



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4558—2016  
代替 SN 0150—1992, SN/T 1990—2007

## 出口食品中三环锡(三唑锡)和 苯丁锡含量的测定

Determination of cyhexatin (azocyclotin) and fenbutatin oxide in  
foods for export

行业标准信息服务平台

2016-08-23 发布

2017-03-01 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 0150—1992 和 SN/T 1990—2007。

本标准与 SN 0150—1992《出口水果中三唑锡残留量检验方法》和 SN/T 1990—2007《进出口食品中三唑锡和三环锡残留量的检测方法 气相色谱-质谱法》的主要技术变化如下：

- 标准名称由《出口水果中三唑锡残留量检验方法》和《进出口食品中三唑锡和三环锡残留量的检测方法 气相色谱-质谱法》统一整合为《出口食品中三环锡(三唑锡)和苯丁锡含量的测定》；
- 检测目标物将三环锡和三唑锡进行了统一,增加了苯丁锡；
- 检测方法分为第一法:气相色谱-质谱法和第二法:气相色谱法；
- 扩大标准检测对象的适用范围:由原来的“柑橘、香蕉、茶叶、苹果…鱼肉、猪肝等”扩大至“苹果、柑橘、萝卜…茶叶和蜂蜜等”；
- 使用“乙基溴化镁”作为化衍生试剂代替原来的“甲基碘化镁”。

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:中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、中华人民共和国陕西出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:崔宗岩、李建华、刘雪杉、何强、葛娜、刘永明、孔祥虹、庞国芳、曹彦忠。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN 0150—1992；
- SN/T 1990—2007。

行业标准信息服务平台

## 出口食品中三环锡(三唑锡)和 苯丁锡含量的测定

### 1 范围

本标准规定了出口食品中三环锡(三唑锡)和苯丁锡含量的气相色谱-质谱法和气相色谱法。

本标准适用于苹果、柑橘、萝卜、板栗、猪肉、猪肝、贝肉、大米、茶叶和蜂蜜等基质中三环锡(三唑锡)和苯丁锡含量的测定。

### 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 方法原理

试样经盐酸-四氢呋喃消解后,其中残留的三环锡和苯丁锡用正己烷进行提取,提取液经浓缩后与乙基溴化镁进行衍生化反应,衍生物经佛罗里硅土固相萃取柱净化,洗脱液浓缩定容后供气相色谱和气相色谱-质谱测定和确证,外标法定量。

### 第一法 气相色谱-质谱法

### 4 试剂和材料

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 盐酸,优级纯。

4.2 四氢呋喃。

4.3 正己烷,色谱纯。

4.4 丙酮,色谱纯。

4.5 浓硫酸,浓度 98%, $\rho$  约为 1.84。

4.6 无水硫酸钠:经 650 °C 灼烧 4 h,冷却后贮存于密封容器中备用。

4.7 乙基溴化镁四氢呋喃溶液(1.0 mol/L)。乙基溴化镁属于格氏试剂,该试剂遇水剧烈反应,严重会发生爆炸或起火,其储存条件应置于干燥器中密闭保存,取用过程中要严格防止其与水接触,并且在通风设备中进行操作。此外,该试剂在空气中容易氧化而使其衍生效率下降,因而要干燥密闭保存。

4.8 盐酸-四氢呋喃(1+20,体积比)溶液:用量筒量取 5.0 mL 盐酸,加入试剂瓶中,然后向其中缓缓加入 100 mL 四氢呋喃溶液,轻轻摇匀备用。

4.9 正己烷-丙酮(99+1,体积比)溶液:试剂瓶中加入 99 mL 正己烷溶液,然后向其中加入 1 mL 丙酮,轻轻摇匀备用。

4.10 0.5 mol/L 硫酸溶液:取 500 mL 去离子水,用量筒取 14.3 mL 浓硫酸,缓慢加入去离子水中,混