

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2147—2008

进出口食品中硫线磷残留量的检测方法

Determination of cadusafos residues in food for import and export

2008-09-04 发布

2009-03-16 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

本标准附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

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：中华人民共和国山西出入境检验检疫局、中华人民共和国吉林出入境检验检疫局、中华人民共和国湖南出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：薛平、连庚寅、王明泰、杜利君、张莹、康杰、苑利。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口食品中硫线磷残留量的检测方法

1 范围

本标准规定了进出口食品中硫线磷残留量的气相色谱测定和气相色谱-质谱确证方法。

本标准适用于芦笋、土豆、大葱、苹果、桃、玉米、荞麦、茶叶、食醋、蜂蜜、核桃仁、兔肉、鸡肝和虾仁中硫线磷残留量的测定和确证。

2 方法提要

植物源性样品用乙酸乙酯-环己烷混合溶剂提取；动物源性样品和含油量高的植物源性样品用乙腈提取，提取液用凝胶色谱仪(GPC)或 C_{18} 固相萃取柱净化，供带有氮磷检测器的气相色谱仪测定，外标法定量，阳性样品用气相色谱-质谱法确证。

3 试剂和材料

除非另有规定，所用试剂均为分析纯，水为二次蒸馏水。

- 3.1 乙酸乙酯：农残级。
- 3.2 环己烷：农残级。
- 3.3 乙腈：色谱纯。
- 3.4 正己烷。
- 3.5 三氯甲烷。
- 3.6 无水硫酸钠：650℃灼烧4h，贮于密封容器中备用。
- 3.7 乙酸乙酯-环己烷(1+1,体积比)：500mL乙酸乙酯中加入500mL环己烷，混匀。
- 3.8 乙酸乙酯-环己烷(1+2,体积比)：500mL乙酸乙酯中加入500mL环己烷，混匀。
- 3.9 硫线磷标准物质(Cadusafos, $C_{10}H_{23}O_2PS_2$; CAS: 95465-99-9, 分子量: 270.4)：纯度大于等于99%。
- 3.10 硫线磷标准储备液(100mg/L)：准确称取适量硫线磷标准物质，用乙酸乙酯溶解，配制成浓度为100mg/L的标准储备液，该溶液在0℃~4℃保存。
- 3.11 硫线磷标准工作液：根据需要再用乙酸乙酯稀释成适当浓度的标准工作溶液。标准工作液应现用现配。
- 3.12 C_{18} 固相萃取柱：60mg, 3mL, 或相当者。
- 3.13 微孔滤膜：0.45μm。

4 仪器和设备

- 4.1 气相色谱仪：配有氮磷检测器。
- 4.2 气相色谱-质谱仪：配有电子轰击源(EI)。
- 4.3 分析天平：感量为0.0001g。
- 4.4 凝胶色谱仪，配有单元泵，馏分收集器。
- 4.5 固相萃取装置。
- 4.6 离心机：4000r/min。
- 4.7 无水硫酸钠柱：7.5cm×1.5cm(内径)玻璃柱，内装5cm高无水硫酸钠。
- 4.8 旋转蒸发器。