



中华人民共和国国家标准

GB/T 19857—2005

水产品中孔雀石绿和结晶紫 残留量的测定

Determination of malachite green and crystal violet residues
in aquatic product

2005-09-05 发布

2005-09-05 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

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国水产标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局、厦门出入境检验检疫局、广东出入境检验检疫局、福建出入境检验检疫局、江苏出入境检验检疫局、北京出入境检验检疫局、宁波出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：郭德华、施冰、杨惠琴、林峰、李波、张志刚、林海丹、王传现、陈鹭平、盛永刚、李耀平、杨芳、陈惠兰、张朝晖、殷居易、林立毅、袁辰刚。

本标准系首次发布的国家标准。

水产品中孔雀石绿和结晶紫 残留量的测定

1 范围

本标准规定了水产品中孔雀石绿及其代谢物隐色孔雀石绿(leucomalachite green)、结晶紫及其代谢物隐色结晶紫(leucocrystal violet)残留量的液相色谱-串联质谱和高效液相色谱的测定方法。

本标准适用于鲜活水产品及其制品中孔雀石绿及其代谢物隐色孔雀石绿、结晶紫及其代谢物隐色结晶紫残留量的检验。

2 液相色谱-串联质谱法

2.1 原理

试样中的残留物用乙腈-乙酸铵缓冲溶液提取,乙腈再次提取后,液液分配到二氯甲烷层,经中性氧化铝和阳离子固相柱净化后用液相色谱-串联质谱法测定,内标法定量。

2.2 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为重蒸馏水。

2.2.1 乙腈:液相色谱纯。

2.2.2 甲醇:液相色谱纯。

2.2.3 二氯甲烷。

2.2.4 无水乙酸铵。

2.2.5 5 mol/L 乙酸铵缓冲溶液:称取 38.5 g 无水乙酸铵溶解于 90 mL 水中,冰乙酸调 pH 到 7.0,用水定容至 100 mL。

2.2.6 0.1 mol/L 乙酸铵缓冲溶液:称取 7.71 g 无水乙酸铵溶解于 1 000 mL 水中,冰乙酸调 pH 到 4.5。

2.2.7 5 mmol/L 乙酸铵缓冲溶液:称取 0.385 g 无水乙酸铵溶解于 1 000 mL 水中,冰乙酸调 pH 到 4.5,过 0.2 μm 滤膜。

2.2.8 冰乙酸。

2.2.9 0.25 g/mL 盐酸羟胺溶液。

2.2.10 1.0 mol/L 对-甲苯磺酸溶液:称取 17.2 g 对-甲苯磺酸,用水溶解并定容至 100 mL。

2.2.11 体积分数为 2% 的甲酸溶液。

2.2.12 体积分数为 5% 的乙酸铵甲醇溶液:量取 5 mL 乙酸铵缓冲溶液(2.2.5)用甲醇定容至 100 mL。

2.2.13 阳离子交换柱:MCX,60 mg/3 mL,使用前依次用 3 mL 乙腈、3 mL 甲酸溶液(2.2.11)活化。

2.2.14 中性氧化铝柱:1 g/3 mL,使用前用 5 mL 乙腈活化。

2.2.15 标准品:孔雀石绿(MG)、隐色孔雀石绿(LMG)、结晶紫(CV)、隐色结晶紫(LCV)、同位素内标氘代孔雀石绿(D_5 -MG)、同位素内标氘代隐色孔雀石绿(D_5 -LMG),纯度大于 98%。

2.2.16 标准储备溶液:准确称取适量的孔雀石绿、隐色孔雀石绿、结晶紫、隐色结晶紫、氘代孔雀石绿、氘代隐色孔雀石绿标准品,用乙腈分别配制成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。

2.2.17 混合标准储备溶液(1 $\mu\text{g}/\text{mL}$):分别准确吸取 1.00 mL 孔雀石绿、结晶紫、隐色孔雀石绿和隐色结晶紫的标准储备溶液(2.2.16)至 100 mL 容量瓶中,用乙腈稀释至刻度,1 mL 该溶液分别含 1 μg 的孔雀石绿、结晶紫、隐色孔雀石绿和隐色结晶紫。-18 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存。