

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0127—2011

代替 SN 0127—1992、SN 0128—1992、SN 0129—1992、SN 0130—1992

进出口动物源性食品中六六六、 滴滴涕和六氯苯残留量的检测方法 气相色谱-质谱法

Determination of BHCs, DDTs and HCB residues in foods of animal origin for
import and export—GC-MS method

2011-02-25 发布

2011-07-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 SN 0127—1992《出口乳及乳制品中六六六、滴滴涕残留量检验方法》、SN 0128—1992《出口蛋及蛋制品中六六六、滴滴涕的残留量检验方法》、SN 0129—1992《出口水产品中六六六、滴滴涕残留量的检验方法》、SN 0130—1992《出口蜂产品中六六六、滴滴涕残留量检验方法》。

本标准整合 SN/T 0127、SN/T 0128、SN/T 0129 和 SN/T 0130 等行业标准。

本标准与 SN 0127—1992、SN 0128—1992、SN 0129—1992 和 SN 0130—1992 相比，主要技术变化如下：

- 扩大标准检测的适用基质范围；
- 改进了样品前处理技术；
- 用气相色谱-质谱法替代气相色谱法，并改用负化学电离(GC-MS/NCI)技术确证。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：沈崇钰、沈伟健、赵增运、柳茵、吴斌、余可垚、桂茜雯、龚玉霞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN 0127—1992；
- SN 0128—1992；
- SN 0129—1992；
- SN 0130—1992。

进出口动物源性食品中六六六、滴滴涕和六氯苯残留量的检测方法

气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了鸡蛋、牛奶、芝士粉、鸡肝、鸡腿肉、牛肉、鲑鱼、河虾、蜂王浆和蜂蜜等动物源性食品中六六六、滴滴涕和六氯苯残留量的气相色谱-质谱检测方法。

本标准适用于鸡蛋、牛奶、芝士粉、鸡肝、鸡腿肉、牛肉、鲑鱼、河虾、蜂王浆和蜂蜜等食品中六六六、滴滴涕和六氯苯残留量的测定和确证。

2 方法提要

试样经正己烷或丙酮溶剂提取，磺化法净化，气相色谱-负化学离子源质谱法进行测定与确证，外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水。

3.1 正己烷：色谱纯。

3.2 丙酮：色谱纯。

3.3 浓硫酸。

3.4 无水硫酸钠：经 650 °C 灼烧 4 h，置于密闭容器中备用。

3.5 氯化钠。

3.6 硫酸钠水溶液(20 g/L)：将 20 g 无水硫酸钠溶于 1 000 mL 蒸馏水中。

3.7 农药标准品：六六六(α -BHC, CAS 编号：319-84-6; β -BHC, CAS 编号：319-85-7; γ -BHC, CAS 编号：58-89-9; δ -BHC, CAS 编号：319-86-8)、滴滴涕(p, p' -滴滴涕, p, p' -DDD, CAS 编号：1022-22-6; p, p' -滴滴伊, p, p' -DDE, CAS 编号：72-55-9; o, p' -滴滴涕, o, p' -DDT, CAS 编号：789-02-6 和 p, p' -滴滴涕, p, p' -DDT, CAS 编号：50-29-3)和六氯苯(hexachlorobenzene, CAS 编号：118-74-1)标准物质：纯度大于等于 98.0%。

3.8 各农药标准储备溶液：分别准确称取适量的农药标准品，用丙酮稀释配制成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液，4 °C 下保存(有效期为 6 个月)。

3.9 农药混合标准工作液：根据需要，分别量取上述各标准储备液于同一容量瓶中，用正己烷稀释到刻度，配制成适当浓度的标准工作溶液，4 °C 下保存(有效期为 3 周)。

3.10 微孔滤膜：0.45 μm ，有机相。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱-质谱仪，配置负化学离子源(NCI)。