

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3768—2014
代替 SN 0133—1992, SN 0136—1992 等

出口粮谷中多种有机磷农药残留量 测定方法 气相色谱-质谱法

Determination of organic phosphorus residues in cereal grains
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 0133—1992《出口粮谷中二嗪磷、倍硫磷、杀螟硫磷、对硫磷、稻丰散、苯硫磷残留量检验方法》、SN 0136—1992《出口粮谷中敌敌畏、二嗪磷、倍硫磷、马拉硫磷残留量检验方法》、SN 0137—1992《出口粮谷中甲基嘧啶磷残留量检验方法》、SN 0144—1992《出口蔬菜及蔬菜制品中敌敌畏、二嗪磷和马拉硫磷残留量的检验方法》、SN/T 0351—2009《进出口食品中丙线磷残留量检测方法》、SN 0495—1995《出口粮谷中乙嘧硫磷残留量检验方法》、SN 0522—1996《出口粮谷中特丁磷残留量检验方法》、SN 0585—1996《出口粮谷及油籽中乙酰甲胺磷残留量检验方法》、SN 0591—1996《出口粮谷及油籽中二噁硫磷残留量检验方法》、SN 0651—1997《出口粮谷中甲基乙拌磷残留量检验方法》和 SN/T 1017.2—2001《出口粮谷中丁胺磷残留量检验方法》11 项标准,与原有的 11 项标准相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 适用范围、检测指标包括原 11 项相关标准的内容;
- 本标准采用气相色谱-质谱法,代替原有的 11 项标准的气相色谱法;
- 本标准的检测底限低于原有的 11 项标准的检测底限。

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:中华人民共和国吉林出入境检验检疫局、中华人民共和国通化出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:李爱军、王明泰、牟峻、卢利军、周晓、史晓丽。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN 0133—1992;
- SN 0136—1992;
- SN 0137—1992;
- SN 0144—1992;
- SN 0351—1995,SN/T 0351—2009;
- SN 0495—1995;
- SN 0522—1996;
- SN 0585—1996;
- SN 0591—1996;
- SN 0651—1997;
- SN/T 1017.2—2001。

出口粮谷中多种有机磷农药残留量 测定方法 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了粮谷中敌敌畏、乙酰甲胺磷、丙线磷、二噁硫磷、特丁磷、甲基乙拌磷、二嗪磷、乙嘧硫磷、甲基嘧啶磷、马拉硫磷、杀螟硫磷、对硫磷、倍硫磷、稻丰散、丁胺磷、苯硫磷等 16 种(见附录 A 中表 A.1)有机磷农药残留量的气相色谱-质谱法检测和确证方法。

本标准适用于玉米、糙米、大米、小麦和荞麦中敌敌畏、乙酰甲胺磷、丙线磷、二噁硫磷、特丁磷、甲基乙拌磷、二嗪磷、乙嘧硫磷、甲基嘧啶磷、马拉硫磷、杀螟硫磷、对硫磷、倍硫磷、稻丰散、丁胺磷、苯硫磷等 16 种有机磷农药残留量的气相色谱-质谱法检测和确证方法。

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

试样中残留的敌敌畏、乙酰甲胺磷、丙线磷、二噁硫磷、特丁磷、甲基乙拌磷、二嗪磷、乙嘧硫磷、甲基嘧啶磷、马拉硫磷、杀螟硫磷、对硫磷、倍硫磷、稻丰散、丁胺磷、苯硫磷等 16 种有机磷农药用水-丙酮均质提取,经二氯甲烷液-液分配,以凝胶色谱柱净化,再经石墨化炭黑和弗罗里硅土固相萃取柱、净化,洗脱液浓缩并溶解定容后,供气相色谱-质谱检测,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 的一级水。

- 4.1 正己烷:残留级。
- 4.2 环己烷:残留级。
- 4.3 丙酮:残留级。
- 4.4 乙酸乙酯:残留级。
- 4.5 二氯甲烷:残留级。
- 4.6 无水硫酸钠:650℃灼烧 4 h,贮于密封容器中备用。
- 4.7 乙酸乙酯-正己烷(1+4,体积比):量取 100 mL 乙酸乙酯和 400 mL 正己烷,混匀。
- 4.8 环己烷-乙酸乙酯:(1+1,体积比):量取 100 mL 环己烷和 100 mL 乙酸乙酯,混匀。
- 4.9 氯化钠溶液:20 g/L。
- 4.10 敌敌畏等 16 种农药标准品:纯度大于或等于 98%。
- 4.11 敌敌畏等 16 种农药标准储备溶液:准确称取适量的标准品,用丙酮配制成浓度为 1 000 μg/mL 的标准储备溶液。该溶液在 0℃~4℃冰箱中保存。