



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0131—2010
代替 SN 0131—1992

进出口粮谷中马拉硫磷残留量检测方法

Determination of malathion residues in grain for import and export

2010-11-01 发布

2011-05-01 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。

本标准替代 SN 0131—1992《出口粮谷中马拉硫磷残留量检测方法》。

本标准与 SN 0131—1992 相比,主要技术变化如下:

——修改了标准的样品前处理方法;

——增加了阳性样品的气相色谱质谱确证实验。

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。

本标准由中国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:中华人民共和国安徽出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:朱梦翔、郑屏、胡艳云、盛旋、张萍、韩芳、王月水。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——ZBB 22014--1988、SN 0131—1992。

进出口粮谷中马拉硫磷残留量检测方法

1 范围

本标准规定了进出口粮谷中马拉硫磷残留量的检测方法。

本标准适用于进出口粮谷中大米、小麦、高粱、玉米中马拉硫磷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，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 原理

试样用丙酮提取，经二氯甲烷液-液分配，再经氧化铝固相萃取柱净化。洗脱液浓缩并溶解定容，用气相色谱仪进行测定，气相色谱-质谱确证，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 丙酮：色谱级。
- 4.2 二氯甲烷：色谱级。
- 4.3 正己烷：色谱级。
- 4.4 乙酸乙酯：色谱级。
- 4.5 无水硫酸钠：650℃灼烧4h，冷却后储于密封容器中备用。
- 4.6 中性氧化铝固相萃取柱：ALUMINA-N SPE柱，1g，3mL，或相当者。
- 4.7 硫酸钠溶液(20g/L)：20g无水硫酸钠溶于1000mL水中。
- 4.8 马拉硫磷标准品(Malathion, $C_{10}H_{19}O_6PS_2$, CAS编号：121-75-5)：纯度大于99%。
- 4.9 马拉硫磷标准溶液：准确称取适量的马拉硫磷标准品(精确至0.1mg)，用丙酮配制成为浓度为100mg/L的标准储备溶液。该溶液在0℃~4℃冰箱中保存。
- 4.10 马拉硫磷标准工作液：根据需要吸取适量马拉硫磷标准储备溶液，用丙酮稀释成适用浓度的标准工作液。该溶液在0℃~4℃冰箱中保存。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱仪：配有火焰光度检测器(FPD)。
- 5.2 气相色谱-质谱联用仪：配有电子轰击离子源(EI)。
- 5.3 粉碎机。
- 5.4 分析天平：感量0.01g。