

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0278—2009
代替 SN 0278--1993

进出口食品中甲胺磷残留量 检测方法

Determination of methamidophos residues
in foods for import and export

2009-07-07 发布

2010-01-16 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

本标准代替 SN 0278—1993《出口蔬菜中甲胺磷残留量检测方法》。

本标准与 SN 0278—1993 相比,主要变化如下:

- 扩大了使用范围;
- 增加了液相色谱-质谱/质谱确证方法;
- 取消了 SN 0278—1993 的“2 抽样和制样”,增加了“试样制备与保存”;
- 改进了样品前处理技术路线。

本标准附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

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:中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国湖南出入境检验检疫局、中华人民共和国浙江出入境检验检疫局、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:陈捷、王岚、谢建军、林海丹、吴映旋、张莹、丁慧瑛、沈崇钰。

本标准于 1993 年首次发布,本次为第一次修订。

进出口食品中甲胺磷残留量 检测方法

1 范围

本标准规定了进出口食品中甲胺磷残留量检测的气相色谱测定和液相色谱-质谱/质谱确证方法。

本标准适用于进出口大米、绿豆、菠菜、荷兰豆、柑橘、葡萄、甘蓝、板栗、茶叶、猪肉、鸡肉、猪肝、罗非鱼、蜂蜜中甲胺磷残留量的测定和确证。

2 方法提要

样品经乙腈或乙酸乙酯提取后,通过固相萃取小柱净化,采用气相色谱(火焰光度检测器)测定,外标法定量。液相色谱-质谱/质谱确证。

3 试剂和材料

除另有规定外,试剂均为分析纯,水为去离子水

- 3.1 丙酮。
- 3.2 乙酸乙酯。
- 3.3 正己烷。
- 3.4 乙腈;色谱纯。
- 3.5 甲醇。
- 3.6 无水硫酸钠;650℃灼烧4h,在干燥器内冷却至室温,储于密闭干燥器中备用。
- 3.7 氯化钠。
- 3.8 正己烷-丙酮(2+1,体积比);取正己烷100 mL,加入50 mL丙酮,混匀。
- 3.9 甲胺磷标准物质;纯度大于等于99.0%。
- 3.10 甲胺磷标准储备液;准确称取适量甲胺磷,用乙酸乙酯配制成浓度为1.00 mg/mL的标准储备液。该溶液于-18℃保存。
- 3.11 甲胺磷标准中间溶液;准确吸取适量标准储备液,用乙酸乙酯稀释至浓度为100.0 μg/mL的标准中间溶液。该溶液在-18℃保存。
- 3.12 甲胺磷标准工作液;使用前根据需要将标准中间溶液用乙酸乙酯稀释成适当浓度的标准工作液。
- 3.13 石墨化碳黑固相萃取柱;250 mg,3 mL,或相当者。
- 3.14 佛罗里硅土固相萃取柱;1 000 mg,2 mL,或相当者。
- 3.15 氨基固相萃取柱;200 mg,3 mL,或相当者。
- 3.16 CHROMABOND XTR 固相萃取柱;3 000 mg,15 mL,或相当者。
- 3.17 微孔滤膜;0.45 μm,有机系。

4 仪器和设备

- 4.1 气相色谱仪;配有火焰光度(FPD-P)检测器。
- 4.2 液相色谱-质谱/质谱联用仪;配有电喷雾离子源。
- 4.3 天平;感量为0.1 mg和0.01 g。
- 4.4 食品捣碎机。