

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3134—2012

出口动物源性食品中硫柳汞残留量的测定 液相色谱-原子荧光光谱法

Determination of thimerosal residues in foodstuffs of animal origin for
export—Liquid chromatogram-atomic fluorescence spectrometry
(LC-AFS)method

2012-05-07 发布

2012-11-16 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、北京吉天仪器有限公司。

本标准主要起草人：肖亚兵、高健会、苏毅、林燕奎、王楼明、秦德元、刘霁欣。

出口动物源性食品中硫柳汞残留量的测定

液相色谱-原子荧光光谱法

1 范围

本标准规定了动物源性食品中硫柳汞残留量检测的液相色谱-原子荧光光谱检测方法。
本标准适用于出口鱼肉、鸡肉、牛肉、猪肉、羊肉、猪肝、奶粉、鸡蛋中硫柳汞残留量的测定。

2 方法原理

试样中残留的硫柳汞用提取液提取,经液相色谱分离后,先与氧化剂混合,再与空气混合,通过紫外光照射,硫柳汞被氧化成无机汞,最后与还原剂和盐酸发生氢化反应,进入原子化器,进行原子荧光分析测定。外标法定量。

3 试剂

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,实验用水为去离子水。

- 3.1 乙腈:色谱纯。
- 3.2 甲醇:色谱纯。
- 3.3 盐酸:优级纯。
- 3.4 乙酸胺。
- 3.5 半胱氨酸。
- 3.6 氢氧化钾。
- 3.7 硼氢化钾。
- 3.8 硫脲。
- 3.9 氯化钾。
- 3.10 过硫酸钾。
- 3.11 碱提取液(5%KOH+0.5%硫脲):称取氢氧化钾(3.6)50 g,硫脲(3.8)5 g 溶于水中,稀释至1 000 mL混匀。
- 3.12 酸提取液(20%HCl+1%硫脲+0.15%KCl):量取盐酸(3.3)200 mL,称取硫脲(3.8)10 g,氯化钾(3.9)1.5 g 溶于水中,稀释至1 000 mL混匀。
- 3.13 载流(7%HCl):量取盐酸(3.3)70 mL,慢慢倒入930 mL水中,混匀。
- 3.14 还原剂(0.5%KOH+2%KBH₄):称取氢氧化钾(3.6)5 g、硼氢化钾(3.7)20 g 溶于水中,并稀释至1 000 mL混匀。
- 3.15 氧化剂(0.5%KOH+0.3%K₂S₂O₈):称取氢氧化钾(3.6)5 g,过硫酸钾(3.10)3 g 溶于水中,并稀释至1 000 mL混匀。
- 3.16 清洗液:量取甲醇(3.2)10 mL,倒入90 mL水中,混匀。
- 3.17 硫柳汞(thimerosal,CAS号:54-64-8,C₉H₉O₂HgNaS)标准品:纯度大于等于97%。
- 3.18 硫柳汞标准储备溶液:准确称取适量的硫柳汞标准品,用去离子水配成浓度为1 mg/mL的标准储备液。在0℃~4℃下保存。