

DBS52

贵 州 省 地 方 标 准

DBS52/ 068—2022

食品安全地方标准 小麦中氰烯菌酯的测定

2022 - 11 - 15 发布

2023 - 05 - 14 实施

贵州省卫生健康委员会 发 布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 试剂和材料	1
5 仪器和设备	2
6 分析步骤	2
7 结果计算和表述	3
8 精密度	4
9 其他	4
附录 A（资料性） 氰烯菌酯的保留时间、定量离子、定性离子及定量离子与定性离子的丰度比值 ..	5
附录 B（资料性） 氰烯菌酯的选择离子监测分组表	6
附录 C（资料性） 氰烯菌酯在小麦基质中选择离子监测 GC-MS 图	7
附录 D（规范性） 实验室内的相对标准偏差	8
附录 E（规范性） 实验室间的相对标准偏差	9
附录 F（规范性） 不同添加水平对回收率的要求	10
附录 G（资料性） 小麦样品的添加浓度及回收率的实验数据	11

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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。

本文件由贵州省产品质量检验检测院提出。

本文件由贵州省卫生健康委员会归口。

本文件起草单位：贵州省产品质量检验检测院（国家酒类及加工食品质量监督检验中心）、贵州省市场监督管理局。

本文件主要起草人：杨金川、白雪梅、彭小东、张建、黄家岭、李红洲、宋忠霞、陈大鹏、张吉敏、耿平兰、徐丽红、杨丽、张琼、王雪蓉、敖正乾、韩红柱、梅茜。

食品安全地方标准 小麦中氰烯菌酯的测定

1 范围

本文件规定了小麦中氰烯菌酯的测定方法。

本文件适用于小麦中氰烯菌酯的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

NY/T 3304 农产品检测样品管理技术规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 乙酸乙酯：色谱纯。

4.1.2 氯化钠。

4.1.3 乙腈。

4.1.4 硫酸镁。

4.2 标品

氰烯菌酯（CAS号：39491-78-6，纯度 $\geq 98\%$ ）。

4.3 标品溶液配制

4.3.1 标准储备液（100 mg/L）：用分析天平（5.2）准确称取 10 mg 氰烯菌酯（精确至 0.1 mg）（4.2），用乙酸乙酯（4.1.1）溶解并定容至 100 mL，避光-18℃保存，有效期 6 个月。

4.3.2 标准溶液：准确移取氰烯菌酯标准储备液（4.3.1）0.050 mL、0.100 mL、0.200 mL、1.00 mL、2.00 mL 于 5 个 50 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯（4.1.1）定容至刻度，得质量浓度为 0.010 $\mu\text{g/mL}$ 、0.020 $\mu\text{g/mL}$ 、0.040 $\mu\text{g/mL}$ 、0.200 $\mu\text{g/mL}$ 、0.400 $\mu\text{g/mL}$ 标准工作液，于 0℃~4℃保存，有效期 1 个月。

4.3.3 基质标准工作溶液：小麦空白基质溶液，氮气吹干，用 1 mL 相对应质量浓度的标准溶液（4.3.2）复溶，过微孔滤膜（4.4.3）。基质标准工作溶液应现配现用。

4.4 材料

4.4.1 乙二胺-N-丙基烷化硅胶（PSA）：40 μm ~60 μm 。

4.4.2 陶瓷均质子：2 cm（长） $\times$ 1 cm（外径）。

4.4.3 微孔滤膜（有机相）：13 mm $\times$ 0.22 μm 。

注1：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。

注2：小麦空白基质溶液取样量应与相应试样处理取样量一致。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪：配电子轰击源（EI）。

5.2 分析天平：感量0.1 mg和0.01 g。

5.3 离心机：不低于4000 r/min。

5.4 组织捣碎机。

5.5 涡旋振荡器。

5.6 氮吹仪：可控温。

5.7 标准网筛：40目。

6 分析步骤

6.1 试样的制备

参照NY/T 3304，取小麦样品500 g，粉碎后使其全部可通过40目标准网筛，放入洁净容器密封标记后，室温、阴凉干燥下保存。

6.2 样品处理

用分析天平（5.2）称取10 g（精确至0.01 g）试样于50 mL离心管中，加入10 mL水旋涡混匀，静置20 min。加入20 mL乙腈（4.1.3）及一颗陶瓷均质子（4.4.2），盖上离心管盖，剧烈震荡提取10 min后，再加入4 g~5 g NaCl震荡2 min，然后以4000 r/min离心5 min。取14 mL上清液于预装有1200 mg硫酸镁和400 mg乙二胺-N-丙基烷化硅胶（PSA）的净化管中，涡旋混匀1 min。4000 r/min离心5 min，准确吸取10 mL上清液于15 mL试管中，45 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中，氮吹吹至近干。用1 mL乙酸乙酯复溶，过微孔滤膜（4.4.3），用于测定。

6.3 测定

6.3.1 仪器参考条件

- a) 色谱柱：5%-苯基-甲基聚硅氧烷石英毛细管柱（30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm ）或相当者。
- b) 色谱柱温度：100 $^{\circ}\text{C}$ ，保持5 min，然后以15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至130 $^{\circ}\text{C}$ ，再以10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至300 $^{\circ}\text{C}$ ，保持10 min；
- c) 载气：氦气（He），纯度 $\geq$ 99.999%，流速为1.0 mL/min；
- d) 进样口温度：250 $^{\circ}\text{C}$
- e) 进样量：1 μL ；
- f) 进样方式：不分流进样；

- g) 电子轰击源 (EI) : 70 eV;
- h) 离子源温度: 230 °C;
- i) 传输线温度: 250 °C;
- j) 溶剂延迟: 7 min;
- k) 选择离子监测 (SIM): 化合物选择一个定量离子 216, 两个定性离子 144、188。化合物的保留时间、定量离子、定性离子及定量离子与定性离子的丰度比值, 参见附录 A, 检测离子的开始时间和驻留时间参见附录 B。

6.3.2 定性测定

进行样品测定时, 如果检出的色谱峰的保留时间与标准样品相一致, 并且在扣除背景后的样品质谱图中, 所选择的离子均出现, 而且所选择的离子丰度比与标准样品的离子丰度比相一致, 其相对丰度偏差不超过表1规定的范围, 则可判断样品中存在这种农药。

表1 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度 (%)	>50	20~50 (含)	10~20 (含)	≤10
允许偏差 (%)	±10	±15	±20	±50

6.3.3 定量测定

本方法采用外标法单离子定量测定。为减少基质的影响, 定量用标准溶液应采用基质标准工作溶液。待测化合物的浓度应在标准曲线溶液的线性范围内。本方法的标准物质在小麦基质中选择离子监测 GC-MS图参见附录C。

6.4 平行试验

按以上步骤对同一试样进行平行测定。

6.5 空白试验

取空白基质, 除不加取试料外, 均按上述步骤进行。

7 结果计算和表述

试样中氰烯菌酯的含量按式 (1) 计算。

$$X = \frac{(C-C_0) \times V}{m \times d} \quad (1)$$

式中:

X——试样中氰烯菌酯的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

C——从标准曲线求得待测溶液中氰烯菌酯的含量, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

C₀——从标准曲线求得空白待测溶液中氰烯菌酯的含量, 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——样品质量, 单位克 (g);

d——试样的稀释倍数。

注：测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

8 精密度

8.1 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值（百分率），应符合附录 D 的要求。

8.2 在再现性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值（百分率），应符合附录 E 的要求。

9 其他

9.1 定量限

本方法定量限（LOQ）为0.005 mg/kg。

9.2 回收率

当添加水平为LOQ、4×LOQ、10×LOQ时，回收率要求参见附录F，实际添加回收率参见附录G。

附 录 A
(资料性)

氰烯菌酯的保留时间、定量离子、定性离子及定量离子与定性离子的丰度比值

A.1 氰烯菌酯的保留时间、定量离子、定性离子及定量离子与定性离子的丰度比值

见表A.1。

表A.1 氰烯菌酯的保留时间、定量离子、定性离子及定量离子与定性离子的丰度比值

中文名称	英文名称	保留时间/min	定量离子	定性离子1	定性离子2
氰烯菌酯	Phenamacril	17.35	216 (100)	144 (83)	188 (20)



附 录 B
(资料性)

氰烯菌酯的选择离子监测分组表

B.1 氰烯菌酯的选择离子监测分组表

见表B. 1。

表B. 1 氰烯菌酯的选择离子监测分组表

时间/min	离子 (amu)	驻留时间 (ms)
7.00	216、144、188	100

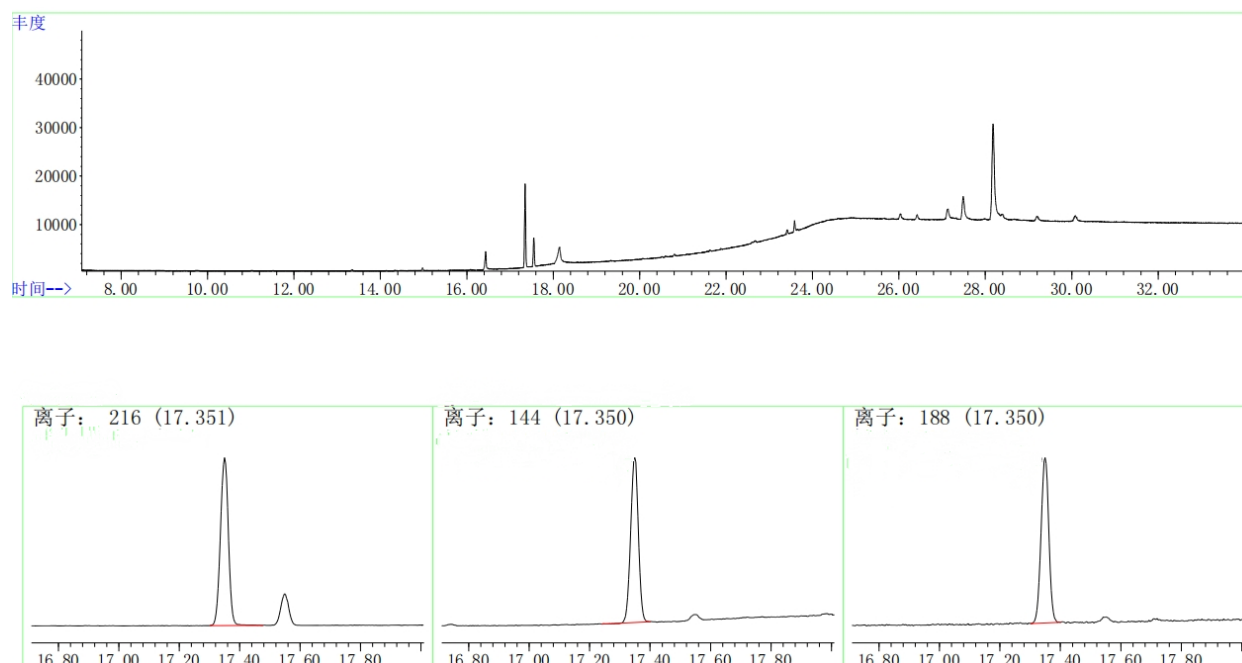
附录 C

(资料性)

氰烯菌酯在小麦基质中选择离子监测 GC-MS 图

C.1 氰烯菌酯在小麦基质中选择离子监测 GC-MS 图

见图C.1。



图C.1 氰烯菌酯在小麦基质中选择离子监测 GC-MS 图

附 录 D
(规范性)
实验室内的相对标准偏差

D.1 实验室内的相对标准偏差

见表D. 1。

表D. 1 实验室内的相对标准偏差

被测组分含量, mg/kg	相对标准偏差, %
≤ 0.001	≤ 36
$> 0.001; \leq 0.01$	≤ 32
$> 0.01; \leq 0.1$	≤ 22
$> 0.1; \leq 1$	≤ 18
> 1	≤ 14

附 录 E
(规范性)
实验室间的相对标准偏差

E.1 实验室间的相对标准偏差

见表E. 1。

表E. 1 实验室间的相对标准偏差

被测组分含量, mg/kg	相对标准偏差, %
≤0. 001	≤54
>0. 001; ≤0. 01	≤46
>0. 01; ≤0. 1	≤34
>0. 1; ≤1	≤25
>1	≤19

附录 F
(规范性)

不同添加水平对回收率的要求

F.1 不同添加水平对回收率的要求

见表F.1。

表F.1 不同添加水平对回收率的要求

添加水平, mg/kg	范围, %	相对标准偏差, %
≤0.001	50~120	≤35
>0.001; ≤0.01	60~120	≤30
>0.01; ≤0.1	70~120	≤20
>0.1; ≤1	70~110	≤15
>1	70~110	≤10

附 录 G
(资料性)

小麦样品的添加浓度及回收率的实验数据

G.1 小麦样品的添加浓度及回收率的实验数据

见表G. 1。

表G. 1 小麦样品的添加浓度及回收率的实验数据

添加水平 (mg/kg)	回收率 /%					平均回收率/%	相对标准偏差 <i>RSD</i> /%
0.005	88.0	78.9	80.5	77.0	98.4	84.6	10.38
0.02	95.6	88.3	77.4	79.1	85.9	85.3	8.62
0.05	102.9	93.4	93.0	96.5	102.8	97.7	4.98

