

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2320—2009

进出口食品中百菌清、苯氟磺胺、甲抑菌
灵、克菌丹、灭菌丹、敌菌丹和四溴菊
酯残留量检测方法
气相色谱-质谱法

Determination of chlorthalonil, dichlofluanid, tolylfluanid,
captan, folpet, captafol and deltamethrin residues in
food for import and export—GC/MS method

2009-07-07 发布

2010-01-16 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

本标准的附录 A 为资料性附录。

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：中华人民共和国上海出入境检验检疫局、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：杨惠琴、郭德华、王传现、李波、朱坚、沈崇钰、盛永刚、陈惠兰、邓晓军、王敏。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口食品中百菌清、苯氟磺胺、甲抑菌 灵、克菌丹、灭菌丹、敌菌丹和四溴菊 酯残留量检测方法 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了食品中百菌清、苯氟磺胺、甲抑菌灵、克菌丹、灭菌丹、敌菌丹和四溴菊酯残留量的检测方法(GC/MS)。

本标准适用于大米、糙米、大麦、小麦、玉米及大白菜中百菌清、苯氟磺胺、甲抑菌灵、克菌丹、灭菌丹、敌菌丹和四溴菊酯残留量的检测和确证。

2 方法提要

样品用乙腈提取,提取液经盐析萃取、活性炭小柱串联氨基小柱固相萃取净化后,再用 GPC 进行净化,GC/MS 进行检测,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,水为二次超纯水。

- 3.1 乙腈:色谱纯。
- 3.2 甲苯:色谱纯。
- 3.3 丙酮:色谱纯。
- 3.4 环己烷:色谱纯。
- 3.5 盐酸。
- 3.6 氯化钠。
- 3.7 磷酸氢二钾。
- 3.8 磷酸二氢钾。
- 3.9 氢氧化钠。
- 3.10 无水硫酸钠:经 650 °C 灼烧 4 h,置于干燥器内备用。
- 3.11 1.0 mol/L 氢氧化钠:称取 40 g 氢氧化钠溶于适量水,并用水稀释至 1 000 mL。
- 3.12 1.0 mol/L 盐酸溶液:量取 90 mL 盐酸,加适量水并稀释至 1 000 mL。
- 3.13 0.5 mol/L 磷酸缓冲溶液:称取 52.70 g 磷酸氢二钾和 30.20 g 磷酸二氢钾,加入 500 mL 蒸馏水,混匀使得固体充分溶解,用 1.0 mol/L 氢氧化钠溶液或者 1.0 mol/L 盐酸溶液调至 pH7.0,加水至 1 000 mL。
- 3.14 乙腈-甲苯(3+1,体积比)溶液:量取 600 mL 乙腈和 200 mL 甲苯至 1 000 mL 试剂瓶中。
- 3.15 流动相,丙酮-环己烷(3+7,体积比)溶液:量取 300 mL 丙酮和 700 mL 环己烷至 1 000 mL 试剂瓶中。
- 3.16 标准物质:克菌丹(Captan, CAS 号:133-06-2,分子式: $C_9H_8Cl_3NO_2S$) $\geq 99\%$ 。敌菌丹(Captafol, CAS 号:2425-06-1,分子式: $C_{10}H_9Cl_{14}NO_2S$) $\geq 96\%$ 。灭菌丹(Folpet, CAS 号:133-07-3,分子式: $C_9H_4Cl_3NO_2S$) $\geq 99\%$ 。百菌清(Chlorothalonil, CAS 号:1897-45-6,分子式: $C_8Cl_4N_2$) $\geq 99\%$ 。苯氟磺胺(Dichlofluanid, CAS 号:1085-98-9,分子式: $C_9H_{11}Cl_2FN_2O_2S_2$) $\geq 98\%$ 。甲抑菌灵(Tolyfluanid, CAS 号:731-27-1,分子式: $C_{10}H_{13}Cl_2FN_2O_2S_2$) $\geq 98\%$ 。四溴菊酯(Tralomethrin, CAS 号:66841-25-6,分子