



中华人民共和国水产行业标准

SC/T 3031—2006

水产品中挥发酚残留量的测定 分光光度法

Determination of volatile phenolic compounds residues in fishery products
Spectrophotometric method

HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2006-12-06 发布

2007-02-01 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。

本标准的技术归口单位：全国水产品标准化技术委员会水产品加工分技术委员会。

本标准起草单位：农业部渔业环境及水产品质量监督检验测试中心(哈尔滨)。

本标准主要起草人：战培荣、王海涛、陈中祥、王崇、卢玲、赵彩霞、刘伟、薛玲玲。



水产品中挥发酚残留量的测定 分光光度法

1 范围

本标准规定了水产品中挥发酚残留量的分光光度测定方法。
本标准适用于水产品中可食部分挥发酚残留量的测定。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件中的条款作为本标准的条款。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

用碱性溶液破坏样品组织结构,在酸性条件下用水蒸气蒸馏出挥发酚类化合物,在铁氰化钾存在下,与4-氨基安替比林反应生成橙红色的安替比林染料,用氯仿萃取,在460 nm波长测定吸光度定量。

4 试剂

本标准所用试剂除另有说明外,均为分析纯。水为无酚水。

4.1 无酚水的制备

4.1.1 用符合GB/T 6682的实验用水,每升水中加入0.2 g经200℃烘干30 min的活性炭粉末(粒径0.1 mm~0.5 mm),充分振摇后,放置过夜,用双层中速滤纸过滤。

4.1.2 加氢氧化钠(NaOH)使水呈强碱性,并滴加高锰酸钾溶液至紫红色,移入全玻璃蒸馏器中加热蒸馏,取馏出液备用。

4.2 氯仿(CHCl_3)。

4.3 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。

4.4 50%硫酸溶液:浓硫酸在搅拌下缓缓加入等体积的实验用水中。

4.5 10%氢氧化钠(NaOH)溶液:称取10 g氢氧化钠溶于水,稀释至100 mL。

4.6 8%铁氰化钾溶液:称取8 g铁氰化钾($\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$)溶于水,稀释至100 mL,4℃冷藏,可使用一周。

4.7 10%硫酸铜溶液:称取10 g硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水,稀释至100 mL。

4.8 0.05%甲基橙指示液:称取甲基橙0.05 g溶于水,稀释至100 mL。

4.9 缓冲溶液:称取20 g氯化铵(NH_4Cl)溶于100 mL氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)中,pH约10.7,4℃冷藏。

4.10 2% 4-氨基安替比林溶液:称取2 g 4-氨基安替比林($\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}$)溶于水,稀释至100 mL,4℃冷藏,可使用一周。

4.11 标准贮备溶液:从国家标准物质机构购置标准溶液。

4.12 标准使用液:取适量苯酚标准溶液,用无酚水稀释至每毫升含1.00 μg 酚,配制后要在两小时内使用。

5 仪器

实验室常规仪器及下列各项。

- 5.1 500 mL 玻璃水蒸气蒸馏装置(见附录 A)。
- 5.2 500 mL(梨形)刻度分液漏斗。
- 5.3 分光光度计。
- 5.4 组织捣碎机。
- 5.5 电子天平。
- 5.6 调温电炉或调温电加热套。

6 测定步骤

6.1 样品预处理

取水产品可食部分,用组织捣碎机捣碎,贮存备用。

6.2 蒸馏提取

称取预处理的样品 10 g~20 g(精确到 0.01 g,同时做空白试验)。放烧杯中,加入 10% 氢氧化钠溶液(4.5)75 mL,搅拌 10 min。再加 3~5 滴甲基橙(4.8)指示剂,用 50% 硫酸(4.4)调节 pH≤4(溶液呈橙红色),再加 10% 硫酸铜溶液(4.7)5 mL,混匀后,置于 500 mL 蒸馏瓶中,用少量无酚水(4.1)洗净烧杯,洗涤液并入蒸馏瓶中并加数粒玻璃珠。

连接好水蒸气蒸馏装置,确保严密不漏气,取 250 mL 三角瓶接收馏出液。将水蒸气发生瓶中的水煮沸的同时,样品蒸馏瓶也应以略低于水蒸气发生器的温度加热,防止通入的蒸气冷凝而集水。中速蒸馏 60 min~90 min,至馏出液约 240 mL 时,停止蒸馏,蒸馏完成后应打开水蒸气发生瓶上的阀门,使瓶内外压力平衡。并用 10 mL 无酚水(4.1)冲洗冷凝管,洗涤液并入馏出液中(蒸馏过程中保持酸性)。

蒸馏液应尽量避免与橡胶制品接触(橡皮塞、橡胶管和乳胶管里含有酚类化合物添加剂),如需使用时用硅胶管(塞)代替。

6.3 显色

将馏出液移入分液漏斗中,加 2.0 mL 缓冲溶液(4.9),混匀。加 1.5 mL 4-氨基安替比林溶液(4.10),混匀,再加 1.5 mL 铁氰化钾溶液(4.6),充分混匀后,放置 10 min。

6.4 萃取

准确加入 10.0 mL 氯仿(4.2),密塞,剧烈振摇 2 min,静置分层,彻底澄清透明后(不能存有气泡),用干脱脂棉拭干分液漏斗颈管内壁,于颈管内塞入一小团干脱脂棉,将氯仿通过干脱脂棉团,弃去最初滤出的数滴萃取液,直接放入光程为 1 cm 的比色皿中。安替比林染料用氯仿萃取后,需 6 h 以内测定。

6.5 测定

于 460 nm 波长下,以空白氯仿萃取液为参比,用分光光度计测量吸光度。

6.6 标准曲线绘制

取 8 个分液漏斗,分别加入 100 mL 水,依次加入 0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、7.0 mL、10.0 mL、15.0 mL 酚标准溶液(4.12),再分别加水(4.1)至 250 mL,显色(6.3)、萃取(6.4)后,测定吸光度(6.5)绘制标准曲线。

6.7 计算公式

样品中挥发酚类含量由(1)计算:

$$X = \frac{c - c_0}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——挥发酚含量(以苯酚计),单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——曲线查得的苯酚量,单位为微克(μg);

c₀ ——空白的苯酚量,单位为微克(μg);

m ——样品重量,单位为克(g)。

7 方法回收率

标准添加浓度为 0.05 mg/kg~4 mg/kg 时,回收率 80%~110%。

8 方法检出限

本方法检出限:0.05 mg/kg。

9 重复性

两次平行测定结果相对偏差<10%。

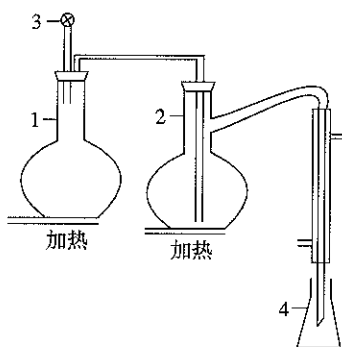
10 线性范围

氯仿萃取溶液挥发酚浓度 0.002 mg/L~6 mg/L。



附录 A
(资料性附录)

水蒸气蒸馏装置参考示意图



- 1. 水蒸气发生瓶
- 2. 样品蒸馏瓶
- 3. 阀门
- 4. 三角瓶

图 A.1 水蒸气蒸馏装置参考示意图

美析仪器
MACY
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686