

中华人民共和国国家标准

GB/T 24893—2025

代替 GB/T 24893—2010

动植物油脂 多环芳烃的测定

Animal and vegetable fats and oils—
Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons

(ISO 15753:2016, MOD)

2025-12-31 发布

2026-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 24893—2010《动植物油脂 多环芳烃的测定》，与 GB/T 24893—2010 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了文件的范围(见第1章,2010年版的第1章)；
- 更改了部分试剂和材料要求(见5.1、5.13,2010年版的5.1、5.13)；
- 更改了部分仪器设备要求(见6.9、6.12,2010年版的6.9、6.12)；
- 更改了油脂中多环芳烃(PAH)的测定步骤中的一般要求(见9.1,2010年版的9.1)；
- 更改了弗罗里硅土键合固相萃取柱净化操作中萃取液于室温下的平衡时间(见9.6.1、10.4.1,2010年版的9.4.1、10.4.1)。

本文件修改采用 ISO 15753:2016《动植物油脂 多环芳烃的测定》。

本文件与 ISO 15753:2016 相比做了下述结构调整：

- 9.6.4 对应 ISO 15753:2016 的 9.6.4 和 9.6.5；
- 10.4.4 对应 ISO 15753:2016 的 10.4.4 和 10.4.5；
- 附录 A 对应 ISO 15753:2016 的附录 B；
- 附录 B 对应 ISO 15753:2016 的附录 A。

本文件与 ISO 15753:2016 的技术差异及其原因如下：

- 更改了试剂和材料要求,将甲醇的纯度由超纯级更改为色谱纯,将多环芳烃标准溶液取出后平衡时间由 1 h 以上更改为 0.5 h 以上(见 5.1、5.13),增加了可操作性；
- 更改了仪器设备要求,将锥形离心管容量由 11 mL 更改为 15 mL,将注射器更改为移液器(见 6.9、6.12),增加了可操作性；
- 更改了扦样要求,将实验室收到的样品宜具有代表性更改为应具有代表性(见第 7 章),强调样品的重要性；
- 用规范性引用的 GB/T 15687 替换了 ISO 661(见第 8 章),增加了可操作性；
- 更改了一般要求(见 9.1),减少了冗余的按天安排操作流程,提高了工作效率；
- 更改了萃取液在弗罗里硅土键合固相萃取柱净化操作前于室温下的平衡时间,将平衡时间由 1 h 以上更改为 0.5 h 以上(见 9.6.1、10.4.1),增加了可操作性。

本文件做了下列编辑性改动：

- 删除了部分试剂的脚注；
- 删除了部分仪器的脚注；
- 删除了部分仪器的资料性引用文件；
- 更正了公式(1)、公式(2)字母符号含义解释中甲苯密度(d)的单位以及公式(3)字母符号含义解释中多环芳烃标准工作溶液浓度(c_{it})的单位；
- 用 GB/T 5524 替换了资料性引用的 ISO 5555。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家粮食和物资储备局提出。

本文件由全国粮油标准化技术委员会(SAC/TC 270)归口。

本文件起草单位:南京财经大学、中储粮镇江质检中心有限公司、中储粮江苏质检中心有限公司、山东省粮油检测中心、江苏省粮油质量监测中心、湖北省粮油食品质量监督检测中心、安徽省粮油产品质量监督检测站、上海交通大学。

本文件主要起草人:袁建、邢常瑞、张榴萍、王平东、任凌云、贾继荣、刘坚、胡斌、吴时敏、李光磊、孙婷琳、陈尚兵、杨琳琳。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

——2010年首次发布为 GB/T 24893—2010;

——本次为第一次修订。

动植物油脂 多环芳烃的测定

1 范围

本文件描述了采用高效液相色谱法测定动植物油脂中 15 种多环芳烃的方法,界定了多环芳烃的定义,给出了测定方法的原理、试剂、仪器设备、一般动植物油脂的前处理方法、椰子油和含短链脂肪酸植物油的前处理方法、测定步骤、结果表示和精密度。

本文件适用于一般动植物油脂以及椰子油和含短链脂肪酸的植物油中多环芳烃的测定。

本文件不适用于萘、蒾和芴等挥发性较强的组分定量分析。

本文件不适用于由于存在基质干扰的棕榈油和橄榄果渣油中多环芳烃的测定。

注:附录 A 中的结果表明该测定方法不适用于橄榄果渣油。

本文件不适用于奶和奶制品(或来自奶和奶制品的脂肪)中多环芳烃的测定。

荧蒽和苯并[*g,h,i*]芘的定量检测限为 0.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$,茚并[1,2,3-*c,d*]芘的定量检测限为 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。其余多环芳烃的定量检测限均为 0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 15687 动植物油脂 试样的制备(GB/T 15687—2008,ISO 661:2003,IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

多环芳烃 polycyclic aromatic hydrocarbon; PAH

包含两个或两个以上稠合芳香烃环的化合物,按本文件规定条件测定其含量。

示例:

轻多环芳烃包括:萘(CAS 号:91-20-3),蒾(CAS 号:83-32-9),蒾烯(CAS 号:208-96-8),芴(CAS 号:86-73-7),蒽(CAS 号:120-12-7),菲(CAS 号:85-01-8),荧蒽(CAS 号:206-44-0),蒎(CAS 号:218-01-9),苯并[*a*]蒽(CAS 号:56-55-3),芘(CAS 号:129-00-0)。

重多环芳烃包括:苯并[*a*]芘(CAS 号:50-32-8),苯并[*b*]荧蒽(CAS 号:205-99-2),苯并[*k*]荧蒽(CAS 号:207-08-9),苯并[*g,h,i*]芘(CAS 号:191-24-2),二苯并[*a,h*]蒽(CAS 号:53-70-3),茚并[1,2,3-*c,d*]芘(CAS 号:193-39-5)。

注 1:含量以毫克每千克(mg/kg)计。

注 2:通常多环芳烃分为含 2 个~4 个芳香环的轻多环芳烃和 5 个及以上芳香环的重多环芳烃。

4 原理

试样中的多环芳烃用乙腈-丙酮混合液萃取,然后依次用 C_{18} 反相萃取柱和佛罗里硅土键合固定相柱净化,通过高效液相色谱(HPLC)分离,测量在不同激发波长和发射波长处的荧光强度,测定各种多

环芳烃的含量。

5 试剂和材料

警告:应注意危险品操作规则,操作时应遵循技术上、组织上和个人的安全措施。

除非另有说明,仅使用分析纯试剂。

所用溶剂在使用前应检查其质量:将溶剂蒸发浓缩约 1 000 倍(由 300 mL 至 300 μ L)后,用 HPLC 分析,色谱图的多环芳烃保留时间处不应出现色谱峰。

5.1 甲醇:色谱纯。

5.2 正己烷:色谱纯。

5.3 乙腈:色谱纯。

5.4 丙酮:色谱纯。

5.5 二氯甲烷:色谱纯。

5.6 甲苯:色谱纯。

5.7 水:色谱纯。

5.8 四氢呋喃:色谱纯。

5.9 混合溶剂 1:乙腈-丙酮混合液,6+4。

每个样品的用量:一般方法为 41 mL,测定椰子油的特定方法为 36 mL。

5.10 混合溶剂 2:乙腈-丙酮混合液,8+2。

每个样品的用量:测定椰子油的特定方法为 2 $\times$ 11 mL。

5.11 混合溶剂 3:正己烷-二氯甲烷混合液,3+1。

每个样品的用量:一般方法为 7 mL,测定椰子油的特定方法为 2 $\times$ 7 mL。

5.12 四氢呋喃-甲醇混合液:5+5。

5.13 16 种多环芳烃标准甲苯溶液:100 μ g/mL,萘、蒽、菲、苊、菲、蒽、荧蒽、芘、苯并[a]蒽、蒽、苯并[b]荧蒽、苯并[k]荧蒽、苯并[a]芘、二苯并[a,h]蒽、苯并[g,h,i]芘、茚并[1,2,3-c,d]芘。

注 1:在 -20 $^{\circ}$ C 下保存。

使用前,将多环芳烃标准甲苯溶液取出并平衡温度至室温,平衡时间至少 0.5 h 以上。

注 2:蒽没有荧光性,因此不能用这些方法测定。

5.14 标准储备溶液:200 ng/mL(200 μ g/L)。

用 250 μ L 微量注射器(6.11)吸取 100 μ L 标准甲苯溶液(5.13),注入 50 mL 容量瓶(6.20)中,用乙腈(5.3)稀释至刻度。

5.15 标准工作溶液:50 ng/mL(50 μ g/L)。

用 250 μ L 微量注射器(6.11)吸取 250 μ L 标准储备溶液(5.14),注入 750 μ L 四氢呋喃-甲醇混合液(5.12)或 750 μ L 乙腈(5.3)中。

5.16 C_{18} 键合固相萃取柱:固定相 2 g,体积 12 mL。

5.17 弗罗里硅土键合固相萃取柱:固定相 500 mg,体积 3 mL。

5.18 氮气:压力调节至 34.5 kPa(5 psi,约 1.5 L/min)。

6 仪器设备

实验室常规仪器,以及下列特殊的仪器。

因塑料制品可能含有多环芳烃,一般应使用玻璃容器,可使用一次性的玻璃管。

6.1 离心机:转速不小于 4 000 r/min,能放置 100 mL 和 10 mL 的离心管。

6.2 带二元梯度洗脱的高效液相色谱(HPLC)系统:

- 配有 1 L 的溶剂储液器,流动相在线过滤器;
- 泵;
- 自动进样器;
- 柱温可调节至 25 ℃;
- 对各种激发/发射波长可全过程扫描的荧光检测器;
- 计算机辅助数据采集和处理系统。

6.3 C₁₈反相键合固相色谱柱:长 250 mm,内径 4.6 mm,粒径 5 μm,适用于多环芳烃的分析。

6.4 涡旋混合器。

6.5 氮吹仪:10 mL 管(可选),或水浴(6.6)。

参考操作条件:

- 水浴温度:35 ℃;
- 氮气压力:34.5 kPa。

6.6 水浴:控温 35 ℃。

6.7 天平:感量 0.1 mg。

6.8 离心管:容量 100 mL(每个样品 1 支)。

6.9 锥形离心管:容量 15 mL(每个样品 3 支),具聚四氟乙烯 PTFE 隔膜垫的螺旋封帽(每个样品 1 只)。

6.10 量筒。

6.11 微量注射器:250 μL。

6.12 移液器:1 000 μL。

6.13 分度吸量管:5 mL。

6.14 注射器:5 mL,配有与固相萃取(SPE)柱匹配的封帽。

6.15 自动进样器用瓶。

6.16 微量瓶:250 μL。

6.17 超声波水浴:水温不高于 40 ℃。

6.18 巴斯德吸管(巴氏吸管):顶端加脱脂棉。

6.19 固定架:由支架座和夹子构成,以固定固相萃取柱;或者配置一个自动的固相萃取工作站。

注:根据使用的固相萃取样品处理站的具体情况,萃取方法可能需要调整(如时间、压力和体积)。

6.20 容量瓶:50 mL。

7 扦样

实验室收到的样品应具有代表性,且在运输和储藏过程中未受到损坏或变质。

本文件不规定扦样方法,扦样方法见 GB/T 5524。

8 试样制备

按 GB/T 15687 执行。取样前,液体试样应放置于室温下,并经磁力搅拌器混匀。

固体试样宜全部熔化或将部分核心样品熔化并均质。

9 油脂中多环芳烃(PAH)的测定步骤——一般前处理方法

9.1 一般要求

由于油脂含有短链和长链脂肪酸,当环境温度高于 20 ℃时,短链脂肪酸的溶解度会增加。为获得可重复的结果,实验室的环境温度应不大于 20 ℃,这也是萃取椰子油(或含短链脂肪酸的植物油)中多环芳烃的一个重要条件。

测定前,应用正己烷(5.2)将所有容器冲洗 3 次。

为计算萃取的回收率(9.3),每个样品系列都应进行空白试验(9.2),标准溶液和样品的萃取条件应完全一致。回收率应在 70%~110%之间。平均回收率见附录 B 的表 B.1。

定量分析时,两份试样应分别进行萃取和测定,以两份试样测定结果的平均值作为最后结果。

整个分析不可能在一天完成。宜根据分离步骤流程图(见图 B.1)完成提取净化过程,按 HPLC 进样次序(见表 B.2)进行样品分析。样品萃取液应在不大于-18 ℃的冷冻条件下储存过夜。

9.2 空白试验

为了确证溶剂和固相萃取柱不存在污染,应先用空白样品(溶剂混合液,不加油样)对固相萃取柱进行净化测试(按照 9.5、9.6 和第 11 章进行)。得到的色谱图上应没有影响待测物的色谱峰。如果色谱图上含有干扰物,应确定干扰物的来源并加以消除。由于每次空白测定值通常不一致,所以不能用来校正样品值。

9.3 回收率的测定(无基体)

固相萃取柱的萃取效率用标准溶液的测试来验证。用 250 μL 微量注射器(6.11)吸取 250 μL 标准工作溶液(5.15),注入 1 750 μL 混合溶剂 1(5.9)中,转移至 C₁₈ 固相萃取柱后按照 9.5、9.6 和第 11 章进行试验。

警告:用氮气流(见 9.5.6)除去溶剂时,不应吹干,瓶内应保留约 50 μL 溶液,以免挥发性的多环芳烃损失。

9.4 萃取(液-液萃取)

9.4.1 分离操作流程见图 B.1。

9.4.2 称取试样约 2.5 g(精确至 1 mg)于 100 mL 离心管(6.8)中,加入 10 mL 混合溶剂 1(5.9)。

9.4.3 用涡旋混合器(半速)振荡离心管 30 s 后,将离心管放入超声波水浴(6.17)中超声 5 min。

9.4.4 将离心管放入离心机(6.1),在 4 000 r/min 转速下离心 5 min。

9.4.5 用巴斯德吸管(6.18)小心移取离心管内上层溶液,并转移至已称量的锥形离心管(6.9)中。

9.4.6 在 35 ℃水浴(6.6)或氮吹仪上(6.5)通氮气流(5.18)蒸发锥形离心管中的溶剂 30 min~40 min。

9.4.7 用 10 mL 混合溶剂 1(5.9)按 9.4.3~9.4.5 重复提取 2 次,萃取液放入同一锥形离心管中。在 35 ℃水浴(6.6)或氮吹仪(6.5)上用氮气流(5.18)浓缩萃取液。

萃取物宜约 200 mg~800 mg。如萃取物质量大于 800 mg,一般前处理方法(第 9 章)是不适用的,宜采用适用椰子油的前处理方法(第 10 章)。

9.5 C₁₈ 键合固相萃取柱净化(固-液萃取)

9.5.1 固相萃取柱活化:将固相萃取柱(5.16)放在固定架(6.19)上。先用甲醇(5.1)润洗 2 次,每次 12 mL,再用乙腈(5.3)润洗 2 次,每次 12 mL。溶剂在大气压下自然流出。

9.5.2 将另一已称量的锥形离心管(6.9)放在固相萃取柱(5.16)下面。

9.5.3 用移液器(6.12)或分度吸量管(6.13)吸取 2 mL 混合溶剂 1(5.9)加入装有萃取物的锥形离心管(9.4.6)中。将锥形离心管置于涡旋混合器(6.4)上振荡 15 s,然后离心 30 s。用巴斯德吸管(6.18)将上层溶液转至固相萃取柱(5.16)中。重复上述操作 2 次。合并收集从柱中洗脱出的溶剂和淋洗溶剂。

9.5.4 将 5 mL 混合溶剂 1(5.9)从固相萃取柱的顶端倒入,洗脱液在大气压下自然流出。

9.5.5 用注射器(6.14)将空气压入固相萃取柱,以洗脱剩余的溶剂和任何可能滞留在固定相中的多环芳烃。

9.5.6 在 35 ℃ 水浴(6.6)或氮吹仪(6.5)上用氮气流除去溶剂。萃取物宜不超过 50 mg。

9.5.7 用移液器(6.12)吸取 1 mL 正己烷(5.2),稀释残留物。必要时,密封锥形离心管,储存于-18 ℃ 下备用。

9.6 弗罗里硅土键合固相萃取柱净化(固-液萃取)

9.6.1 萃取液(9.5.7)使用前应在室温下放置平衡 0.5 h 以上。

9.6.2 固相萃取柱活化:将固相萃取柱(5.17)放在固定架(6.19)上。先用二氯甲烷(5.5)润洗 5 次,每次 3 mL;再用正己烷(5.2)润洗 4 次,每次 3 mL。

9.6.3 将另一已称量的锥形离心管(6.9)放在固相萃取柱(5.17)下面。

9.6.4 用移液器(6.12)或分度吸量管(6.13)吸取 1 mL 混合溶剂 3(5.11)加入装有萃取液的锥形离心管(9.6.1)中。将锥形管置于涡旋混合器(6.4)上振荡 15 s。用巴斯德吸管(6.18)将溶液转移至固相萃取柱(5.17)中。再用混合溶剂 3(5.11)冲洗锥形离心管 2 次,每次 2 mL,将洗涤液同样转移至固相萃取柱上。合并收集从柱中洗脱出的溶剂和淋洗溶剂。

为防止交叉污染,要注意避免分度吸量管和锥形离心管接触。

9.6.5 用 4 mL 混合溶剂 3(5.11)淋洗固相萃取柱。用注射器(6.14)将空气压入固相萃取柱内,以洗脱滞留溶剂。

9.6.6 在 35 ℃ 水浴(6.6)或氮吹仪(6.5)上,用氮气流(5.18)浓缩溶液至约 1 mL(需 10 min~15 min)。加入约 0.5 mL 甲苯(5.6)(保持液),继续蒸发至约 50 μ L。溶剂不宜完全除去。

9.6.7 通过称量锥形管中萃取物的质量和甲苯的密度计算加入溶剂[四氢呋喃-甲醇混合液(5.12)或乙腈(5.3)]的体积,加入计算量(V_{add})的溶剂使总体积为 250 μ L。

加入溶剂的体积(V_{add})按公式(1)计算:

$$V_{\text{add}} = 250 - \frac{m}{d} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_{add} ——加入的溶剂[四氢呋喃-甲醇混合液(5.12)或乙腈(5.3)]体积,单位为微升(μ L);

m ——萃取物的质量,单位为毫克(mg);

d ——甲苯的密度(0.866 9 kg/mL)。

9.6.8 将样品转移至微量瓶(6.16)中,微量瓶置于 HPLC 自动进样器用瓶(6.15)内。

10 油脂中多环芳烃的测定步骤——适用于椰子油的前处理方法

10.1 第一次萃取(液-液萃取)

10.1.1 分离操作流程见图 B.2。

10.1.2 称取约 2 g 样品(精确至 1 mg)于 100 mL 离心管(6.8)中,加入 10 mL 混合溶剂 1(5.9)。

10.1.3 离心管于涡旋混合器(半速)中振荡 30 s 后再将其放入超声波水浴(6.17)中保持 5 min。

10.1.4 再将离心管放入离心机(6.1),在 4 000 r/min 转速下离心 5 min。

10.1.5 用巴斯德吸管(6.18)小心移取上层溶液,并转移至锥形离心管(6.9)中。

10.1.6 在 35 ℃水浴(6.6)或氮吹仪(6.5)上通氮气流(5.18)蒸发锥形管中的溶剂 30 min~40 min。

10.1.7 再用 10 mL 混合溶剂 1(5.9)重复萃取两次,萃取液于同一锥形管中。在 35 ℃水浴(6.6)或氮吹仪(6.5)上用氮气流浓缩萃取液。

10.2 第二次萃取(液-液萃取)

10.2.1 用移液器(6.12)或分度吸量管(6.13)吸取 2 mL 混合溶剂 1(5.9)加入装有萃取物的锥形离心管(10.1.7)中。将锥形离心管置于涡旋混合器(6.4)上振荡 15 s,离心 30 s。将萃取液均分成两等份,分别放入两个已称量的锥形离心管(6.9)中。

为防止交叉污染,小心操作避免使分度吸量管和锥形离心管接触。

10.2.2 按照 10.2.1 重复萃取两次,萃取液同样均分成两等份,分别放入上述锥形离心管(10.2.1)中。

10.2.3 在 35 ℃水浴(6.6)或氮吹仪(6.5)上,用氮气流(5.18)浓缩两份萃取液。每份浓缩液中萃取物约为 250 mg。

10.3 C₁₈键合固相萃取柱净化(固-液萃取)

10.3.1 固相萃取柱活化:将两根固相萃取柱(5.16)放在固定架(6.19)上。先用甲醇(5.1)润洗 2 次,每次 12 mL,再用乙腈(5.3)润洗 2 次,每次 12 mL。溶剂在大气压下流出。

10.3.2 将一个已称量的锥形离心管(6.9)放在固相萃取柱(5.16)下面。

10.3.3 用移液器(6.12)或刻度吸量管(6.13)吸取 2 mL 混合溶剂 2(5.10)加入装有萃取物的锥形离心管(10.2.3)中。将锥形离心管置于涡旋混合器(6.4)上振荡 15 s。用巴斯德吸管(6.18)将每个管中的萃取液全部转入对应的固相萃取柱(5.16)中。用混合溶剂 2(5.10)冲洗锥形离心管 2 次,每次 2 mL,将洗涤液转移至相应的固相萃取柱上。合并收集从柱中洗脱出的溶剂和淋洗溶剂。

10.3.4 用 5 mL 混合溶剂 2(5.10)淋洗固相萃取柱(不应将空气压入固相萃取柱内)。

10.3.5 在 35 ℃水浴(6.6)或氮吹仪(6.5)上用氮气流(5.18)除去溶剂。萃取物为 50 mg~100 mg。

10.3.6 用移液器(6.12)吸取 1 mL 正己烷(5.2),稀释残留物。必要时,密封锥形离心管,储存于-18 ℃下待第二天使用。

10.4 弗罗里硅土键合固相萃取柱净化(固-液萃取)

10.4.1 萃取液(10.3.6)使用前宜在室温下放置平衡 0.5 h 以上。

10.4.2 固相萃取柱活化:将固相萃取柱(5.17)放在架子(6.19)上。先用二氯甲烷(5.5)润洗 5 次,每次 3 mL,再用正己烷(5.2)润洗 4 次,每次 3 mL。

10.4.3 将已称量的锥形离心管(6.9)放在固相萃取柱(5.17)下面。

10.4.4 用移液器(6.12)或分度吸量管(6.13)吸取 1 mL 混合溶剂 3(5.11)加入装有萃取液的锥形离心管中。将锥形离心管置于涡旋混合器(6.4)上振荡 15 s,然后用巴斯德移液管(6.18)将溶液转移至固相萃取柱(5.17)中。用混合溶剂 3(5.11)冲洗锥形离心管 2 次,每次 2 mL,将洗涤液转移至固相萃取柱上。合并收集从柱中洗脱出的溶剂和淋洗溶剂。

10.4.5 用 4 mL 混合溶剂 3(5.11)淋洗固相萃取柱(不应将空气压入固相萃取柱内)。

10.4.6 在 35 ℃水浴(6.6)或氮吹仪(6.5)上,用氮气流(5.18)浓缩溶液至约 1 mL(需 10 min~15 min)。合并两次萃取液于同一锥形离心管中(将一个锥形管中的萃取液转移至另一个锥形管中)。用正己烷(5.2)润洗空的锥形离心管 3 次,每次 1 mL。用移液器(6.12)加入约 0.5 mL 甲苯(5.6)(保持

液),继续蒸发至约 50 μL。溶剂不宜完全除去。

10.4.7 通过称量锥形离心管中萃取物的质量和甲苯的密度计算加入溶剂[四氢呋喃-甲醇混合液(5.12)或乙腈(5.3)]的体积,加入计算量(V_{add})的溶剂使总体积为 200 μL。

加入溶剂的体积(V_{add})按公式(2)计算:

$$V_{\text{add}} = 200 - \frac{m}{d} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_{add} ——加入的溶剂[四氢呋喃-甲醇混合液(5.12)或乙腈(5.3)]体积,单位为微升(μL);

m ——萃取物的质量,单位为毫克(mg);

d ——甲苯的密度(0.866 9 kg/mL)。

10.4.8 将萃取物转移至微量瓶(6.16)中,微量瓶置于 HPLC 自动进样器用瓶(6.15)内。

11 高效液相色谱分析(HPLC)

11.1 操作条件

流动相:混合溶剂 A:乙腈,混合溶剂 B:乙腈-水(5+5)。

流速:1.2 mL/min。

进样量:20 μL。

柱温:25 ℃。

表 1 列出了溶剂洗脱程序。梯度洗脱程序的条件宜根据选用的色谱柱而调整。

表 1 反相 C₁₈ 柱的梯度洗脱程序

时间/min	混合溶剂 A/%	混合溶剂 B/%
0	0	100
5	0	100
27	60	40
36	100	0
41	100	0
43	0	100
45	0	100

11.2 检测参数

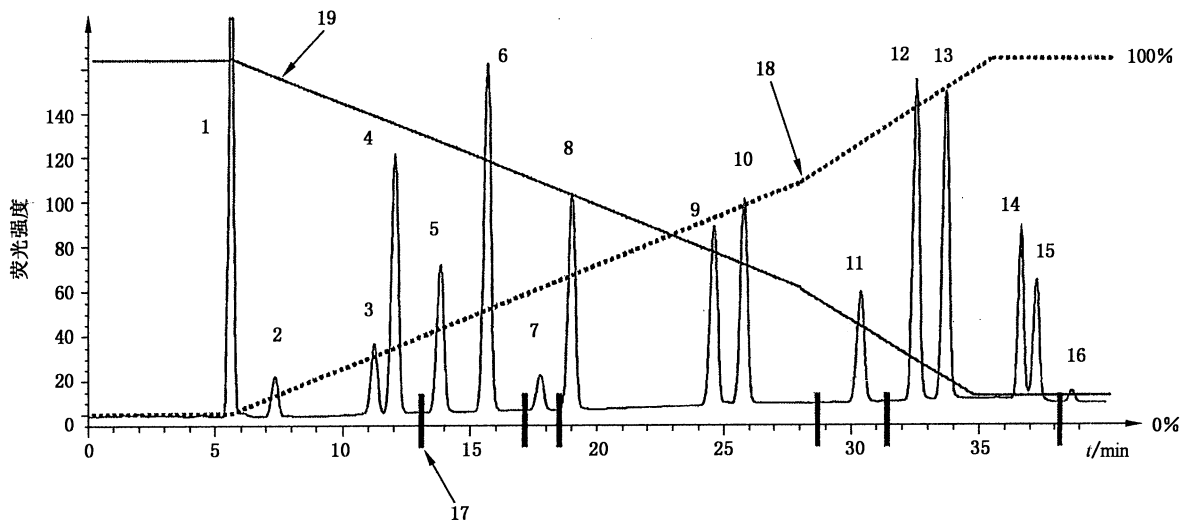
激发和发射波长可能因不同仪器而有微小变化。为了测定最大激发和发射波长,应使用 16 种多环芳烃的标准工作溶液(5.15)进行测定,以获得每个化合物的谱图。操作如下:首先,在 300 nm~550 nm 间任意激发波长处扫描发射能量,确定最大发射波长(见表 2)。然后,在 200 nm~350 nm 间扫描激发能量,并结合先前测定的发射波长结果,确定最大激发波长。

对 7 组保留时间相近的化合物(见表 2)中的每一组,选择一套尽可能接近每个化合物最大波长的激发/发射波长。作为参照,表 2 列出了通过 HP1100 荧光计测量而选定的一些波长。

表 2 测试方案

组	组分	时间/min	激发波长/nm	发射波长/nm
1	萘	0	270	340
	芴			
	苊			
2	菲	12.6	248	375
	蒽			
3	荧蒽	16.4	280	462
4	苊	18.05	270	385
	苯并[a]蒽蒾			
5	苯并[b]荧蒽	28.0	256	446
6	苯并[k]荧蒽	31.1	292	410
	苯并[a]苊			
	二苯并[a,h]荧蒽			
	苯并[g,h,i]花			
7	茚并[1,2,3-c,d]苊	38.0	274	507

在上述条件下,得到 16 种多环芳烃的标准溶液的色谱图,如图 1 所示。



标引序号说明:

- 1——甲苯;

2——萘;

3——芴;

4——苊;

5——菲;

6——蒽;

7——荧蒽;
- 8 ——苊;

9 ——苯并[a]蒽;

10——蒾;

11——苯并[b]荧蒽;

12——苯并[k]荧蒽;

13——苯并[a]苊;

14——二苯并[a,h]荧蒽;
- 15——苯并[g,h,i]花;

16——茚并[1,2,3-c,d]苊;

17——波长的改变;

18——混合溶剂 A(乙腈);

19——混合溶剂 B(乙腈+水:5+5)。

图 1 标准工作溶液(5.15)的色谱图

11.3 试样和标准品的分析

试样和标准品应至少进样两次。同一试样两次进样峰面积的相对标准偏差不宜超过 5%。如果标准偏差超过 5%，宜将 HPLC 的条件优化后，再次对试样和标准品进样。进样次序如下：

- a) 标准溶液；
- b) 标准溶液的萃取液；
- c) 试样。

作为参照，表 B.2 给出了详细的进样次序。

试样中多环芳烃的存在，是通过比较样品色谱图的保留时间和最相近参考样品色谱图的保留时间来确定的。图 B.3 是一个初榨橄榄油样品的色谱图。

11.4 检验是否存在多环芳烃的实验

每个试样进样两次，一次记录每个化合物的发射光谱，另一次记录激发光谱。通过与参考谱图的比来确认目标化合物的存在。

12 结果表示

计算前应先确认下列几项：

- 空白样品质量；
- 同一个试样两次进样的相对标准偏差(不超过 5%)；
- 每个多环芳烃的回收率(见 9.3 和表 B.1)。

采用外标法计算。样品中单个多环芳烃含量(c_i)以微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$)表示，按公式(3)计算：

$$c_i = \frac{A_i \times c_{ir} \times V}{A_{ir} \times m} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- A_i ——同一试样溶液中每个多环芳烃的峰面积(两次进样的平均值)；
- c_{ir} ——标准工作溶液中每个多环芳烃的质量浓度，单位为微克每升($\mu\text{g}/\text{L}$)；
- V ——最终得到的萃取液的体积，单位为毫升(mL)；
- A_{ir} ——标准工作溶液中每个多环芳烃的峰面积(两次进样的平均值)；
- m ——试样质量，单位为克(g)。

对于定量分析，每个试样应萃取两次。每个多环芳烃的含量都是两次测定结果的平均值，精确至 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

13 精密度

13.1 实验室间试验

附录 A 详述了本文件精密度的实验室间比对测试结果。重复性限和再现性限的值用 95% 的置信区间表达。超出给定的检测浓度范围和多环芳烃种类，这些值可能不适用。

13.2 重复性

在同一实验室，由同一操作人员使用相同设备，按相同的测试方法，在短时间内对相同的试验样品

做两份独立试验,获得的两次独立测定结果的绝对差值超过表 3 中给出的重复性限(r)的情况不超过 5%。

表 3 重复性限

单位为微克每千克

单个多环芳烃的浓度(c)	0~10	10~100
重复性限(r)	$0.37 \times c$	$0.12 \times c + 3.7$

其中, c 是两次测试结果的平均值,以微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$)表示。

13.3 再现性

在不同实验室,由不同的操作人员使用不同设备,按相同的测试方法,对相同的试验样品做两份独立试验,获得的两次独立测定结果的绝对差值超过表 4 中给出的再现性限(R)的情况不超过 5%。

表 4 再现性限

单位为微克每千克

单个多环芳烃的浓度(c)	0~10	10~40	40~100
再现性限(R)	$1.1 \times c$	$0.86 \times c + 1.5$	40

其中, c 是两次测试结果的平均值,以微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$)表示。

14 测试报告

- 测试报告应详细说明：
- 标识样品的全部信息；
 - 本文件所涉及的测试方法；
 - 本文件没有具体说明的或者被认为是可选性的,以及所有可能影响结果的操作细节；
 - 测定结果及表示单位；
 - 每个多环芳烃的回收率。

附录 A

(资料性)

联合实验室测试结果

2002 年—2003 年法国油脂协会(ITERG)组织 19 个实验室进行了联合实验室研究,每个实验室对每个样品测试 2 次,参考 ISO 5725-2 对数据进行统计分析,结果见表 A.1。

表 A.1 实验室间比对结果

代码	多环芳烃	实验室数	平均	S_r	$RSD(r)$	r	S_R	$RSD(R)$	R
A	菲	15	39.95	4.96	12.4%	13.89	13.27	33.2%	37.15
A	蒽	15	31.60	3.47	11.0%	9.71	10.56	33.4%	29.55
A	荧蒽	13	49.70	3.57	7.2%	9.99	13.68	27.5%	38.31
A	芘	13	70.36	4.67	6.6%	13.07	23.47	33.4%	65.71
A	苯并[a]蒽	15	30.64	2.21	7.2%	6.20	9.56	31.2%	26.78
A	蒾	15	34.34	2.39	6.9%	6.68	10.23	29.8%	28.63
A	苯并[b]荧蒽	15	26.00	2.25	8.7%	6.30	8.61	33.1%	24.11
A	苯并[k]荧蒽	14	20.23	1.23	6.1%	3.44	6.76	33.4%	18.94
A	苯并[a]芘	12	18.19	1.23	6.8%	3.44	4.44	24.4%	12.42
A	二苯并[a,h]蒽	15	18.78	2.46	13.1%	6.88	7.24	38.5%	20.27
A	苯并[g,h,i]芘	13	11.63	1.56	13.5%	4.38	4.11	35.3%	11.51
A	茚并[1,2,3-c,d]芘	14	12.91	2.88	22.3%	8.06	5.93	45.9%	16.61
B	菲	17	82.57	4.08	4.9%	11.42	13.94	16.9%	39.02
B	蒽	17	74.72	3.93	5.3%	10.99	14.30	19.1%	40.05
B	荧蒽	17	83.18	3.43	4.1%	9.60	14.23	17.1%	39.83
B	芘	17	112.81	8.25	7.3%	23.09	18.82	16.7%	52.69
B	苯并[a]蒽	17	70.47	3.75	5.3%	10.51	11.62	16.5%	32.54
B	蒾	16	80.96	4.77	5.9%	13.35	13.97	17.3%	39.11
B	苯并[b]荧蒽	17	68.95	4.04	5.9%	11.30	13.32	19.3%	37.30
B	苯并[k]荧蒽	17	55.95	2.72	4.9%	7.62	9.80	17.5%	27.45
B	苯并[a]芘	17	57.78	3.95	6.8%	11.07	12.61	21.8%	35.30
B	二苯并[a,h]蒽	17	48.92	3.46	7.1%	9.69	14.43	29.5%	40.40
B	苯并[g,h,i]芘	17	41.99	3.05	7.3%	8.53	16.01	38.1%	44.82
B	茚并[1,2,3-c,d]芘	15	45.11	5.77	12.8%	16.15	18.00	39.9%	50.39
C	菲	17	7.67	0.72	9.4%	2.01	5.35	69.8%	14.98
C	蒽	15	3.59	0.58	16.1%	1.62	0.86	23.9%	2.40

表 A.1 实验室间比对结果 (续)

代码	多环芳烃	实验室数	平均	S_r	RSD(r)	r	S_R	RSD(R)	R
C	荧蒹	15	4.52	0.85	18.9%	2.39	0.98	21.6%	2.73
C	芘	15	6.12	0.80	13.0%	2.23	1.19	19.4%	3.33
C	苯并[a]蒹	16	3.79	0.53	13.9%	1.47	0.77	20.4%	2.16
C	蒾	15	4.28	0.64	15.0%	1.80	0.97	22.6%	2.71
C	苯并[b]荧蒹	16	3.58	0.54	15.2%	1.52	1.00	27.8%	2.79
C	苯并[k]荧蒹	14	2.55	0.41	16.2%	1.16	0.46	18.1%	1.29
C	苯并[a]芘	17	3.21	0.40	12.3%	1.11	1.35	42.1%	3.78
C	二苯并[a,h]蒹	16	2.25	0.36	16.0%	1.01	1.08	48.1%	3.03
C	苯并[g,h,i]芘	16	1.86	0.32	17.1%	0.89	0.86	46.3%	2.41
C	茚并[1,2,3-c,d]芘	15	1.98	0.34	17.3%	0.96	1.01	51.2%	2.84
D	菲	18	5.48	1.77	32.3%	4.96	5.07	92.5%	14.20
D	蒹	—	—	—	—	—	—	—	—
D	荧蒹	15	0.61	0.18	29.3%	0.50	0.40	65.6%	1.12
D	芘	16	0.88	0.25	28.8%	0.71	0.61	69.0%	1.70
D	苯并[a]蒹	—	—	—	—	—	—	—	—
D	蒾	13	0.22	0.04	17.9%	0.11	0.18	81.2%	0.50
D	苯并[b]荧蒹	—	—	—	—	—	—	—	—
D	苯并[k]荧蒹	—	—	—	—	—	—	—	—
D	苯并[a]芘	—	—	—	—	—	—	—	—
D	二苯并[a,h]蒹	13	0.30	0.03	10.7%	0.09	0.37	123.8%	1.04
D	苯并[g,h,i]芘	12	0.27	0.10	35.7%	0.27	0.59	216.9%	1.64
D	茚并[1,2,3-c,d]芘	—	—	—	—	—	—	—	—
E	菲	16	14.55	1.60	11.0%	4.48	6.09	41.8%	17.04
E	蒹	15	1.08	0.24	22.2%	0.67	0.43	39.7%	1.20
E	荧蒹	15	4.10	0.48	11.6%	1.33	1.19	28.9%	3.32
E	芘	15	3.69	0.51	13.9%	1.44	1.00	27.1%	2.80
E	苯并[a]蒹	15	0.41	0.13	30.5%	0.35	0.40	97.6%	1.12
E	蒾	15	1.17	0.13	11.0%	0.36	0.43	36.6%	1.20
E	苯并[b]荧蒹	16	0.40	0.06	16.1%	0.18	0.31	77.7%	0.87
E	苯并[k]荧蒹	—	—	—	—	—	—	—	—
E	苯并[a]芘	17	0.32	0.04	11.2%	0.10	0.30	94.9%	0.85
E	二苯并[a,h]蒹	—	—	—	—	—	—	—	—

表 A.1 实验室间比对结果 (续)

代码	多环芳烃	实验室数	平均	S_r	RSD(r)	r	S_R	RSD(R)	R
E	苯并[g,h,i]花	—	—	—	—	—	—	—	—
E	茚并[1,2,3- c,d]花	—	—	—	—	—	—	—	—
F	菲	16	5.03	0.76	15.2%	2.14	5.42	107.7%	15.17
F	蒽	13	0.27	0.06	21.2%	0.16	0.31	116.4%	0.88
F	荧蒽	13	1.63	0.36	22.1%	1.01	0.93	57.0%	2.60
F	花	17	4.52	0.87	19.2%	2.43	4.32	95.6%	12.10
F	苯并[a]蒽	15	2.50	0.32	12.9%	0.90	2.79	111.6%	7.81
F	蒎	14	5.36	0.42	7.9%	1.18	4.86	90.7%	13.61
F	苯并[b]荧蒽	11	0.64	0.13	20.1%	0.36	0.95	149.0%	2.67
F	苯并[k]荧蒽	15	1.07	0.20	19.0%	0.57	1.15	107.8%	3.23
F	苯并[a]花	12	0.36	0.08	21.8%	0.22	0.53	145.8%	1.47
F	二苯并[a,h]蒽	16	1.26	0.71	56.7%	2.00	1.62	128.4%	4.53
F	苯并[g,h,i]花	14	0.78	0.18	22.9%	0.50	0.97	124.1%	2.71
F	茚并[1,2,3- c,d]花	—	—	—	—	—	—	—	—
G	菲	14	3192	258	8.1%	721	948	29.7%	2653
G	蒽	14	413	58	14.1%	163	225	54.6%	631
G	荧蒽	13	966	101	10.5%	284	324	33.5%	906
G	花	15	903	86	9.5%	240	284	31.4%	794
G	苯并[a]蒽	14	247	23	9.1%	63	134	54.2%	375
G	蒎	12	441	16	3.7%	46	160	36.3%	448
G	苯并[b]荧蒽	15	136	11	8.1%	31	43	31.3%	119
G	苯并[k]荧蒽	15	42	5	11.9%	14	12	28.1%	33
G	苯并[a]花	15	112	13	11.5%	36	33	29.7%	93
G	二苯并[a,h]蒽	13	15	2	12.8%	5	12	79.9%	33
G	苯并[g,h,i]花	14	68	11	16.3%	31	31	46.2%	88
G	茚并[1,2,3- c,d]花	13	29	6	22.2%	18	31	108.4%	88
H	菲	15	3.54	0.36	10.2%	1.01	2.70	76.2%	7.55
H	蒽	15	0.87	0.15	16.8%	0.41	0.25	29.1%	0.71
H	荧蒽	13	1.10	0.13	12.0%	0.37	0.30	27.6%	0.85
H	花	16	1.69	0.29	16.9%	0.80	0.90	53.3%	2.52
H	苯并[a]蒽	16	0.96	0.11	11.5%	0.31	0.36	37.6%	1.01
H	蒎	13	0.93	0.11	11.5%	0.30	0.23	24.2%	0.63

表 A.1 实验室间比对结果 (续)

代码	多环芳烃	实验室数	平均	S_r	RSD(r)	r	S_R	RSD(R)	R
H	苯并[<i>b</i>]荧蒽	17	0.95	0.13	13.2%	0.35	0.40	42.5%	1.13
H	苯并[<i>k</i>]荧蒽	17	0.76	0.08	10.3%	0.22	0.38	50.3%	1.07
H	苯并[<i>a</i>]芘	15	0.64	0.07	10.6%	0.19	0.16	25.7%	0.46
H	二苯并[<i>a,h</i>]蒽	17	0.50	0.08	15.7%	0.22	0.27	53.6%	0.75
H	苯并[<i>g,h,i</i>]芘	16	0.53	0.11	21.6%	0.32	0.38	70.8%	1.05
H	茚并[1,2,3- <i>c,d</i>]芘	—	—	—	—	—	—	—	—

样品 A:加入中等浓度(约 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$)多环芳烃混合标准品的精炼椰子油。

样品 B:加入高浓度(约 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$)多环芳烃混合标准品的初榨橄榄油。

样品 C:加入低浓度(约 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$)多环芳烃混合标准品的精炼葵花籽油。

样品 D:精炼葡萄籽油,未加标。

样品 E:初榨橄榄油,未加标。

样品 F:精炼橄榄果渣油,未加标。

样品 G:橄榄果渣油粗油,未加标。

样品 H:加入低浓度(约 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$)多环芳烃混合标准品的精炼葵花籽油。

实验室数:筛选后的实验室个数。

平均:平均值($\mu\text{g}/\text{kg}$)。

S_r :重复性标准偏差($\mu\text{g}/\text{kg}$)。

S_R :重现性标准偏差($\mu\text{g}/\text{kg}$)。

RSD(r):重复性相对标准偏差(%)。

RSD(R):再现性相对标准偏差(%)。

r :重复性限($2.8\times s_r$)。

R :再现性限($2.8\times s_R$)。

—:超过 50%的原始数据低于定量限,因此结果不计入

附 录 B
(资料性)

回收率、流程图、色谱图和进样次序

回收率见表 B.1。

表 B.1 油中多环芳烃的平均回收率

化合物	一般方法	适用于椰子油的方法
菲	>70%	>70%
蒽	>70%	>70%
荧蒽	>70%	>70%
芘	>70%	>70%
苯并[a]蒽	>70%	>70%
蒎	>70%	>70%
苯并[b]荧蒽	>70%	>70%
苯并[k]荧蒽	>70%	>70%
苯并[a]芘	>70%	>60%
二苯并[a,h]荧蒽	>70%	>60%
苯并[g,h,i]芘	>60%	>50%
茚并[1,2,3-c,d]芘	>70%	>50%

分离步骤流程图见图 B.1、图 B.2，色谱图见图 B.3。

第1步

多环芳烃的预浓缩

2.5 g油

萃取3次：每次用10 mL乙腈-丙酮（6+4）
涡旋振荡30 s，超声波水浴5 min，
4 000 r/min转速下离心5 min
→合并3次萃取液的上层溶液

35 ℃下氮气流蒸发浓缩
→油脂残留物（200 mg~800 mg）

第2步

油脂残留物中多环芳烃的萃取

萃取3次：每次用2 mL乙腈-丙酮（6+4）
涡旋振荡15 s，离心30 s
→合并3次萃取液的上层溶液

第3步

多环芳烃的净化：两次固相萃取
第一次净化：C₁₈固相萃取柱（2 g）

柱活化：24 mL甲醇+24 mL乙腈

合并3次提取液并加入C₁₈固相萃取柱中
淋洗液：5 mL乙腈-丙酮（6+4）

洗脱

35 ℃下氮气流蒸发浓缩
→油脂残留物（约50 mg）

用1 mL正己烷稀释

第二次净化：弗罗里硅土键合固相萃取柱（500 mg）

柱活化：15 mL二氯甲烷+12 mL正己烷

加入萃取液（1 mL正己烷）
润洗样品管3次，每次用1 mL正己烷-二氯甲烷（3+1）
淋洗液：4 mL正己烷-二氯甲烷（3+1）

洗脱

35 ℃下氮气流蒸发浓缩至1 mL
加入0.5 mL甲苯（保持液）
→35 ℃下氮气流蒸发浓缩至50 μL

用四氢呋喃-甲醇混合液（5+5）或乙腈稀释
（最后体积为250 μL）

HPLC分离测得荧光强度

图 B.1 分离步骤流程图：一般方法

第1步

多环芳烃的预浓缩

2 g油

第一次萃取：重复3次，每次用10 mL乙腈-丙酮（6+4）
涡旋振荡30 s，超声水浴5 min，
4 000 r/min转速下离心5 min

35 ℃下氮气流蒸发浓缩
→油脂残留物（约1.5 g）

第2步

油脂残留物中多环芳烃的提取

第二次萃取：重复3次，每次用2 mL乙腈-丙酮（6+4）
涡旋振荡15 s，离心30 s
→合并3次萃取液的上层溶液并分成2等份

35 ℃下氮气流蒸发浓缩
2份萃取液：PAHs+油脂残留物（约2×250 mg）

用2 mL乙腈-丙酮（8+2）稀释

第3步

多环芳烃的净化：2次固相萃取
第一次净化：2个C₁₈固相萃取柱（2 g）

柱活化：24 mL甲醇+24 mL乙腈

将2份提取液加入两个固相小柱中
润洗锥形管2次，每次用2 mL乙腈-丙酮（8+2）
淋洗液：5 mL乙腈-丙酮（8+2）

洗脱

35 ℃下氮气流蒸发浓缩
→油脂残留物（每份25 mg~50 mg）

用1 mL正己烷稀释

第二次净化：2个弗罗里硅土键合固相萃取柱（500 mg）

柱活化：15 mL二氯甲烷+12 mL正己烷

将2份萃取液（1 mL正己烷）加入2个固相柱中
润洗锥形管3次，每次用1 mL正己烷-二氯甲烷（3+1）
淋洗液：4 mL正己烷-二氯甲烷（3+1）

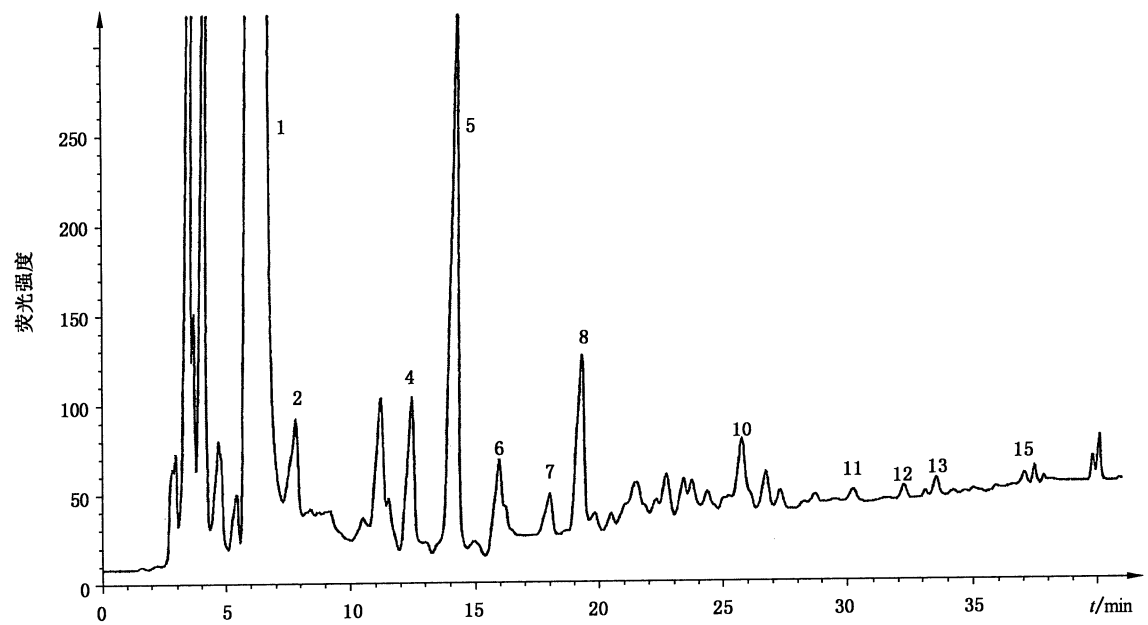
洗脱

35 ℃下氮气流蒸发浓缩至1 mL
加入0.5 mL 甲苯（保持液）
→35 ℃下氮气流蒸发浓缩至50 μL

用四氢呋喃-甲醇混合液（5+5）或乙腈稀释
（最后体积为250 μL）

HPLC分离测得荧光强度

图 B.2 分离步骤流程图：适用于椰子油的特定方法



标引序号说明:

- | | |
|--------------------------------------|--|
| 1——甲苯(溶剂); | 9 —— 苯并[<i>a</i>]蒽,ND; |
| 2——萘(10.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$); | 10——蒽(1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$); |
| 3——芘, ND; | 11——苯并[<i>b</i>]荧蒽(0.4 $\mu\text{g}/\text{kg}$); |
| 4——芴(2.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$); | 12——苯并[<i>k</i>]荧蒽(0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$); |
| 5——菲(15.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$); | 13——苯并[<i>a</i>]芘(0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$); |
| 6——蒽(1.4 $\mu\text{g}/\text{kg}$); | 14——二苯并[<i>a,h</i>]蒽, ND; |
| 7——荧蒽(4.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$); | 15——苯并[<i>g,h,i</i>]芘(0.4 $\mu\text{g}/\text{kg}$); |
| 8——芘(4.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$); | 16——茚并[1,2,3- <i>c,d</i>]芘,ND。 |
- ND表示未检出。

图 B.3 初榨橄榄油样品的色谱图

进样次序见表 B.2。

表 B.2 HPLC 进样次序

列		瓶	进样次数	采集方法
多环芳烃含量的测定 总分析时间:23 h	1	四氢呋喃-甲醇混合液(5+5)	1	特定波长
	2	空白(9.2)	1	特定波长
	3	标准溶液,50 ng/mL(5.15)	2	特定波长
	4	标准溶液的萃取液(9.3)	2	特定波长
	5	样品 1	2	特定波长
	6	标准溶液,50 ng/mL(5.15)	2	特定波长
	7	样品 2	2	特定波长
	8	样品 3	2	特定波长
	9	标准溶液,50 ng/mL(5.15)	2	特定波长
	10	样品 4	2	特定波长
	11	样品 5	2	特定波长
	12	标准溶液,50 ng/mL(5.15)	2	特定波长
	13	样品 6	2	特定波长
	14	样品 7	2	特定波长
	15	标准溶液,50 ng/mL(5.15)	2	特定波长
验证是否存在多环芳烃	1	样品 1	1	发射
	2	样品 2	1	发射
	3	样品 3	1	发射
	4	样品 4	1	发射
	5	样品 5	1	发射
	6	样品 6	1	发射
	7	样品 7	1	发射
	8	样品 1	1	激发
	9	样品 2	1	激发
	10	样品 3	1	激发
	11	样品 4	1	激发
	12	样品 5	1	激发
	13	样品 6	1	激发
	14	样品 7	1	激发

参 考 文 献

- [1] GB/T 5524 动植物油脂 扦样
 - [2] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 1: General principles and definitions
 - [3] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
-