

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2819—2015

植物性食品中腈苯唑残留量的测定 气相色谱—质谱法

Determination of fenbuconazole residues in vegetable foods—
GC-MS method

2015-10-09 发布

2015-12-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由农业部农垦局提出。

本标准由农业部热带作物及制品标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国热带农业科学院分析测试中心。

本标准主要起草人：尹桂豪、李春丽、刘春华、阳辛凤、乐渊、张群、万瑶、吴南村、黎舒怀。

植物性食品中腈苯唑残留量的测定 气相色谱—质谱法

1 范围

本标准规定了植物性食品中腈苯唑残留量的气相色谱—质谱测定方法。

本标准适用于植物性食品中腈苯唑残留量的测定。

本标准的方法的定量限为 0.02 mg/kg。

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 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8855 新鲜水果和蔬菜的取样方法

3 原理

试样中腈苯唑用乙腈提取,提取溶液经过滤、浓缩后,用固相萃取柱净化,淋洗液经浓缩和溶剂交换后,用气相色谱—质谱仪,采用选择性离子监测模式外标法定量检测。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认的色谱纯试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1 乙腈。

4.2 丙酮。

4.3 甲苯:分析纯。

4.4 正己烷。

4.5 氯化钠:140℃烘烤 4 h。

4.6 固相萃取柱:石墨化碳黑氨基柱,6 mL,1 000 mg 或相当。

4.7 腈苯唑标准品:纯度≥96.0%。

4.8 腈苯唑标准溶液:称取 10 mg(精确至 0.1 mg)腈苯唑标准物质,用丙酮溶解定容 100 mL,配制成质量浓度为 100 mg/L 的标准储备液(保存 1 年),用正己烷稀释成质量浓度为 5 mg/L 的标准溶液(1 个月),再配成 0.1 mg/L 上机标准工作液(1 周)。

4.9 腈苯唑基质标准工作溶液:取适量储备液,用样品空白基质提取液溶解定容 5 mL,混匀,配成基质标准工作液。基质标准工作液应现用现配。

5 仪器

5.1 气相色谱—质谱仪:配有电子轰击源(EI)。

5.2 分析天平:感量 0.001 g 和 0.01 g。

5.3 食品加工机。

5.4 匀浆机:转速不低于 20 000 r/min。

5.5 旋涡混合器。

5.6 旋转蒸发器。

6 试样制备

按 GB/T 8855 抽取的样品,经缩分后,将其切碎,充分混匀放入食品加工机粉碎,制成试样,标明标记,放入分装容器中于 -18°C 下保存。备用。

7 分析步骤

7.1 提取

称取试样 25 g(精确到 0.01 g),置于 100 mL 高脚烧杯中,加入 50.0 mL 乙腈,用匀浆机在 18 000 r/min 匀浆提取 2 min,用滤纸过滤,滤液收集到装有 5 g~7 g 氯化钠的 100 mL 具塞量筒中,收集滤液 40 mL~50 mL,盖上塞子,剧烈振荡 1 min,在室温下静置 20 min~30 min,使乙腈相和水相分层。

7.2 浓缩

吸取 10.0 mL 乙腈提取溶液,放入圆底烧瓶,用旋转蒸发仪在 35°C 下浓缩近干,用 2 mL 乙腈+甲苯(3+1)溶解备用。

7.3 净化

将石墨化碳黑氨基柱用 5.0 mL 乙腈+甲苯(3+1)预淋洗,当溶剂液面到达柱吸附层上表面时,弃去预淋洗液,加入 7.2 的样品溶解液,再用 2 mL 乙腈+甲苯(3+1)二次洗涤样液瓶,重复 2 次,并将洗涤液移入柱中,再用 19 mL 乙腈+甲苯(3+1)分 4 次洗涤小柱,收集所有流出洗脱液。用旋转蒸发仪在 40°C 水浴下浓缩近干,加入 5 mL 正己烷在 40°C 水浴中旋转蒸发进行溶剂交换,重复一次,最后用 5 mL 正己烷涡旋定容,用于气相色谱—质谱测定。

7.4 测定

7.4.1 仪器条件

- 色谱柱:HP-5MS(30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm)石英毛细管柱或相当者;
- 色谱柱升温程序: 160°C 保持 1 min,然后以 $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 程序升温至 290°C ,保持 5 min;
- 载气:氦气,纯度 $\geq 99.999\%$,流速:1.0 mL/min;
- 进样口温度: 260°C ;
- 进样量:1 μL ;
- 进样方式:不分流进样;
- 电子轰击源:70 eV;
- 离子源温度: 230°C ;
- GC-MS 接口温度: 280°C ;
- 选择离子监测:选 129 离子定量,125 和 198 离子定性。

7.4.2 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:相对丰度 $>50\%$,允许 $\pm 10\%$ 偏差;相对丰度在 $20\%\sim 50\%$,允许 $\pm 15\%$ 偏差;相对丰度在 $10\%\sim 20\%$,允许 $\pm 20\%$ 偏差;相对丰度 $\leq 10\%$,允许 $\pm 50\%$ 偏差,则可判断样品有检出。

7.4.3 定量测定

本方法采用外标法定量测定。基质标准溶液的浓度应与待测样品中目标化合物的浓度相近。

7.4.4 平行试验

按以上步骤对同一试样进行试验测定。

7.4.5 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

8 结果计算

按式(1)计算样品中的脞苯唑含量。

$$\omega = \frac{c_1 \times V_1 \times A \times V_3 \times 1\,000}{V_2 \times A_s \times m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ω ——样品中脞苯唑的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_1 ——基质标准工作溶液中脞苯唑的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V_1 ——提取溶剂总体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——吸出用于检测的提取溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_3 ——试样溶液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- A_s ——基质标准工作溶液中脞苯唑的色谱峰面积;
- A ——试样溶液中脞苯唑的色谱峰面积;
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

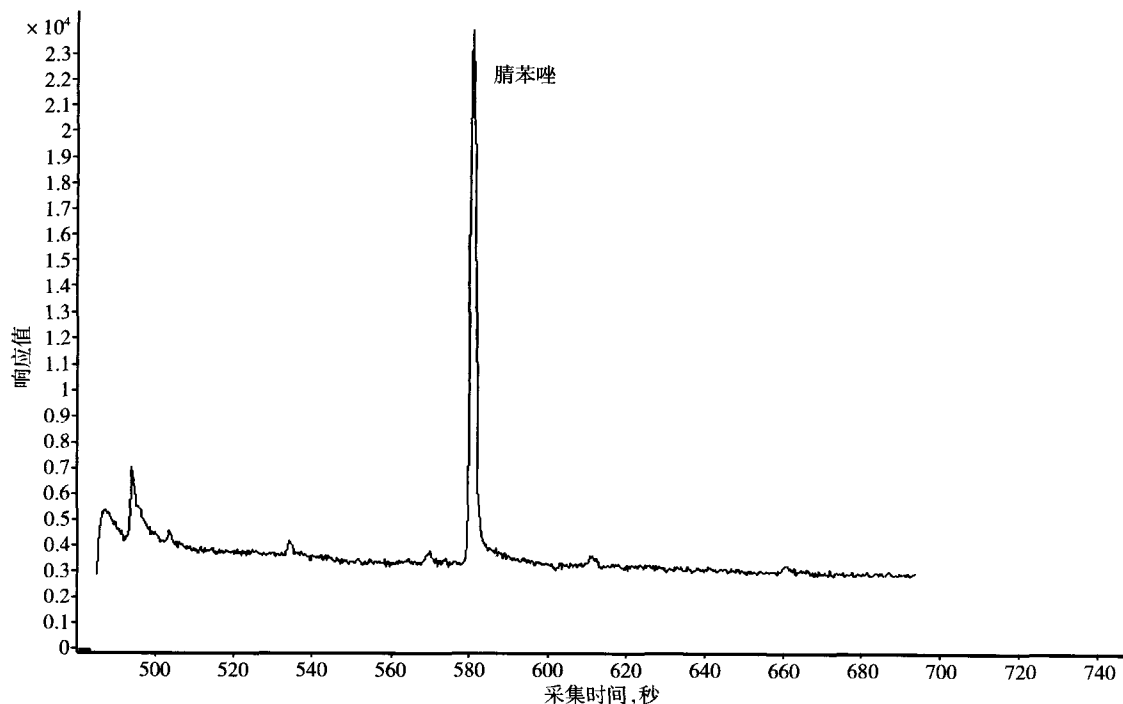
计算结果保留两位有效数字。

9 精密度

按 GB/T 6379.2 的规定确定精密度,获得重复性和再现性的值以 95% 的可信度来计算,精密度数据参见附录 A。

10 参考图谱

质量浓度为 0.050 mg/L 的脞苯唑标准工作液的色谱图 and 选择离子质谱图见图 1。



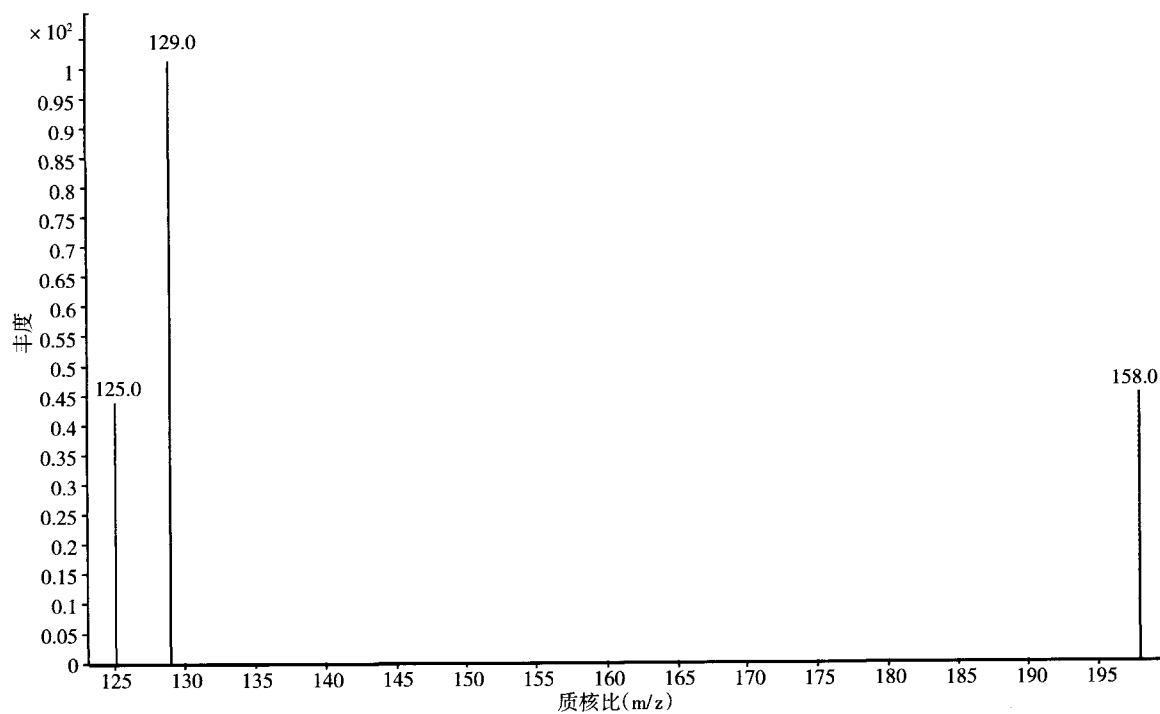


图 1 0.050 mg/L 的脞苯唑标准工作液的色谱图 and 选择离子质谱图

附 录 A
(资料性附录)
腈苯唑农药残留精密度表

腈苯唑农药残留精密度表见表 A. 1。

表 A. 1 腈苯唑农药残留精密度表

基质	质量 浓度, mg/kg	重复 性限 (<i>r</i>)	再现 性限 (<i>R</i>)	质量 浓度, mg/kg	重复 性限 (<i>r</i>)	再现 性限 (<i>R</i>)	质量 浓度, mg/kg	重复 性限 (<i>r</i>)	再现 性限 (<i>R</i>)
香蕉	0.05	0.006 26	0.008 91	0.20	0.018 2	0.039 3	1.00	0.150	0.225
辣椒	0.05	0.006 56	0.017 7	0.20	0.017 6	0.044 7	1.00	0.108	0.260
苹果	0.05	0.007 67	0.012 9	0.20	0.026 5	0.034 6	1.00	0.069 6	0.074 6