



中华人民共和国国家标准

GB/T 22509—2008

动植物油脂 苯并(*a*)芘的测定 反相高效液相色谱法

Animal and vegetable fats and oils—Determination of benzo(*a*)pyrene—
Reverse-phase high performance liquid chromatography method

(ISO 15302:2007, MOD)

2008-11-04 发布

2009-01-20 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
动 植 物 油 脂 苯 并(a)芘 的 测 定
反 相 高 效 液 相 色 谱 法
GB/T 22509—2008

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码 : 100045

网 址 www.spc.net.cn

电 话 : 68523946 68517548

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷

各 地 新 华 书 店 经 销

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.75 字 数 16 千 字

2009 年 4 月 第 一 版 2009 年 4 月 第 一 次 印 刷

*

书 号 : 155066 · 1-36560

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换

版 权 专 有 侵 权 必 究

举 报 电 话 : (010)68533533

前 言

本标准修改采用 ISO 15302:2007《动植物油脂 苯并(a)芘的测定 反相高效液相色谱法》(英文版)。

本标准与 ISO 15302:2007 相比主要技术性差异为：

- 删除了名词术语；
- 对仪器设备作了适当修改；
- 增加了氧化铝活度的测定方法；
- 将洗脱试剂石油醚(40 ℃~60 ℃)或正己烷更改为石油醚(30 ℃~60 ℃)或正己烷；
- 将待测液定容体积 250 μL 更改为 100 μL , 将进样体积 50 μL 更改为 10 μL ；
- 将内标法定量计算更改为外标法定量计算。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 均为资料性附录。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：大连市产品质量监督检验所、国家粮食质量监督检验中心、大连标准检测技术研究中心。

本标准主要起草人：董广彬、郑顺利、王春燕、李鹏、潘炜、姜俊、李海燕、顾鑫荣、关成、毛希琴、勇艳华、刘志璋、张晓凡。

动植物油脂 苯并(a)芘的测定

反相高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了用反相高效液相色谱法测定动植物油脂中苯并(a)芘的原理、试剂和材料、仪器和设备、扦样方法、试样的制备、操作步骤、测试结果的表示及精密度等内容。

本标准适用于动植物油脂。

本标准方法的最低检出限： $0.1 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

本标准的测量范围： $0.1 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 50 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 15687 油脂试样制备(GB/T 15687—1995,eqv ISO 661:1989)

3 原理

样品经溶剂溶解,通过氧化铝柱吸附,用洗脱试剂洗脱苯并(a)芘,用反相高效液相色谱分离,荧光检测器检测,根据色谱峰的保留时间定性,外标法定量。

4 试剂和材料

除特殊要求外,所用试剂为分析纯试剂。当使用推荐试剂以外的分析纯试剂时,应全部进行空白试验并报告空白分析的结果。

4.1 水:符合 GB/T 6682 规定的一级水要求。

4.2 石油醚(沸程 $30 \text{ }^{\circ}\text{C} \sim 60 \text{ }^{\circ}\text{C}$)或正己烷:每升加 4 g 氢氧化钾颗粒重蒸。

4.3 乙腈:色谱纯。

4.4 四氢呋喃:色谱纯。

4.5 乙腈四氢呋喃混合溶液:90 mL 乙腈(4.3)和 10 mL 四氢呋喃(4.4)的混和溶液。

4.6 甲苯:色谱纯。

4.7 无水硫酸钠。

4.8 层析用中性氧化铝(100 目 \sim 200 目):Brockmann 活度 IV 级(参见附录 A),由活度为 I 级的中性氧化铝减活制备而成。将 90 g 经 $450 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 12 h 的氧化铝放入密闭容器中降至室温,加入 10 mL 水(4.1)。剧烈摇动容器 15 min,静置平衡 24 h,室温下密闭避光保存。由于不同品牌氧化铝活性存在差异,建议对质控样品进行测试,使氧化铝活性满足苯并(a)芘的回收率要求。建议应做相应的样品回收实验验证氧化铝活性。

4.9 苯并(a)芘标准品:CAS 编号:50-32-8,纯度不低于 99.0%。