB28、PCB52、PCB101、PCB118、PCB138、PCB153 和 PCB180) 及 PCB18、PCB33、PCB44、PCB70、PCB105、PCB128、PCB170、PCB187、PCB194、PCB195、PCB199 和 PCB206 含量的测定方法,第二法规定了 PCB28、PCB52、PCB101、PCB118、PCB138、PCB153 和 PCB180 的测定方法。

本标准适用于鱼类、贝类、蛋类、肉类、奶类及其制品等动物性食品和油脂类试样中指示性 PCBs 的测定。

第一法 稳定性同位素稀释的气相色谱-质谱法

2 原理

应用稳定性同位素稀释技术,在试样中加入¹³C₁₂标记的 PCBs 作为定量标准,经过索氏提取后的试样溶液经柱色谱层析净化、分离,浓缩后加入回收内标,使用气相色谱-低分辨质谱联用仪,以四极杆质谱选择离子监测(SIM)或离子阱串联质谱多反应监测(MRM)模式进行分析,内标法定量。

3 试剂和材料

3.1 试剂

- 3.1.1 正己烷(C₆H₁₄):农残级。
- 3.1.2 二氯甲烷(CH₂Cl₂):农残级。
- 3.1.3 丙酮(C₃H₆O):农残级。
- 3.1.4 甲醇(CH₃OH):农残级。
- 3.1.5 异辛烷(C₈H₁₈):农残级。
- 3.1.6 无水硫酸钠(Na₂SO₄):优级纯。将市售无水硫酸钠装入玻璃色谱柱,依次用正己烷和二氯甲烷淋洗两次,每次使用的溶剂体积约为无水硫酸钠体积的两倍。淋洗后,将无水硫酸钠转移至烧瓶中,在 50 °C 下烘烤至干,然后 225 °C 烘烤 8 h~12 h,冷却后干燥器中保存。
- 3.1.7 硫酸(H₂SO₄):含量 95%~98%,优级纯。
- 3.1.8 氢氧化钠(NaOH):优级纯。
- 3.1.9 硝酸银(AgNO₃):优级纯。
- 3.1.10 色谱用硅胶(75 μm~250 μm):将市售硅胶装入玻璃色谱柱中,依次用正己烷和二氯甲烷淋洗两次,每次使用的溶剂体积约为硅胶体积的两倍。淋洗后,将硅胶转移到烧瓶中,以铝箔盖住瓶口置于烘箱中 50 °C 烘烤至干,然后升温至 180 °C 烘烤 8 h~12 h,冷却后装入磨口试剂瓶中,干燥器中保存。