

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 23213—2008

GB/T 23213—2008

植物油中多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法

Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in vegetable oils—
GC-MS method

中华人民共和国
国家标准
植物油中多环芳烃的测定
气相色谱-质谱法
GB/T 23213—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 0.75 字数 15 千字
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

*

书号: 155066·1-36806 定价 14.00 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



GB/T 23213—2008

2008-12-31 发布

2009-05-01 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

附录 B
(资料性附录)
回收率

本标准中添加浓度及其平均回收率的试验数据见表 B.1。

表 B.1 添加浓度及其平均回收率的试验数据

化合物名称	添加浓度/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	平均回收率/%
萘	1.0	85.0
	2.0	94.0
	5.0	82.8
	10.0	86.8
萘烯	1.0	91.8
	2.0	86.8
	5.0	89.0
	10.0	84.8
萘	1.0	84.5
	2.0	86.3
	5.0	87.1
	10.0	85.1
菲	1.0	86.9
	2.0	91.3
	5.0	85.7
	10.0	82.8
芴	1.0	94.2
	2.0	85.7
	5.0	84.3
	10.0	85.2
蒽	1.0	93.2
	2.0	88.7
	5.0	82.7
	10.0	87.1
荧蒽	1.0	92.0
	2.0	87.9
	5.0	97.8
	10.0	83.0
芘	1.0	87.2
	2.0	91.5
	5.0	94.2
	10.0	84.3

前 言

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王建华、郭翠、张艺兵、王艳丽、庞国芳。

A_i ——试样溶液中内标物的色谱峰面积；
 V ——样液最终定容体积，单位为毫升(mL)；
 m ——试样溶液所代表试样的质量，单位为克(g)。

注：计算结果应扣除空白值。

9 精密度

9.1 一般规定

本标准的精密度数据是按照 GB/T 6379.1 和 GB/T 6379.2 的规定确定的，其重复性和再现性的值是以 95% 的可信度来计算。

9.2 重复性

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，多环芳烃在花生油中的添加浓度范围及重复性方程见表 2。

表 2 添加浓度范围及重复性和再现性方程 单位为微克每千克

化合物名称	添加浓度范围	重复性限 r	再现性限 R
萘	1~10	$r=0.288\ 8\ m-0.175\ 9$	$R=0.298\ 9\ m-0.060\ 1$
蒽	1~10	$r=0.225\ 6\ m+0.003\ 9$	$R=0.327\ 6\ m-0.111\ 2$
苊	1~10	$r=0.281\ 8\ m-0.125\ 6$	$R=0.276\ 9\ m+0.041\ 7$
芴	1~10	$r=0.244\ 24\ m+0.089\ 7$	$R=0.276\ 3\ m-0.052\ 8$
菲	1~10	$r=0.164\ 9\ m+0.186\ 9$	$R=0.312\ 1\ m-0.088\ 8$
蒽	1~10	$r=0.274\ 7\ m-0.004\ 0$	$R=0.310\ 9\ m-0.130\ 9$
荧蒽	1~10	$r=0.901\ 1\ m-1.296\ 0$	$R=0.806\ 4\ m-0.697\ 7$
芘	1~10	$r=0.230\ 6\ m+0.017\ 5$	$R=0.231\ 8\ m+0.158\ 1$
苯并(a)蒽	1~10	$r=0.195\ 3\ m+0.158\ 8$	$R=0.287\ 9\ m+0.069\ 2$
屈	1~10	$r=0.209\ 7\ m+0.177\ 0$	$R=0.207\ 3\ m+0.296\ 7$
苯并(b)荧蒽	1~10	$r=0.216\ 1\ m+0.121\ 3$	$R=0.355\ 2\ m-0.189\ 0$
苯并(k)荧蒽	1~10	$r=0.290\ 4\ m+0.020\ 7$	$R=0.352\ 9\ m-0.155\ 9$
苯并(a)芘	1~10	$r=0.386\ 8\ m+0.081\ 2$	$R=0.325\ 5\ m+0.301\ 4$
茚并(1,2,3-cd)芘	1~10	$r=0.253\ 3\ m-0.072\ 2$	$R=0.294\ 6\ m-0.017\ 6$
芘二苯并(a,h)蒽	1~10	$r=0.222\ 4\ m+0.038\ 4$	$R=0.226\ 2\ m+0.145\ 5$
苯并(g,h,i)芘	1~10	$r=0.333\ 1\ m-0.270\ 4$	$R=0.308\ 5\ m-0.037\ 3$

注： m 为两次测定结果的算术平均值。

如果差值超过重复性限，应舍弃试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

9.3 再现性

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限(R)，多环芳烃在花生油中的添加浓度范围及再现性方程见表 2。

植物油中多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了植物油中 16 种多环芳烃(简写 PAH, 具体名称见表 1)的气相色谱-质谱测定方法。

本标准适用于植物油中多环芳烃的测定。

本标准的方法检出限: $1\ \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分: 总则与定义(GB/T 6379.1—2004, ISO 5725-1:1994, IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分: 确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004, ISO 5725-2:1994, IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

3 原理

试样中多环芳烃用丙酮-乙腈溶液超声提取，提取液浓缩至干，乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶解后，用凝胶渗透色谱净化，供气相色谱-质谱仪测定，内标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外，试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈。

4.2 丙酮。

4.3 乙酸乙酯: 色谱纯。

4.4 环己烷: 色谱纯。

4.5 乙腈+丙酮(60+40): 将 60 份乙腈和 40 份丙酮混匀，室温保存。

4.6 乙酸乙酯+环己烷(50+50): 将 50 份环己烷和 50 份乙酸乙酯混匀，室温保存。

4.7 标准物质: EPA16 种多环芳烃混合标准储备液的质量浓度均为 $2\ \text{g}/\text{L}$ ，纯度 $\geq 99\%$ 。

4.8 氘代内标标准物质: 氘代-菲 D10, 氘代-蒽 D10, 氘代-苯并(a)芘 D12, 纯度 $\geq 99\%$ 。

4.9 多环芳烃标准溶液: 准确称取适量标准物(4.7)分别于 50 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯+环己烷(50+50)(4.6)定容至刻度，浓度 $1\ \mu\text{g}/\text{mL}$ ，储备液储存于 $-20\ ^\circ\text{C}$ 。

4.10 内标标准溶液: 准确称量 10 mg 标准物(4.7)分别于 100 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯+环己烷(50+50)(4.6)定容至刻度，浓度 $100\ \mu\text{g}/\text{mL}$ ，储备液储存于 $-20\ ^\circ\text{C}$ 。再以乙酸乙酯+环己烷(50+50)稀释成适用浓度溶液，保存于 $4\ ^\circ\text{C}$ 冰箱中。

4.11 标准工作溶液: 多环芳烃标准溶液(4.9)和内标标准溶液(4.10)混合后备用。