



医药学院 610 2 12027744


应对日本肯定列表制度

检验检疫行业 标准方法汇编

(上)

国家质量监督检验检疫总局食品安全局
国家认证认可监督管理委员会科技标准部 编
中国检验检疫科学研究院



 中国质检出版社
中国标准出版社



医药学院 610 2 12027744

应对日本肯定列表制度 检验检疫行业标准方法汇编

(上)

国家质量监督检验检疫总局食品安全局
国家认证认可监督管理委员会科技标准部 编
中国检验检疫科学研究院



中国质检出版社
中国标准出版社

北京

图书在版编目(CIP)数据

应对日本肯定列表制度检验检疫行业标准方法汇编.
上/国家质量监督检验检疫总局食品安全局,国家认证认可
监督管理委员会科技标准部,中国检验检疫科学研究院编.—北京:中国标准出版社,2012

ISBN 978-7-5066-6608-4

I. ①应… II. ①国…②国…③中… III. ①国境检
疫:卫生检疫-行业标准-汇编-中国 IV. ①R185.3-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 256671 号

中国质检出版社 出版发行
中国标准出版社

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址:www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230, 1/16 印张 50.25 字数 1 418 千字
2012 年 1 月第一版 2012 年 1 月第一次印刷

*

定价 240.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

《应对日本肯定列表制度 检验检疫行业标准方法汇编》

编辑委员会

荣誉主任：葛志荣 李元平 王大宁 李怀林
主任：唐英章
副主任：田 壮 许增德 李春风 林 伟 张 立
 唐光江 赵增连 刘仲书 白德美 魏丽萍
主 编：唐英章
副主编：彭 涛 李晓娟 陈冬东 代汉慧 刘晓颖 徐宝梁
编 者(按姓氏笔画排序)：

丁 涛	于文军	卫 锋	马育松	马晓刚
孔祥虹	方 智	王 东	王 鹏	王凤池
王甲正	王国民	王建华	王明泰	王金花
邓晓军	代汉慧	占春瑞	卢声宇	刘 永
朱 坚	汤志旭	汤德良	牟 峻	吴 斌
宋 欢	张 莹	张鸿伟	张朝晖	李 刚
李应国	李建华	李拥军	李贤良	李晓娟
杨 方	杨长志	杨冀州	沈崇钰	肖亚兵
陈 捷	陈冬东	陈笑梅	卓海华	岳振峰
林 峰	林安清	林维宣	林黎明	郑自强
段文仲	胡小钟	胡江涛	荣 会	赵怡芳
唐丹舟	唐英章	徐丽艳	郭 平	郭俊峰
康庆贺	梁 均	黄志强	彭 涛	彭云霞
温志海	董振霖	谢 文	蓝 芳	鲍晓霞
熊先军	薛 平	戴 华		

前 言

2006年5月29日,日本开始实施食品中农业化学品残留限量标准——“肯定列表制度”(Positive List System),其设定了5万多个具体限量标准,涉及800余种农药、兽药和饲料添加剂,对食品、农产品中所有农业化学品残留物都作了明确规定。“肯定列表制度”大幅提高了日本食品、农产品的准入门槛,给我国的食品分析检测技术带来严峻考验。

为了积极主动应对日本“肯定列表制度”,减少其对我国食品、农产品出口带来的影响,国家质量监督检验检疫总局对此高度重视,前副局长葛志荣同志亲嘱中国检验检疫科学研究院迅速开展应对肯定列表制度的系列研究工作。中国检验检疫科学研究院配合国家质检总局食品安全局和国家认证认可监督管理委员会科技标准部,紧急组织开展了检测技术研发和检验检疫行业标准的制修订工作,有效应对日本“肯定列表制度”。为此,我们于2006年7月组织相关专家成立了“应对日本‘肯定列表制度’检验检疫行业标准制修订工作组”,并确定了分3年完成的3期检验检疫行业标准制修订计划。

本书收录了截至2011年10月底发布的出入境检验检疫行业标准125项。本书分为上册和下册,上册是农药残留检测方法,收入72项检验检疫行业标准;下册是兽药残留检测方法,收入53项检验检疫行业标准。

本书可为出口日本的企业以及负责食品出口的监管单位提供技术参考,也可供企业技术人员和检测人员使用。

本书的编辑得到了国家质检总局、国家认监委有关领导的亲切关怀和鼎力支持,35个检验检疫局的近200名技术人员参与了标准的制修订工作,在此表示衷心的感谢!同时,在编写过程中还得到中国标准出版社的大力帮助,在此,谨向支持我们的同仁致以诚挚的谢意!

由于时间仓促和水平有限,本书中恐有不当和错误之处,恳请广大读者批评、指正。

编 者

2011年10月

目 录

农药残留检测方法

一、筛选方法

(一) 单残留分析方法

SN/T 2919—2011	出口食品中异丁子香酚残留量的测定 液相色谱法	5
----------------	------------------------	---

(二) 多残留分析方法

SN/T 1984—2007	进出口可乐饮料中有机磷、有机氯农药残留量检测方法 气相色谱法	13
SN/T 2238—2008	进出口食品中 21 种熏蒸剂残留量检测方法 顶空气相色谱法	21

二、确证方法

(一) 单残留分析方法

SN/T 0278—2009	进出口食品中甲胺磷残留量检测方法	37
SN/T 0351—2009	进出口食品中丙线磷残留量检测方法	47
SN/T 0519—2010	进出口食品中丙环唑残留量的检测方法	57
SN/T 1923—2007	进出口食品中草甘膦残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	67
SN/T 1967—2007	进出口食品中异稻瘟净残留量的检测方法	79
SN/T 1968—2007	进出口食品中扑草净残留量检测方法 气相色谱-质谱法	91
SN/T 1969—2007	进出口食品中联苯菊酯残留量的检测方法 气相色谱-质谱法	99
SN/T 1971—2007	进出口食品中茚虫威残留量的检测方法 气相色谱法和液相色谱-质谱/质谱法	107
SN/T 1972—2007	进出口食品中莠去津残留量的检测方法 气相色谱-质谱法	121
SN/T 1973—2007	进出口食品中阿维菌素残留量的检测方法 高效液相色谱-质谱/质谱法	129
SN/T 1975—2007	进出口食品中苯醚甲环唑残留量的检测方法 气相色谱-质谱法	137
SN/T 1981—2007	进出口食品中环氟菌胺残留量的检测方法 气相色谱-质谱法	145
SN/T 1982—2007	进出口食品中氟虫腈残留量检测方法 气相色谱-质谱法	153
SN/T 1983—2007	进出口食品中丙炔氟草胺残留量检测方法 气相色谱-质谱法	161
SN/T 1986—2007	进出口食品中溴虫腈残留量检测方法	169
SN/T 1989—2007	进出口食品中丁酰肼残留量检测方法 气相色谱-质谱法	177
SN/T 2147—2008	进出口食品中硫线磷残留量的检测方法	185
SN/T 2152—2008	进出口食品中氟铃脲残留量检测方法 高效液相色谱-质谱/质谱法	195
SN/T 2156—2008	进出口食品中苯线磷残留量的检测方法 气相色谱-质谱法	205
SN/T 2158—2008	进出口食品中毒死蜱残留量检测方法	215
SN/T 2229—2008	进出口食品中稻瘟灵残留量检测方法	225
SN/T 2230—2008	进出口食品中腐霉利残留量的检测方法 气相色谱-质谱法	237

SN/T 2231—2008	进出口食品中呋虫胺残留量检测方法	液相色谱-质谱/质谱法	245
SN/T 2232—2008	进出口食品中三唑醇残留量的检测方法	气相色谱-质谱法	253
SN/T 2233—2008	进出口食品中甲氰菊酯残留量检测方法		261
SN/T 2234—2008	进出口食品中丙溴磷残留量检测方法	气相色谱法和气相色谱-质谱法	269
SN/T 2235—2008	进出口食品中啉菌环胺残留量检测方法	气相色谱-质谱法	277
SN/T 2236—2008	进出口食品中氟硅唑残留量检测方法	气相色谱-质谱法	285
SN/T 2319—2009	进出口食品中啶氧灵残留量检测方法		293
SN/T 2321—2009	进出口食品中腈菌唑残留量检测方法	气相色谱-质谱法	305
SN/T 2322—2009	进出口食品中乙草胺残留量检测方法		313
SN/T 2385—2009	进出口食品中敌草腈残留量的测定	气相色谱-质谱法	323
SN/T 2386—2009	进出口食品中氯酯磺草胺残留量的测定	液相色谱-质谱/质谱法	333
SN/T 2387—2009	进出口食品中井冈霉素残留量的测定	液相色谱-质谱/质谱法	343
SN/T 2431—2010	进出口食品中苜蓿醚残留量的检测方法		351
SN/T 2432—2010	进出口食品中啞螨灵残留量的检测方法		361
SN/T 2433—2010	进出口食品中炔草酯残留量的检测方法		371
SN/T 2456—2010	进出口食品中苯胺灵残留量的测定	气相色谱-质谱法	381
SN/T 2457—2010	进出口食品中地乐酚残留量的测定	液相色谱-质谱/质谱法	387
SN/T 2458—2010	进出口食品中十三吗啉残留量的测定	液相色谱-质谱/质谱法	395
SN/T 2459—2010	进出口食品中氟烯草酸残留量的测定	气相色谱-质谱法	405
SN/T 2514—2010	进出口食品中噻菌酰胺残留量的测定	液相色谱-质谱/质谱法	413
SN/T 2581—2010	进出口食品中氟虫酰胺残留量的测定	液相色谱-质谱/质谱法	423
SN/T 2645—2010	进出口食品中四氟醚唑残留量的检测方法	气相色谱-质谱法	433
SN/T 2646—2010	进出口食品中吡螨胺残留量检测方法	气相色谱-质谱法	441
SN/T 2647—2010	进出口食品中炔苯酰草胺残留量检测方法	气相色谱-质谱法	449
SN/T 2648—2010	进出口食品中啶酰菌胺残留量的测定	气相色谱-质谱法	457
SN/T 2796—2011	进出口食品中氟啶虫酰胺残留量的检测方法		465
SN/T 2917—2011	出口食品中烯酰吗啉残留量检测方法		477

(二) 多残留分析方法

SN/T 1624—2009	进出口食品中啉霉胺、啉菌胺、腈菌唑、啉菌酯残留量的检测方法	气相色谱-质谱法	493
SN/T 1734.4—2010	除草剂残留量检验方法 第4部分:气相色谱-质谱/质谱法测定进出口食品中芳氧苯氧丙酸酯类除草剂残留量		501
SN/T 1737.5—2010	除草剂残留量检验方法 第5部分:液相色谱-质谱/质谱法测定进出口食品中硫代氨基甲酸酯类除草剂残留量		513
SN/T 1978—2007	进出口食品中狄氏剂和异狄氏剂残留量检测方法	气相色谱-质谱法	525
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	535
SN/T 2085—2008	进出口粮谷中多种氨基甲酸酯类农药残留量检测方法	液相色谱串联质谱法	543
SN/T 2149—2008	进出口食品中解草啉、莎稗磷、二丙烯草胺等110种农药残留量的检测方法	气相色谱-质谱法	551
SN/T 2150—2008	进出口食品中涕灭砒威、啉菌胺酯、腈啉菌酯等65种农药残留量检测方法	液相色谱-质谱/质谱法	575
SN/T 2151—2008	进出口食品中生物苜蓿菊酯、氟丙菊酯、联苯菊酯等28种农药残留量的检测		

	方法 气相色谱-质谱法	619
SN/T 2228—2008	进出口食品中 31 种酸性除草剂残留量的检测方法 气相色谱-质谱法	637
SN/T 2237—2008	进出口食品中甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂残留量检测方法 气相色谱-质谱法	649
SN/T 2320—2009	进出口食品中百菌清、苯氟磺胺、甲抑菌灵、克菌丹、灭菌丹、敌菌丹和四溴菊酯残留量检测方法 气相色谱-质谱法	661
SN/T 2323—2009	进出口食品中吡虫胺、呋虫胺等 20 种农药残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	673
SN/T 2324—2009	进出口食品中抑草磷、毒死蜱、甲基毒死蜱等 33 种有机磷农药残留量的检测方法	691
SN/T 2325—2009	进出口食品中四唑嘧磺隆、甲基苯苏味安、醚磺隆等 45 种农药残留量的检测方法 高效液相色谱-质谱/质谱法	711
SN/T 2441—2010	进出口食品中涕灭威、涕灭威砒、涕灭威亚砒残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	729
SN/T 2540—2010	进出口食品中苯甲酰胺类农药残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	741
SN/T 2559—2010	进出口食品中苯并咪唑类农药残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	753
SN/T 2561—2010	进出口食品中吡啶类农药残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	765
SN/T 2795—2011	进出口食品中二硝基苯胺类农药残留量的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	779



农药残留检测方法

一、筛选方法

(一) 单残留分析方法

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2919—2011

出口食品中异丁子香酚残留量的测定 液相色谱法

Determination of isoeugenol residues in food for export—
Liquid chromatography method

2011-05-31 发布

2011-12-01 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：中华人民共和国海南出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：徐志伟、纪少凡、卓海华、林正锋、刘红专、陈文慧。

出口食品中异丁子香酚残留量的测定

液相色谱法

1 范围

本标准规定了出口食品中异丁子香酚的液相色谱测定方法。

本标准适用于鱼、虾、猪肉、猪肝、饮料、饼干中异丁子香酚的超高效液相色谱法检测。

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 方法提要

试样中的异丁子香酚用叔丁基甲醚提取,氢氧化钠溶液反萃取,甲醇-盐酸-水混合溶液定容,用配荧光检测器的液相色谱仪检测,外标法定量。

4 试剂和材料

所有试剂除特殊注明外,均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 叔丁基甲醚:色谱纯,使用前用冰水浴充分冷却。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 乙腈:色谱纯。

4.4 乙酸铵:色谱纯。

4.5 氢氧化钠。

4.6 浓盐酸:35%~37%。

4.7 5%乙酸铵溶液(质量浓度):准确称取 50 g 乙酸铵(4.4),用水溶解并定容至 1 L,使用前用冰水浴充分冷却。

4.8 0.25 mol/L 氢氧化钠溶液:准确称取 1.00 g 氢氧化钠(4.5),用水溶解并定容至 100 mL,使用前用冰水浴充分冷却。

4.9 50%甲醇(体积分数):量取 100 mL 甲醇和 100 mL 水,混合均匀。

4.10 甲醇-盐酸-水混合溶液(1.1 mol/L):准确量取 9.2 mL 浓盐酸(4.6),用 50%甲醇(4.9)稀释并定容至 100 mL,使用前用冰水浴充分冷却。

4.11 10%甲醇(体积分数):量取 10 mL 甲醇和 90 mL 水,混合均匀,使用前用冰水浴充分冷却。

4.12 0.1%乙酸铵(质量浓度):准确称取 1.00 g 乙酸铵,用水溶解并定容至 1 L。

4.13 异丁子香酚(isoeugenol, CAS 编号:97-54-1, 分子式: $C_{10}H_{12}O_2$) 标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。

4.14 标准储备液:准确称取适量异丁子香酚标准品,用甲醇配制成浓度约为 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。

4.15 标准中间液:取适量标准储备液(4.14),用10%甲醇(4.11)稀释成浓度为1 μg/mL的标准中间液。

4.16 标准工作溶液:取适量标准中间液(4.15),用10%甲醇(4.11)稀释成浓度分别为0.01 μg/mL、0.02 μg/mL、0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL的标准工作溶液。取适量标准储备液(4.14),用10%甲醇(4.11)稀释成浓度分别为0.5 μg/mL、1 μg/mL、2 μg/mL、5 μg/mL的标准工作溶液。该标准工作溶液于使用时配制。

4.17 微孔滤膜:0.20 μm,有机系。

5 仪器和设备

5.1 超高效液相色谱仪:配荧光检测器。

5.2 分析天平:感量分别为0.1 mg和0.01 g。

5.3 粉碎机。

5.4 组织捣碎仪。

5.5 涡旋混合器。

5.6 冷冻离心机。

6 试样制备和保存

6.1 基本要求

制样过程中应防止样品受到污染或发生异丁子香酚含量的变化。

6.2 鱼、虾、猪肉、猪肝试样的制备和保存

从所取全部样品中取出有代表性样品,取可食部分约500 g,用组织捣碎仪充分捣碎均匀。制备好的试样存放于密封洁净容器中,于-18℃避光冷冻存放。

6.3 饮料试样制备和保存

从所取全部样品中取出有代表性样品,取约500 mL,搅拌均匀。制备好的试样存放于密封洁净容器中,于4℃避光冷藏存放。

6.4 饼干试样的制备和保存

从所取全部样品中取出有代表性样品,取500 g,用粉碎机充分粉碎均匀,过0.771 mm筛。制备好的试样存放于密封洁净容器中,于4℃避光冷藏存放。

7 测定步骤

7.1 提取

称取5 g试样(精确至0.01 g),置于50 mL聚丙烯离心管中,加入10 mL 5%乙酸铵溶液(4.7),10.0 mL叔丁基甲醚(4.1),3 000 r/min涡旋混匀2 min,4℃下以9 000 r/min离心3 min,吸取上清液4.0 mL转移至另一离心管中,待净化。

7.2 净化

在7.1中得到的上清液中加入1.60 mL 0.25 mol/L氢氧化钠溶液(4.8),3 000 r/min涡旋混匀

1 min 后, 4 °C 下以 9 000 r/min 离心 3 min, 取下层清液 0.80 mL 至刻度试管中, 加甲醇-盐酸-水混合溶液(4.10)定容至 1.0 mL, 过 0.20 μm 微孔滤膜(4.17), 供液相色谱测定。

7.3 测定

7.3.1 色谱条件

7.3.1.1 色谱柱: BEH C₁₈ 色谱柱, 长 100 mm, 内径 2.1 mm, 粒径 1.7 μm, 或相当者。

7.3.1.2 流动相: 乙腈+0.1%的乙酸铵(4,12)(6+4 体积比)。

7.3.1.3 流速: 0.50 mL/min。

7.3.1.4 柱温: 40 °C。

7.3.1.5 进样量: 10 μL。

7.3.1.6 检测波长: 激发波长为 298 nm, 发射波长为 672 nm。

7.3.2 液相色谱测定

在 7.3.1 液相色谱条件下测定标准工作溶液和样液, 以标准曲线法测定样液中的异丁子香酚量。如果样品中异丁子香酚的含量超出标准曲线范围, 应用 10% 甲醇将 7.2 中得到的待测液进行适当稀释。标准工作溶液与待测样液等体积参差进样。在上述色谱条件下, 异丁子香酚的色谱峰保留时间约为 0.97 min。标准品的色谱图参见附录 A。

7.4 空白实验

除不加试样外, 均按上述测定条件和步骤进行。

7.5 结果计算与表述

用标准曲线法, 按照式(1)计算样品中异丁子香酚量。

$$X = c \times \frac{V}{m} \quad (1)$$

式中:

X —— 试样中待测组分含量, 单位为毫克每千克(mg/kg);

c —— 由标准曲线而得的样液中待测组分的浓度, 单位为微克每毫升(μg/mL);

V —— 样液最终定容体积, 单位为毫升(mL);

m —— 样品溶液所代表最终试样的质量, 单位为克(g)。

注: 计算结果应扣除空白值。

8 测定低限、回收率

8.1 测定低限

本方法测定低限为 0.01 mg/kg。

8.2 回收率

回收率实验数据参见附录 B。