

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1873—2007

进出口食品中硫丹残留量的检测方法 气相色谱-质谱法

Determination of endosulfan residues in food for import and export—GC-MS

2007-04-06 发布

2007-10-16 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

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中华人民共和国天津出入境检验检疫局、中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：葛宝坤、王云凤、常春艳、陈捷、陈其勇、刘培、郭德华、焦红、韩丽。

本标准系首次发布的检验检疫行业标准。

进出口食品中硫丹残留量的检测方法

气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了食品中 α -硫丹、 β -硫丹、硫丹硫酸盐残留量的气相色谱-质谱检测方法。

本标准适用于鳗鱼、泥鳅、鲶鱼、黄鳝、牛肉、大豆、蘑菇、毛豆、菠菜、蒜薹、西红柿、甘蓝、苹果、柑橘、茶叶中硫丹残留量的测定。

2 测定方法

2.1 方法提要

样品经溶剂提取、凝胶层析柱或硅镁吸附剂净化,采用气相色谱-质谱测定,外标法定量。

2.2 试剂和材料

除另有规定外,所有的有机试剂为色谱纯,水为二次蒸馏水。

2.2.1 丙酮。

2.2.2 乙酸乙酯。

2.2.3 环己烷。

2.2.4 石油醚:沸程 30℃~60℃。

2.2.5 无水硫酸钠:分析纯,650℃灼烧 4 h,在干燥器内冷却至室温,贮于密封瓶中备用。

2.2.6 氯化钠:分析纯。

2.2.7 洗脱液:乙酸乙酯-环己烷(1:1,体积比)混合溶液。

2.2.8 凝胶及溶胀:Bio-Beads® S-X3 200目~400目或相当者,凝胶的溶胀按每克凝胶加 4.6 mL 乙酸乙酯-环己烷(1:1,体积比)的混合溶液浸泡,溶胀 6 h 以上备用。

2.2.9 凝胶层析柱:柱长 20 cm,内径 2.0 cm 具活塞玻璃层析柱,柱底垫少许玻璃棉。用洗脱剂乙酸乙酯-环己烷(1:1,体积比)溶胀的凝胶以湿法转入装柱,柱床高约 20 cm,胶床始终保持在洗脱剂中;洗脱流速约 1 mL/min,上样前用洗脱液以两分之一的洗脱流速淋洗一个柱体积。

2.2.10 固相萃取柱:硅镁吸附剂,1 g,或相当者。用前分别用 5 mL 丙酮-正己烷(1:9,体积比)、5 mL 正己烷淋洗活化小柱。

2.2.11 α -硫丹:CAS 编码 959-98-8,纯度大于 99.5%。

2.2.12 β -硫丹:CAS 编码 33213-65-9,纯度大于 99.5%。

2.2.13 α -硫丹+ β -硫丹混合物:CAS 编码 115-29-7,纯度(66.1%+33.4%)。

2.2.14 硫丹硫酸盐:CAS 编码 1031-07-8,纯度大于 99.5%。

2.2.15 硫丹标准储备液:准确称取适量的硫丹标准品,用少量甲苯溶解后,以正己烷稀释成一定浓度的储备液,4℃冰箱保存。

2.2.16 硫丹标准工作液:取一定量的标准储备液,用正己烷稀释成适当浓度的标准工作液。

2.3 仪器和设备

2.3.1 气相色谱-质谱仪,配备负化学源(NCI)。

2.3.2 旋转蒸发装置。

2.3.3 氮吹仪。

2.3.4 组织匀浆机。

2.3.5 植物粉碎机。

2.3.6 振荡器。