

ICS 67.050

SC

中华人民共和国水产行业标准

SC/T 3030—2006

水产品中五氯苯酚及其钠盐残留量的测定 气相色谱法

Determination of pentachlorophenol and its sodium salt residues in
fishery products Gas chromatography method



061018000003

2006-07-10 发布

2006-10-01 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：江苏省水产质量检测中心、江苏省淡水水产研究所。

本标准主要起草人：葛家春、费志良、吴光红、朱晓华、杨洪生、张美琴、王静、吴蓓琦、刘畅。

水产品中五氯苯酚及其钠盐 残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了水产品中五氯苯酚及其钠盐残留量的气相色谱测定方法。

本标准适用于水产品中五氯苯酚及其钠盐残留量的测定。

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

3 原理

酸性条件下将样品中的五氯酚钠转化为五氯苯酚,用正己烷萃取,碳酸钾溶液反萃取,加乙酸酐与五氯酚盐反应生成五氯苯乙酸酯,用配有电子捕获检测器的气相色谱仪测定,外标法定量。

4 试剂

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,试验用水应符合 GB/T 6682 一级水指标。

4.1 正己烷:色谱纯。

4.2 乙酸酐。

4.3 无水硫酸钠:650℃灼烧4 h,贮于干燥器中备用。

4.4 碳酸钾溶液 [$c(K_2CO_3) = 0.1\text{ mol/L}$]:取13.8 g无水碳酸钾溶于水中,加水至1 000 mL。

4.5 50%硫酸溶液:浓硫酸缓慢加入等体积蒸馏水中,配制成50%硫酸溶液。

4.6 五氯苯酚:标准品,纯度≥99%。

4.7 五氯苯酚标准储备液:准确称取0.050 0 g五氯苯酚标准品,用碳酸钾溶液定容至100 mL,配制成浓度为500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。4℃保存,有效使用期为3个月。

4.8 五氯苯酚标准工作液:以碳酸钾溶液稀释标准储备液,配制成0.3 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、1 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、5 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、10 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、50 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 系列浓度的标准工作液。

5 仪器

5.1 气相色谱仪:配有电子捕获检测器。

5.2 微量注射器:10 μL 。

5.3 离心机:4 000 r/min。

5.4 匀浆机。

5.5 涡旋混合器。

5.6 分析天平:感量0.000 1 g。