

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0604—2014
代替 SN 0604—1996

出口蔬菜中杜烯残留量的检测 气相色谱-质谱法

Determination of duren residue in vegetable for export—
GC-MS method

2014-04-09 发布

2014-11-01 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 0604—1996《出口蔬菜中杜烯残留量检验方法》。

本标准与 SN 0604—1996 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了标准的名称;
- 将检测范围的适用基质扩大到大白菜、西红柿、青豆、西兰花;
- 修改了样品的前处理方法,前处理方法改为均质提取-固相萃取柱净化;
- 修改了样品的检测方法,检测方法改为气相色谱-质谱法;
- 增加了杜烯的确证。

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:中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:宋伟华、胡贝贞、商学彬、董文洪、邵铁峰、杨宝根。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN 0604—1996。

出口蔬菜中杜烯残留量的检测

气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了出口蔬菜中杜烯残留量的气相色谱-质谱检测方法。

本标准适用于大白菜、西红柿、青豆、西兰花中杜烯残留量的测定和确证。

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,是最新版本(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

试样中残留的杜烯经正己烷提取,固相萃取法(SPE)净化,气相色谱-质谱仪测定和确证,外标法或内标法定量。

4 试剂和材料

除特殊注明外,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 正己烷:色谱纯。

4.2 氯化钠。

4.3 标准品:杜烯(durene),CAS号 95-93-2,纯度 $\geq 98.0\%$ 。

4.4 内标:均四甲苯同位素内标(1,2,4,5-tetramethylbenzene-3,6-d₂, CAS号 1859-01-4)。

4.5 标准储备溶液:准确称取适量的杜烯标准物质,用正己烷将其配制成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准储备液,避光于 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 保存。

4.6 均四甲苯同位素内标储备溶液:准确称取适量的均四甲苯同位素内标标准物质,用正己烷将其配制成 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准储备液,避光于 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 保存。

4.7 标准工作溶液:根据检测要求临用前用正己烷将标准储备液稀释成相应浓度的标准工作溶液,需要时加入一定浓度的内标溶液(4.6)。现用现配。

4.8 Florisil 固相萃取柱(6 mL,500 mg):使用前先用 5 mL 正己烷活化。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪。

5.2 多功能组织捣碎机。

5.3 旋转蒸发器。

5.4 高速均质器:不低于 10 000 r/min。