

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3149—2012

出口食品中三苯锡、苯丁锡残留量检测方法 气相色谱-质谱法

Determination of fentin and fenbutatin oxide residues in food for export—
Gas chromatography-mass spectrometry method

2012-05-07 发布

2012-11-16 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：何佳、高建会、赵孔祥、肖亚兵、林安清、张曼、许泓、吴延晖、张骏。

出口食品中三苯锡、苯丁锡残留量检测方法

气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了出口食品中三苯锡和苯丁锡的气相色谱-质谱检测方法。

本标准适用于出口苹果、白菜、大葱、茶叶、大米、大豆、鱼肉、猪肉、猪肾、牛奶、鸡蛋中三苯锡和苯丁锡残留量的测定和确证。

2 方法提要

试样中残留的三苯锡和苯丁锡在酸性下用丙酮提取,再经正己烷液-液分配,乙基溴化镁试剂衍生化,生成三苯基乙基锡和三(2-甲基-2-苯基丙基)乙基锡,再用 Florisil 固相萃取小柱净化,洗脱液浓缩并定容后,供气相色谱-质谱仪测定和确证,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,水为去离子水。

- 3.1 氢溴酸。
- 3.2 丙酮。
- 3.3 正己烷。
- 3.4 乙酸乙酯:HPLC 级。
- 3.5 环己烷:HPLC 级。
- 3.6 乙酸乙酯-环己烷(1+1,体积比):准确量取 500 mL 乙酸乙酯和 500 mL 环己烷,混合后用于凝胶色谱流动相。
- 3.7 无水硫酸钠:经 650 °C 灼烧 4 h,贮于密封容器中备用。
- 3.8 氯化钠。
- 3.9 3 mol/L 乙基溴化镁乙醚溶液。
- 3.10 1 mol/L 的盐酸溶液:取 20.8 mL 浓盐酸,用水稀释到 250 mL 容量瓶。
- 3.11 丙酮-正己烷(1+2,体积比)溶液。
- 3.12 正己烷-乙醚(99+1,体积比)溶液。
- 3.13 三苯锡标准品(氯化三苯锡,triphenyltin chloride, $C_{18}H_{15}ClSn$,CAS 编号:639-58-7;三苯基醋酸锡 triphenyltin acetate $C_{20}H_{18}O_2Sn$,CAS 编号:900-95-8;氢氧化三苯锡 triphenyltin hydroxide, $C_{18}H_{16}OSn$,CAS 编号:76-87-9):纯度均大于或等于 98%。
- 3.14 苯丁锡标准品(fenbutatin oxide, $C_{30}H_{78}OSn_2$,CAS 编号:13356-08-6):纯度大于或等于 98%。
- 3.15 标准储备溶液:准确称取适量的三苯锡和苯丁锡标准品,分别用丙酮配制成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。标准储备液可在 -18 °C 条件下储存 6 个月。
- 3.16 标准工作溶液:根据检测要求用丙酮稀释成相应的标准工作溶液。标准工作液可在 0 °C ~ 4 °C 条件下储存 3 个月。
- 3.17 Florisil 固相萃取柱:1 g,6 mL 或相当者,柱内填约 1 cm 的无水硫酸钠,预先用 5 mL 正己烷活