

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.190—2003
代替 GB/T 9675—1988

海产食品中多氯联苯的测定

Determination of polychlorobiphenyls (PCBs)
in marine foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 9675—1988《海产食品中多氯联苯的测定方法》。

本标准与 GB/T 9675—1988 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称,标准中文名称改为《海产食品中多氯联苯的测定》;
- 按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分:化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由浙江省医学科学院负责起草。

原标准于 1988 年首次发布,本次为第一次修订。

海产食品中多氯联苯的测定

1 范围

本标准规定了海产食品中多氯联苯(PCBs)含量的测定方法。
本标准适用于海产食品中多氯联苯(PCBs)含量的测定。

2 原理

海产食品中,多氯联苯残留物用己烷(或石油醚)提取。提取液经过净化、硅胶柱分离、浓缩处理,用电子捕获检测器的气相色谱仪测定其总含量。

3 试剂

- 3.1 己烷:分析纯,于全玻璃蒸馏器中重蒸。
- 3.2 石油醚:分析纯。
- 3.3 浓硫酸:优级纯。
- 3.4 无水硫酸钠:优级纯,经 550℃ 高温灼烧,干燥器中贮存。
- 3.5 硅胶:层析用,60 目~100 目,于 360℃ 加热处理 10 h~12 h,冷却后加 3.0% 水,振摇 2 h 以后,干燥器中贮存。
- 3.6 多氯联苯标准溶液:准确称取 10.0 mg PCB₃ 和 PCB₅,分别置于两个 100 mL 容量瓶中,用正己烷稀释至刻度,混匀。该溶液浓度为 100 μg/mL。使用前用正己烷稀释成标准使用液。此使用液每毫升含 PCB₃ 和 PCB₅ 各 0.20 μg。

4 仪器

- 4.1 100 mL 具塞三角烧瓶。
- 4.2 刻度具塞离心管。
- 4.3 10 mm×150 mm 具塞玻璃层析柱。
- 4.4 离心机。
- 4.5 恒温水浴锅。
- 4.6 K-D 浓缩器。
- 4.7 气相色谱仪 ECD Ni⁶³。

5 分析步骤

5.1 色谱条件

- 5.1.1 色谱柱为内径 3 mm,长 2 m 的玻璃柱。
- 5.1.2 固定相:
 - a) 2.8% OV-210+0.23% OV-17 Chromosorb W AW DMCS 80 目~100 目。
 - b) 3% OV-101 Chromosorb W AW DMCS 80 目~100 目。
- 5.1.3 温度:柱温 210℃;检测器 250℃;气化室 230℃。
- 5.1.4 载气:高纯氮(99.99%)。

5.2 样本制备和提取

取捣匀的可食部分鱼样 5 g,加 20 g 左右无水硫酸钠研磨成沙状,置具塞三角瓶中,加己烷 40 mL,