

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1661—2008

乳与乳制品中多氯联苯的测定 气相色谱法

Determination of PCBs contents in milk and dairy products
Gas chromatography method

2008-07-14 发布

2008-08-10 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准中附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部畜牧业司提出。

本标准由全国畜牧业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：农业部食品质量监督检验测试中心（上海）。

本标准主要起草人：孟瑾、郑冠树、陈美莲、韩奕奕、吴榕。

乳与乳制品中多氯联苯的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了乳与乳制品中多氯联苯(PCB 28、PCB 52、PCB 101、PCB 118、PCB 138、PCB 153、PCB 180)含量的气相色谱测定方法。

本标准适用于乳与乳制品中多氯联苯含量的测定。

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

通过碱皂化除去乳与乳制品中的脂肪和蛋白质,用正己烷提取 PCBs,通过毛细管气相色谱柱分离,以电子捕获检测器(ECD)检测,外标法定量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂;实验用水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

4.1 无水硫酸钠(Na_2SO_4),优级纯

将市售无水硫酸钠装入玻璃色谱柱,依次用正己烷(4.4)和二氯甲烷(4.5)淋洗2次,每次使用的溶剂体积约为无水硫酸钠体积的2倍。淋洗后,将无水硫酸钠转移至烧瓶中,在50℃下烘烤至干,然后在225℃烘烤8 h~12 h,冷却后干燥器中保存。

4.2 硫酸(H_2SO_4),优级纯

4.3 氢氧化钾(KOH)

4.4 正己烷(C_6H_{14}),色谱纯

4.5 二氯甲烷(CH_2Cl_2)

4.6 氢氧化钾乙醇溶液,350 g/L

称取350 g 氢氧化钾(4.3)溶解于20 mL水中,用无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$,色谱纯)定容至1 000 mL,临用时配制。

4.7 三氯联苯(PCB 28)标准溶液

质量分数为10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的异辛烷(C_8H_{18})溶液。

4.8 四氯联苯(PCB 52)标准溶液

质量分数为10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的异辛烷(C_8H_{18})溶液。

4.9 五氯联苯(PCB 101)标准溶液

质量分数为10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的异辛烷(C_8H_{18})溶液。

4.10 五氯联苯(PCB 118)标准溶液

质量分数为 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的异辛烷(C_8H_{18})溶液。

4.11 六氯联苯(PCB 138)标准溶液

质量分数为 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的异辛烷(C_8H_{18})溶液。

4.12 六氯联苯(PCB 153)标准溶液

质量分数为 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的异辛烷(C_8H_{18})溶液。

4.13 七氯联苯(PCB 180)标准溶液

质量分数为 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的异辛烷(C_8H_{18})溶液。

4.14 混合标准溶液,每毫升各含 PCB 组分 0.1 μg

准确吸取各 PCB 标准溶液(4.7、4.8、4.9、4.10、4.11、4.12、4.13)1 mL 于 100 mL 容量瓶中,用正己烷(4.4)稀释定容,混匀。贮存于 4℃ 的冰箱中,有效期 6 个月。该溶液每毫升各含 PCB 组分 0.1 μg 。必要时,可用正己烷(4.4)稀释配制成适当质量分数的标准溶液。贮存于 4℃ 的冰箱中,有效期 3 个月。

5 仪器设备

常用实验室仪器设备及以下各项。

- 5.1 分析天平,感量 0.000 1 g。
- 5.2 气相色谱仪,并配有电子捕获检测器。
- 5.3 旋转蒸发器。
- 5.4 高速离心机:转速不低于 5 000 r/min。
- 5.5 分液漏斗:250 mL。
- 5.6 容量瓶:5.00 mL。
- 5.7 平底烧瓶:250 mL。
- 5.8 无水硫酸钠柱,筒形漏斗,内径 2 cm~3 cm,内装 5 cm 高无水硫酸钠(4.2)。

6 分析步骤

6.1 试样制备

贮藏在冰箱中的乳与乳制品,应在试验前预先取出,并达室温。

6.1.1 液态试样

准确称取 20.0 g~50.0 g 试样(乳脂肪量不低于 2.0 g)于平底烧瓶中(5.7)。

6.1.2 固态试样

准确称取 5.0 g~10.0 g 试样(乳脂肪量不低于 2.0 g)于平底烧瓶中(5.7),加入 10 mL 60℃ 的水溶解。

6.2 皂化

试样(6.1)中加入 20 mL 氢氧化钾乙醇溶液(4.5),充分混匀,在 70℃ 水浴上回流 30 min,立刻冷却至室温。

6.3 萃取

将皂化液(6.2)转入分液漏斗(5.5)中,用 30 mL 正己烷(4.4)分数次清洗平底烧瓶,合并正己烷至分液漏斗中,加入 20 mL 水振摇 30 s,静置分层。下层水相转入另一分液漏斗中,重复上述萃取过程 2 次,合并正己烷层到第一个分液漏斗中,用水清洗至中性。正己烷层通过无水硫酸钠柱(5.8)过滤至烧瓶中,经旋转蒸发器(5.3)在 40℃ 水浴中浓缩近干。用正己烷定容至 5.0 mL。

6.4 净化

萃取液(6.3)中缓慢加入 1.0 mL 硫酸(4.2),剧烈振摇。以 5 000 r/min 离心 5 min,上清液直接上机。

6.5 测定

6.5.1 色谱参考条件

色谱柱:DB-5,0.25 μm,30 m×0.25 mm(i. d.),或性能相当者。
载气:高纯氮。
进样器温度:220℃。
检测器温度:300℃。
柱温箱温度:初始温度 100℃,以 10℃/min 升温至 200℃,再以 20℃/min 升温至 270℃,保持 5 min。
载气流速:1.0 mL/min。
进样量:1 μL。

6.5.2 测定

在上述色谱条件下,准确吸取混合标准溶液(4.13)及试液(6.4)各 1 μL,分别进样,得到混合标准溶液和试液中多氯联苯的峰面积,外标法定量。同时,作空白试验。多氯联苯标准物质典型图谱参见附录 A。

7 结果计算

试样中各多氯联苯组分含量以质量分数 X 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{A_s \times C_{std} \times V}{A_{std} \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- A_s ——试样溶液中多氯联苯的峰面积;
 - A_{std} ——混合标准溶液中多氯联苯的峰面积;
 - C_{std} ——混合标准溶液中多氯联苯的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
 - m ——试样的称样量,单位为克(g);
 - V ——溶解试样浓缩后残余物所定容的体积,单位为毫升(mL), $V=5.0$ mL;
- 测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留两位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值 15%。
在再现性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值 30%。

9 检出限

本方法检出限见表 1。

表 1 PCBs 检出限

化合物名称	检出限(μg/kg)	
	奶粉、奶酪	液态乳
三氯联苯(PCB 28)	0.16	0.037
四氯联苯(PCB 52)	0.29	0.069
五氯联苯(PCB 101)	0.18	0.040
五氯联苯(PCB 118)	0.12	0.033
六氯联苯(PCB 138)	0.12	0.028
六氯联苯(PCB 153)	0.11	0.030
七氯联苯(PCB 180)	0.077	0.021

附录 A
(资料性附录)
气相色谱法测定 PCBs 标准溶液的典型图谱

