



中华人民共和国国家标准

GB 5009.265—2016

食品安全国家标准 食品中多环芳烃的测定

2016-12-23 发布

2017-06-23 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
国家食品药品监督管理总局 发布

食品安全国家标准

食品中多环芳烃的测定

1 范围

本标准规定了食品中多环芳烃(萘、苊、芴、菲、蒽、荧蒽、芘、苯并[*a*]蒽、䓛、苯并[*b*]荧蒽、苯并[*k*]荧蒽、苯并[*a*]芘、茚并[1,2,3-*c,d*]芘、二苯并[*a,h*]蒽和苯并[*g,h,i*]芘的液相色谱测定方法和食品中多环芳烃(萘、苊烯、苊、芴、菲、蒽、荧蒽、芘、苯并[*a*]蒽、䓛、苯并[*b*]荧蒽、苯并[*k*]荧蒽、苯并[*a*]芘、茚并[1,2,3-*c,d*]芘、二苯并[*a,h*]蒽和苯并[*g,h,i*]芘的气相色谱-质谱测定方法。

本标准适用于食品中多环芳烃含量的测定。

第一法 高效液相色谱法

2 原理

试样中的多环芳烃用有机溶剂提取,提取液浓缩至近干,溶剂溶解,用 PSA(*N*-丙基乙二胺)和 C₁₈ 固相萃取填料净化或用弗罗里硅土固相萃取柱净化。经浓缩定容后,通过高效液相色谱分离,测定各种多环芳烃在不同激发波长和发射波长处的荧光强度,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

3.1 试剂

- 3.1.1 乙腈(CH₃CN):色谱纯。
- 3.1.2 正己烷(C₆H₁₄):色谱纯。
- 3.1.3 二氯甲烷(CH₂Cl₂):色谱纯。
- 3.1.4 硅藻土:色谱纯。
- 3.1.5 硫酸镁(MgSO₄):优级纯。
- 3.1.6 *N*-丙基乙二胺(PSA):粒径 40 μm。
- 3.1.7 封尾 C₁₈固相萃取填料:粒径 40 μm~63 μm。
- 3.1.8 弗罗里硅土固相萃取柱:500 mg,3 mL。
- 3.1.9 有机相型微孔滤膜:0.22 μm。

3.2 试剂配制

- 3.2.1 正己烷-二氯甲烷混合溶液(1+1):量取 500 mL 正己烷,加入二氯甲烷 500 mL,混匀。
- 3.2.2 乙腈饱和的正己烷:量取 800 mL 正己烷,加入 200 mL 乙腈,振摇混匀后,静置分层,上层正己烷层即为乙腈饱和的正己烷。

3.3 标准品

多环芳烃(萘、蒽、苊、芴、菲、蒽、荧蒽、芘、苯并[*a*]蒽、䓛、苯并[*b*]荧蒽、苯并[*k*]荧蒽、苯并[*a*]芘、茚并[1,2,3-*c,d*]芘、二苯并[*a,h*]蒽和苯并[*g,h,i*]芘)有证标准溶液(200 μg/mL),于-18℃下保存。

警告——多环芳烃是已知的致癌、致畸、致突变的物质,并且致癌性随着苯环数的增加而增加,测定时应特别注意安全防护。测定应在通风柜中进行并戴手套,尽量减少暴露。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 多环芳烃标准中间液(1 000 ng/mL):吸取多环芳烃标准溶液 0.5 mL,用乙腈定容至 100 mL。在-18℃下保存。

3.4.2 多环芳烃标准系列工作液:分别吸取多环芳烃标准中间液 0.10 mL、0.50 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL,用乙腈定容至 100 mL,得到质量浓度为 1 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL 的标准系列工作液。

4 仪器和设备

- 4.1 高效液相色谱仪,带荧光检测器。
- 4.2 电子天平:感量为 0.01 g。
- 4.3 冷冻离心机:转速 \geq 4 500 r/min。
- 4.4 涡旋振荡器。
- 4.5 超声波振荡器。
- 4.6 粉碎机。
- 4.7 均质器。
- 4.8 氮吹仪。
- 4.9 旋转蒸发器。

5 分析步骤

5.1 试样制备

5.1.1 干样:取样品约 500 g,经粉碎机粉碎、混匀,分装于洁净盛样袋中,密封标识后于-18℃冷冻保存。

5.1.2 湿样:取样品约 500 g,将其可食部分先切碎,经均质器充分搅碎均匀,分装于洁净盛样袋中,密封标识后于-18℃冷冻保存。

5.2 试样提取

5.2.1 粮谷或水分少的食品

称取 2 g~5 g(精确至 0.01 g)试样于 50 mL 具塞玻璃离心管 A 中,按以下步骤处理:

- a) 加入 10 mL 正己烷,涡旋振荡 30 s 后,放入 40℃水浴超声 30 min;以 4 500 r/min 离心 5 min,吸取上清液于玻璃离心管 B 中;离心管 A 下层用 10 mL 正己烷重复提取 1 次,提取液合并于离心管 B 中,氮吹(温度控制在 35℃以下)除去溶剂,吹至近干。
- b) 在离心管 B 中,加入 4 mL 乙腈,涡旋混合 30 s,再加入 900 mg 硫酸镁、100 mg PSA 和 100 mg