

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3769—2014
代替 SN 0209—1993、SN 0493—1995

出口粮谷中敌百虫、辛硫磷残留量 测定方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of trichlorfon, phoxim residues in cereal grains for
export—LC-MS/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 0209—1993《出口粮谷中辛硫磷残留量检验方法》、SN 0493—1995《出口粮谷中敌百虫残留量检验方法》，与 SN 0209—1993、SN 0493—1995 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 2 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 2 项标准的气相色谱法；
- 本标准的检测底限低于原有的 2 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、史晓丽。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN 0209—1993；
- SN 0493—1995。

出口粮谷中敌百虫、辛硫磷残留量 测定方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了粮谷中敌百虫、辛硫磷(见附录 A 中表 A.1)有机磷农药残留量的液相色谱-质谱/质谱法检测和确证方法。

本标准适用于玉米、糙米、大米、小麦和荞麦中敌百虫、辛硫磷有机磷农药残留量的液相色谱-质谱/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

试样中敌百虫、辛硫磷有机磷农药残留用环己烷-乙酸乙酯(1+1,体积比)提取,经凝胶色谱净化,用甲醇-水(1+1,体积比)定容,供液相色谱-质谱/质谱仪测定,外标法定量;在辛硫磷的测定与确证过程中,应注意避光。

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 环己烷:残留级。

4.2 乙酸乙酯:残留级。

4.3 甲醇:色谱纯。

4.4 无水硫酸钠:650℃灼烧4h,贮于密封容器中备用。

4.5 环己烷-乙酸乙酯:(1+1,体积比):量取100 mL环己烷和100 mL正己烷,混匀。

4.6 敌百虫、辛硫磷农药标准品:纯度大于或等于98%。

4.7 敌百虫、辛硫磷农药标准储备溶液:准确称取适量的标准品,用甲醇配制成浓度为1 000 μg/mL的标准储备溶液。该溶液在0℃~4℃冰箱中保存(辛硫磷农药标准储备溶液应避光保存)。

4.8 敌百虫、辛硫磷农药标准工作溶液:根据需要标准储备溶液用甲醇稀释成适用浓度的标准工作溶液。该溶液在0℃~4℃冰箱中保存(辛硫磷农药标准储备溶液应避光保存)。

4.9 有机微孔滤膜:0.20 μm,0.45 μm。

5 仪器与设备

5.1 液相色谱-质谱/质谱仪:配有电喷雾离子源(ESI)。