

气相色谱法测定水产品中二硫氰基甲烷残留量

GC-248

摘要： 本文使用 GC-2030 (FPD 检测器) 建立了水产品中二硫氰基甲烷残留量的分析方法。样品经二氯甲烷和正己烷混合液提取，去脂，中性氧化铝固相萃取柱净化，氮吹浓缩后上机测试。结果表明，在 0.05~10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的浓度范围内，二硫氰基甲烷线性相关系数 R 大于 0.997。取浓度为 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液重复进样 6 次，二硫氰基甲烷的峰面积的相对标准偏差小于 3%。对空白实际样品进行加标回收实验，二硫氰基甲烷加标平均回收率为 76.3%。该方法稳定可靠，可用于水产品中二硫氰基甲烷残留量的测定。

关键词： 气相色谱仪 水产品 二硫氰基甲烷

技术特点：

- ❖ 参考标准方法，使用二氯甲烷和正己烷混合液提取目标物，样品前处理简单。
- ❖ 使用 FPD 火焰光度检测器进行检测，二硫氰基甲烷灵敏度高。

目前，我国水产养殖产量高居世界第一，但各种由细菌或者真菌引起的病害，使得水产养殖业遭受严重的经济损失。

二硫氰基甲烷是一种高效杀菌药物，对水体中存在的主要细菌、真菌以及藻类都具有较好的杀灭效果，且药效维持时间较长，经水解后的化合物毒性较低，近年来被广泛用于治疗鱼类疾病，如水霉病。

本文参考《GB 31656.17-2022 食品安全国家标准水产品中二硫氰基甲烷残留量的测定 气相色谱法》，使用岛津气相色谱仪 GC-2030 建立了水产品中二硫氰基甲烷残留量的测定方法。实验结果表明，该方法稳定可靠，满足标准要求，可用于水产品中二硫氰基甲烷残留量的测定。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2030 (FPD 检测器)

1.2 分析条件

GC 参数：

色 谱 柱：SH-Rtx-5, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱 温 程 序：50°C (1 min)_25°C /min_180°C (2 min)

检 测 器：FPD (S 模式)

检测器温度：310°C

进样口温度：230°C

进 样 方 式：分流进样，分流比 20:1

进 样 量：1 μL

载 气：氮气

载气控制方式：恒流量，1 mL/min

空 气 流 量：60 mL/min

氢 气 流 量：40 mL/min

■ 样品前处理

样品前处理参照下图所示。

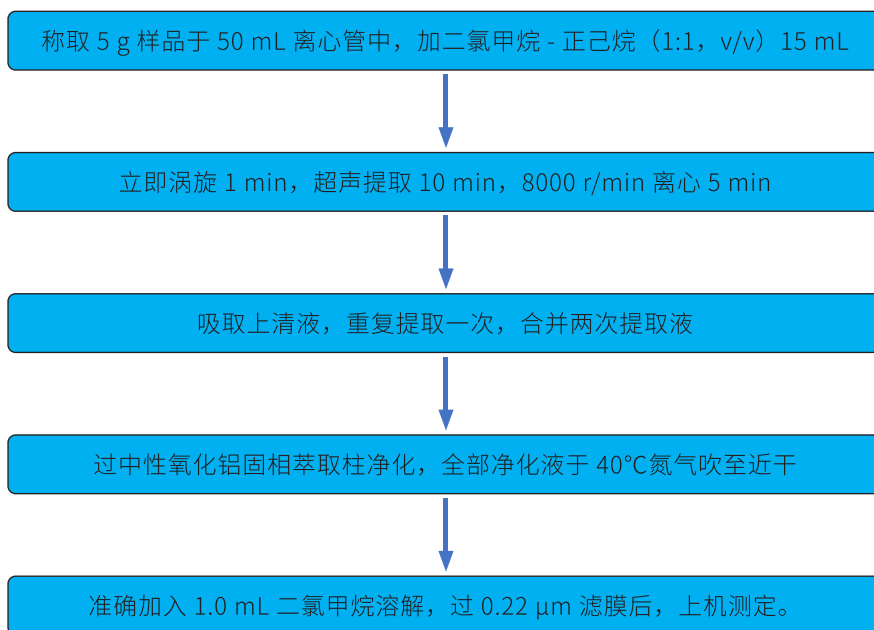


图 1 前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准品谱图

二硫氰基甲烷标准品色谱图和化合物信息分别见图 2 和表 1。

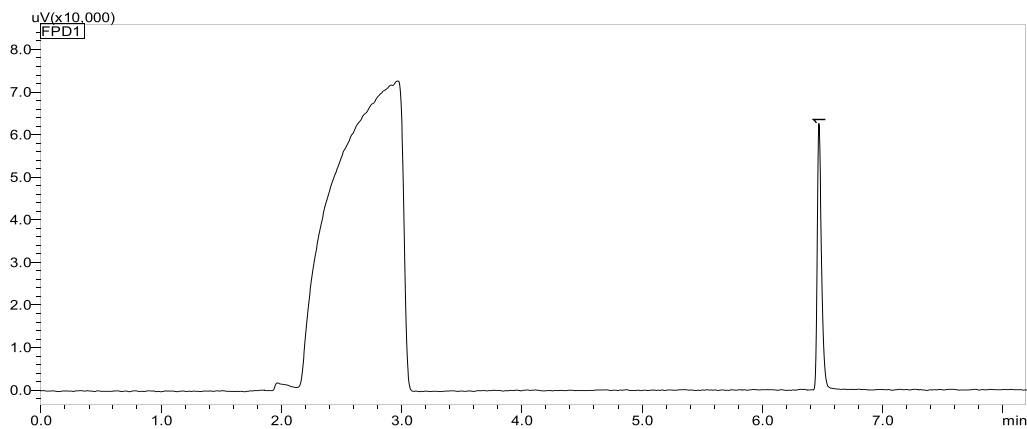


图 2 二硫氰基甲烷标准溶液色谱图（浓度：0.1 mg/L）

表 1 化合物信息表

峰号	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	二硫氰基甲烷	Methylene bithiocyanate	6317-18-6	6.470

3.2 标准曲线与检出限

精确量取二硫氰基甲烷标准储备液适量，用二氯甲烷稀释，配制成浓度为 0.05、0.1、0.5、1.0、2.0、5.0 和 10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的系列标准工作液。以标准溶液浓度自然对数为横坐标，以测得的峰面积自然对数为纵坐标，绘制标准曲线。根据 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标样数据，以 3 倍信噪比计算各目标组分的仪器检出限，标准曲线见图 3，线性方程、相关系数以及检出限见表 2。

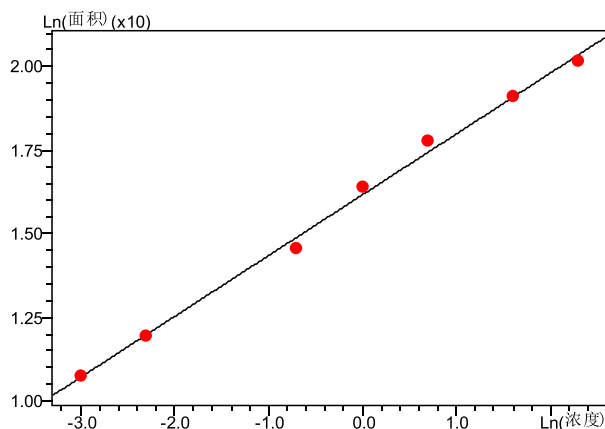


图3 二硫氰基甲烷标准曲线

表2 线性方程、相关系数及仪器检出限

No.	化合物名称	相关系数	检出限 (ng/mL)
1	二硫氰基甲烷	0.997	2.16

3.3 重复性

取0.05 $\mu\text{g/mL}$ 二硫氰基甲烷标准溶液1 μL 进气相色谱仪,连续进样6次,以目标物峰面积RSD%考察重复性,结果如表3。

表3 峰面积重复性结果 (n=6)

组份	面积1	面积2	面积3	面积4	面积5	面积6	平均面积	RSD (%)
二硫氰基甲烷	45556	45060	42536	45110	46154	45372	44965	2.78

3.4 样品测试结果

取5.0 g 虾肉样品,按照步骤2 进行处理后上机检测,样品中未检出二硫氰基甲烷,样品色谱图见图4。

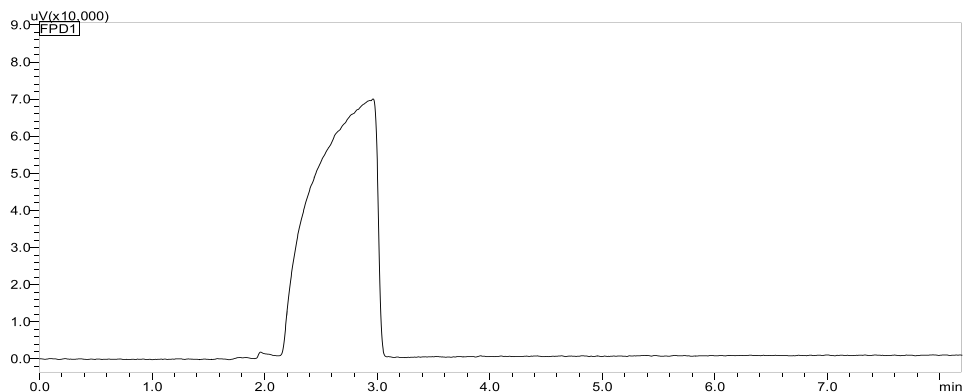


图4 虾肉样品色谱图

3.5 回收率

将二硫氰基甲烷标准溶液添加到空白虾肉样品中,样品加标浓度为20 $\mu\text{g/kg}$,按照样品前处理方法分别平行制样3次。回收率结果见表4。

表4 加标回收率结果 ($\mu\text{g/kg}$)

组分名称	测试值1	测试值2	测试值3	平均回收率 (%)
二硫氰基甲烷	15.6	14.0	16.2	76.3

■ 结论

本文使用 GC-2030 (FPD 检测器) 建立了水产品中二硫氰基甲烷残留量的分析方法。结果表明, 在 0.05~10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的浓度范围内, 二硫氰基甲烷线性相关系数 R 大于 0.997。取浓度为 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液重复进样 6 次, 二硫氰基甲烷的峰面积的相对标准偏差小于 3%, 仪器精密度良好。对实际样品进行加标回收实验, 二硫氰基甲烷加标平均回收率为 76.3%。该方法灵敏度高、重复性好, 满足标准要求, 可用于水产品中二硫氰基甲烷残留量的测定。

岛津应用云

