

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0218—2014
代替 SN 0218—1993

出口粮谷中天然除虫菊素残留总量的 检测方法 气相色谱-质谱法

Determination of pyrethrins residues in cereals for export—
GC-MS method

2014-01-13 发布

2014-08-01 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 0218—1993《出口粮谷中天然除虫菊素残留量检验方法》。

本标准与 SN 0218—1993 相比,主要修改如下:

——适用范围由大米扩展到大麦、小麦、玉米、大米、糙米和高粱;

——略去了抽样步骤。

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:中华人民共和国上海出入境检验检疫局、上海市标准化研究院、中华人民共和国佛山出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:杨惠琴、杨瑞钰、陈丹萍、伊雄海、朱坚、郭德华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——SN 0218—1993。

出口粮谷中天然除虫菊素残留总量的 检测方法 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了粮谷中天然除虫菊素残留量的气相色谱-质谱检测方法。

本标准适用于大麦、小麦、玉米、大米、糙米和高粱中天然除虫菊素(除虫菊素 I、除虫菊素 II、瓜叶菊素 I、瓜叶菊素 II、茉莉菊素 I、茉莉菊素 II)残留总量的检测和确证。

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

试样中残留的天然除虫菊素用乙醚提取,提取液经弗罗里硅土小柱净化,用气相色谱-质谱仪测定,外标法定性定量。

4 试剂材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙醚:色谱纯。

4.2 正己烷:色谱纯。

4.3 丙酮:色谱纯。

4.4 无水硫酸钠:于 650 °C 下灼烧 4 h,贮于密闭容器中备用。

4.5 乙醚-丙酮-正己烷(4+4+2,体积比)溶液:量取 400 mL 乙醚、400 mL 丙酮和 200 mL 正己烷至 1 000 mL 试剂瓶中。

4.6 农药混合标准物质:除虫菊素 I (pyrethrin I, CAS:121-21-1)、除虫菊素 II (pyrethrin II, CAS:121-29-9)、瓜叶菊素 I (cinerin I, CAS:25402-06-6)、瓜叶菊素 II (cinerin II, CAS:121-20-0)、茉莉菊素 I (jasmolin I, CAS:4466-14-2)、茉莉菊素 II (jasmolin II, CAS:1172-63-0)。

4.7 混合标准储备液的配制:分别称取约 0.01 g(精确至 0.000 1 g)除虫菊素混合标准品于 10 mL 的容量瓶中,用丙酮配制成约 1 000 µg/mL 的标准储备溶液,低于 5 °C 避光保存。

4.8 混合标准中间溶液的配制(10.0 µg/mL):各移取上述的标准储备液 1.00 mL 至 100 mL 容量瓶中,用丙酮稀释至刻度,低于 5 °C 避光保存。

4.9 弗罗里硅土小柱:6 mL(0.5 g),或相当者。

5 仪器与设备

5.1 气相色谱-质谱联用仪:配有(EI)离子源。