

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0706—2013
代替 SN 0706—1997

出口动物源性食品中二溴磷残留量的测定

Determination of naled residue in foodstuffs of animal origin for export

2013-08-30 发布

2014-03-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局

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 0706—1997《出口肉及肉制品中二溴磷残留量检验方法》。

本标准与 SN 0706—1997 相比,主要技术变化如下:

- 标准名称改为《出口动物源性食品中二溴磷残留量的测定》;
- 检测范围的适用基质扩大到猪肉、猪肝、鸡肉、牛肉、鱼肉、猪肉罐头和鸡蛋;
- 删除了抽样部分内容;
- 修改了样品前处理方法;
- 气相色谱-质谱法更改为液相色谱-质谱/质谱法;
- 给出了不同方法的定量限和回收率。

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这些专利的责任。

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:中华人民共和国厦门出入境检验检疫局检验检疫技术中心。

本标准主要起草人:严丽娟、吴敏、徐敦明、林立毅、陈鹭平、庄丽丽、周爽、曾三妹、周昱。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN 0706—1997。

出口动物源性食品中二溴磷残留量的测定

1 范围

本标准规定了出口动物源性食品中二溴磷残留量的气相色谱测定方法和液相色谱-质谱/质谱确证方法。

本标准适用于猪肉、猪肝、鸡肉、牛肉、鱼肉、猪肉罐头和鸡蛋中二溴磷残留量的检测和确证。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样中残留的二溴磷采用乙酸乙酯提取,冷冻除脂,用气相色谱法(GC-ECD)测定,外标法定量,液相色谱-质谱/质谱法(LC-MS/MS)进行确证。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为液相色谱纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇。

4.2 乙腈。

4.3 乙酸乙酯。

4.4 甲酸。

4.5 无水硫酸钠:分析纯。

4.6 0.1%(体积分数)甲酸溶液:量取 1.0 mL 甲酸用水定容至 1 000 mL。

4.7 0.1%甲酸-乙腈(1:1,体积比):取相同体积的 0.1%甲酸与乙腈互溶。

4.8 标准物质:二溴磷(naled,CAS号:300-76-5),分子式: $C_4H_7Br_2Cl_2O_4P$,纯度 $\geq 96.6\%$ 。

4.9 标准储备溶液:准确称取适量二溴磷标准物质,用甲醇将其配制成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准储备液 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存,有效期 1 个月。

4.10 标准工作溶液:根据需要,用甲醇配制不同浓度的标准工作溶液,现用现配。

4.11 基质匹配标准工作溶液:根据需要,用空白样品按照样品处理步骤得到的提取液,配制不同浓度的基质标准溶液,现用现配。

4.12 0.22 μm 滤膜:水相有机相。

5 仪器与设备

5.1 气相色谱仪:配电子捕获检测器(ECD)。