

# SN

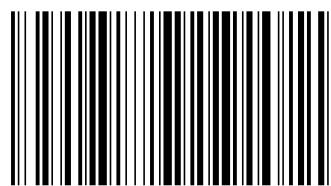
## 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0605—1996

SN 0605—1996

### 出口粮谷中双苯唑菌醇残留量 检 验 方 法

Method for the determination of bitertanol residues  
in cereals for export



SN 0605-1996

中国标准出版社出版 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

1997年6月第一版 1997年6月第一次印刷 书号:155066·2-11507 定价13.00元

1996-11-15 发布

1997-05-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

**Annex A**  
(informative)  
**Chromatogram of the standard**

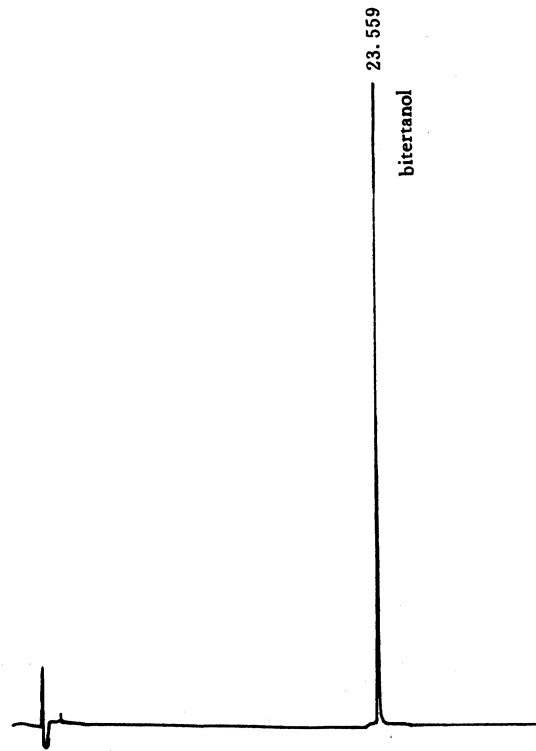


Fig. A1 Chromatogram of the bitertanol standard

## 前 言

本标准是根据 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定》及 SN/T 0001—1995《出口商品中农药、兽药残留量及生物毒素检验方法标准编写的基本规定》的要求而进行编写的。其中测定方法采用了《日本食品中农药残留量限量及检验方法》(续一)中所载的双苯唑菌醇残留量分析方法。技术内容与原方法相同,经验证后,按规定格式要求作了编辑性修改。在标准中同时制定了抽样和制样方法。

测定低限是根据国际上对粮谷中双苯唑菌醇残留量的最高限量和测定方法的灵敏度而制定的。

本标准的附录 A 为提示的附录。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国上海进出口商品检验局。

本标准主要起草人:朱坚。

本标准系首次发布的行业标准。

tal detection. The standard working solution should be randomly injected in-between the injections of the sample solution of equal volume. Under the above operating condition, the retention time of bitertanol is about 23 min. For chromatogram of the standard, see fig. A1 in annex A.

#### 3.4.4 GC-MS confirmation

##### 3.4.4.1 GC-MS operating condition

- a) GC column: SE-54, 30 m×0.32 mm(i. d) film thickness 0.25 μm or equivalent;
- b) Carrier gas: Helium, purity ≥99.99%, 1.2 mL/min;
- c) Column temperature:  
Temperature programmed: Keep at 60°C for 1 min, then raise (10°C/min) to 290°C, keep at 290°C for 5 min;
- d) Injection port temperature: 250°C;
- e) GC-MS interface temperature: 280°C;
- f) Injection volume: 2 μL;
- g) Injection mode: Splitless, purge on after 1 min;
- h) Ionization energy: 70 eV;
- i) Electron ionization: EI;
- j) Multiplier voltage (EMV): The value of autotune add 200 V;
- k) Determination mode: SIM mode;
- l) Monitor (m/z): 170, 168, 141;
- m) Solvent delay: 15 min.

##### 3.4.4.2 GC-MS confirmatory test

According to the operating condition assigned in 3.4.4.1, analyze the standard solution and sample solution. If there is a peak of sample solution appeared at the retention time same as that of the peak of standard solution. The peak about this must be confirmed by spectra.

#### 3.4.5 Blank test

The operation of the blank test is the same as that described in the method of determination but with the omission of sample addition.

#### 3.5 Calculation and expression of the result

Calculate the content of bitertanol residues in the test sample by GC data processor or according to formula (2):

$$X = \frac{A \cdot c \cdot V}{A_s \cdot m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

where

- $X$ —the residue content of bitertanol in the test sample, mg/kg;  
 $A$ —the peak area of bitertanol in the sample solution, mm<sup>2</sup>;  
 $A_s$ —the peak area of bitertanol in the standard working solution, mm<sup>2</sup>;  
 $c$ —the concentration of bitertanol in the standard working solution, μg/mL;  
 $V$ —the final volume of the sample solution, mL;  
 $m$ —the corresponding mass of the test sample in the final sample solution, g.

Note: The blank value should be subtracted from the above result of calculation.

#### 4 Limit of determination and recovery

##### 4.1 Limit of determination

## 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

### 出口粮谷中双苯唑菌醇残留量 检验方法

SN 0605—1996

Method for the determination of bitertanol  
residues in cereals for export

#### 1 范围

本标准规定了出口粮谷中双苯唑菌醇残留量检验的抽样、制样和气相色谱测定方法。本标准适用于出口玉米、糙米中双苯唑菌醇残留量的检验。

#### 2 抽样和制样

##### 2.1 检验批

以不超过 200 t 为一检验批。200 t 袋装糙米约 4 000 袋,袋装玉米,则约 2 200 袋。同一检验批的商品应具有相同的特征,如包装、标记、产地、规格和等级等。

##### 2.2 抽样数量

###### 2.2.1 袋装货品

按式(1)计算抽样袋数:

$$a = \sqrt{N} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $N$ —全批袋数;

$a$ —抽样袋数。

注:  $a$  值取整数,小数部分向前进位为整数。

###### 2.2.2 散积货品(玉米)

货堆高度不超过 2 m。按货堆面积划区设点,以 50 m<sup>2</sup> 为一个取样区,每区设中心及四角(距边线 1 m 处)5 个点。每增加一个取样区,增设 3 个点。

##### 2.3 抽样工具

2.3.1 金属单管取样器:全长 55 cm(包括手柄),直径 1.5~2.5 cm,沟槽长度应超过袋对角线长度的一半。

2.3.2 金属双套管取样器:全长分 1 m、2 m(均包括手柄)两种。内、外管同部位分段开三个槽口,每个槽口长 15~20 cm,口宽 2.0~2.5 cm。内管的内径为 2.5~3.0 cm;取样器的探头长约 7 cm。

2.3.3 取样铲。

2.3.4 分样板。

2.3.5 盛样器:筒或袋,可密封。

2.3.6 分样布或适用的铺垫物。

##### 2.4 抽样方法

###### 2.4.1 袋装抽样

2.4.1.1 倒包抽样:从堆垛的各部位随机抽取 2.2.1 规定的应抽样件数的 10%(每批一般不少于 3