

《粮谷中毒鼠强、安妥的测定 气相色谱—串联质谱法》征求意见

稿.pdf (757.15KB)

ICS XX, XX

CCS X XX



团 标 准

T/CAS XXXX—20XX

粮谷中毒鼠强、安妥的测定 气相色谱-串联质谱法

Determination of tetramine and 1-naphthalenylthiourea in
grains—Gas chromatography-tandem mass spectrometric
method
(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国标准化协会 发布

《粮谷中毒鼠强、安妥的测定 气相色谱—串联质谱法》征求意见

稿.pdf (757.15KB)

中国标准化协会标准
管理及服务平台

《粮谷中毒鼠强、安妥的测定 气相色谱—串联质谱法》征求意见稿.pdf (757.15KB)

T/CAS XXX—201X

中国标准化协会（CAS）是组织开展国内、国际标准化活动的全国性社会团体。制定中国标准化协会标准（以下简称：中国标协标准），满足企业需要，推动企业标准化工作，是中国标准化协会的工作内容之一。中国境内的团体和个人，均可提出制、修订中国标协标准的建议并参与有关工作。

中国标协标准按《中国标准化协会标准管理办法》进行制定和管理。

中国标协标准草案经向社会公开征求意见，并得到参加审定会议的75%以上的专家、成员的投票赞同，方可作为中国标协标准予以发布。

在本文件实施过程中，如发现需要修改或补充之处，请将意见和有关资料寄给中国标准化协会，以便修订时参考。

本文件版权为中国标准化协会所有，除了用于国家法律或事先得到中国标准化协会的许可外，不得以任何形式或任何手段复制、再版或使用本文件及其章节，包括电子版、影印件，或发布在互联网及内部网络等。

中国标准化协会地址：北京市海淀区增光路33号中国标协写字楼
邮政编码：100048 电话：010-68487160 传真：010-68486206
网址：www.china-cas.org 电子信箱：cav@china-cas.org

《粮谷中毒鼠强、安妥的测定 气相色谱—串联质谱法》征求意见稿.pdf (757.15KB)

T/CAS XXX—201X

目 录

前 言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂和材料	1
5.1 试剂	1
5.2 溶液配制	1
5.3 标准品	2
5.4 标准溶液配制	2
5.5 材料	2
6 仪器与设备	2
6.1 分析天平	2
6.2 气相色谱-串联质谱仪	2
6.3 固相萃取装置	2
6.4 组织匀浆器	2
6.5 振荡器	2
6.6 高速低温离心机	2
6.7 样品浓缩仪	2
7 试样制备与保存	3
7.1 试样的制备	3
7.2 试样的保存	3
8 样品处理	3
8.1 提取	3
8.2 净化	3
9 测定	3
9.1 仪器参考条件	3
9.2 定性及定量	4
9.3 空白试验	4
9.4 平行试验	4
10 结果计算	4

《粮谷中毒鼠强、安妥的测定 气相色谱—串联质谱法》征求意见稿.pdf (757.15KB)

T/CAS XXX—201X

11 方法灵敏度、准确度和精密度.....	5
11.1 灵敏度.....	5
11.2 准确度.....	5
11.3 精密度.....	5
附录 A (资料性附录) 毒鼠强、安妥多反应监测 (MRM) 色谱图.....	6

《粮谷中毒鼠强、安妥的测定 气相色谱—串联质谱法》征求意见

稿.pdf (757.15KB)

T/CAS 1.1—201X

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专利的责任。

本文件起草单位：XXX。

本文件起草人：XXX。

本文件为首次发布。

《粮谷中毒鼠强、安妥的测定 气相色谱—串联质谱法》征求意见稿.pdf (757.15KB)

T/CAS XXX—201X

粮谷中毒鼠强、安妥的测定 气相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了粮谷中毒鼠强、安妥的气相色谱-串联质谱测定方法。

本文件适用于粮谷中毒鼠强、安妥的测定。

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 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用乙腈提取，提取液经固相萃取柱净化，正己烷+丙酮（1+1，体积比）溶液定容后，用气相色谱-串联质谱进行测定，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈（CH₃CN）：色谱纯。

5.1.2 丙酮（C₃H₆O）：色谱纯。

5.1.3 正己烷（C₆H₁₄）：色谱纯。

5.1.4 甲苯（C₇H₈）：色谱纯。

5.1.5 氯化钠（NaCl）。

5.2 溶液配制

5.2.1 正己烷+丙酮（1+1，体积比）溶液：准确量取 100 mL 正己烷加入 100 mL 丙酮中，混匀备

《粮谷中毒鼠强、安妥的测定 气相色谱—串联质谱法》征求意见稿.pdf (75.15KB)

T/CAS XXX—201X

用。

5.2.2 乙腈+甲苯（3+1，体积比）：准确量取 100 mL 甲苯加入 300 mL 乙腈中，混匀备用。

5.3 标准品

5.3.1 毒鼠强（Tetramine, C₄H₈N₄O₄S₂, CAS NO.: 80-12-6）：纯度≥95.0%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.3.2 安妥（1-naphthalenylthiourea, C₁₁H₁₀N₂S, CAS NO.: 86-88-4）：纯度≥95.0%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 毒鼠强标准储备液（1 mg/mL）：准确称取毒鼠强标准品适量（精确至 0.1 mg）于 10 mL 容量中，用丙酮溶解并定容至 10 mL，于-18℃冰箱中冷冻保存，有效期 12 个月。

5.4.2 安妥标准储备液（1 mg/mL）：准确称取安妥标准品适量（精确至 0.1 mg）于 10 mL 容量中，用丙酮溶解并定容至 10 mL，于 0℃~4℃冰箱中冷藏保存，有效期 12 个月。

5.4.3 标准中间液（10 μg/mL）：分别准确移取毒鼠强、安妥标准储备液各 100 μL 丙酮定容到 10 mL，现用现配。

5.4.4 标准工作液：分别精密量取毒鼠强、安妥标准中间液适量，用空白基质溶液稀释制成含毒鼠强浓度为 0.005 μg/mL、0.01 μg/mL、0.02 μg/mL、0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.15 μg/mL、0.2 μg/mL，安妥浓度为 0.03 μg/mL、0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、0.3 μg/mL、0.4 μg/mL、0.5 μg/mL 的系列标准工作液，现用现配。

注：空白基质溶液取样量应与相应的试样处理取样量一致。

5.5 材料

5.5.1 有机系微孔滤膜：孔径为 0.22 μm。

5.5.2 C18 固相萃取柱：1 g，容积 6 mL 或相当者。

6 仪器与设备

6.1 分析天平：感量 0.001 g 和 0.00001 g。

6.2 气相色谱-串联质谱仪：配电子轰击源（EI）。

6.3 固相萃取装置。

6.4 组织匀浆器。

6.5 振荡器。

6.6 高速低温离心机，转速不低于 6000 r/min。

6.7 样品浓缩仪。

《粮谷中毒鼠强、安妥的测定 气相色谱—串联质谱法》征求意见稿.pdf (75.15KB)

T/CAS XXX—201X

7 试样制备与保存

7.1 试样的制备

取粮谷类样品 500 g, 粉碎后使其全部可通过 425 μm 的标准网筛, 放入聚乙烯瓶或袋中。

7.2 试样的保存

将试样按照测试和备用分别存放。于-18°C条件下保存。

8 样品处理

8.1 提取

称取 5 g (准确至 0.01 g) 样品于 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 水静置 30 min, 加入 20 mL 乙腈涡旋震荡 20 min, 再加入 4 g NaCl 涡旋震荡 3 min, 混匀后用离心机在 10000 r/min 条件下离心 5 min, 取 10 mL 上清液待净化。

8.2 净化

用 5 mL 乙腈活化 C₁₈ 固相萃取柱, 取上述待净化液至 C₁₈ 固相萃取柱上, 用浓缩瓶接收流出液, 再用 5 mL 乙腈+甲苯 (3+1, 体积比) 洗涤固相萃取柱, 收集全部流出液, 40°C 浓缩至近干, 用 1 mL 正己烷+丙酮 (1+1, 体积比) 复溶, 涡旋混匀后经 0.22 μm 微孔滤膜过滤后, 待气相色谱-串联质谱仪测定。

9 测定

9.1 仪器参考条件

9.1.1 色谱柱: 5%苯基-95%二甲基聚硅氧烷 (30 m×0.25 mm, 0.25 μm) 或性能相当者。

9.1.2 进样口温度: 280°C;

9.1.3 传输线温度: 280°C;

9.1.4 载气: 氮气;

9.1.5 流速: 1 mL/min

9.1.6 进样方式: 不分流进样

9.1.7 进样量: 1 μL

9.1.8 电子轰击源: 70 eV

9.1.9 离子源温度: 280°C

9.1.10 溶剂延迟: 4 min

9.1.11 色谱柱温度: 初始温度 60 °C, 保持 1 min, 以 40 °C/min 升到 170 °C, 以 10 °C/min 升到 310 °C, 保持 3 min

《粮谷中毒鼠强、安妥的测定 气相色谱—串联质谱法》征求意见稿.pdf (75.15KB)

T/CAS XXX—201X

9.1.12 监测模式：多反应监测（MRM），质谱仪器参考条件见下表 1。

表1 质谱参考条件

中文名称	英文名称	定量离子对	碰撞能量 eV	定性离子对	碰撞能量 eV
毒鼠强	tetramine	212.0 - 42.2	10	212.0 - 132.0	5
安妥	1-naphthalenylthiourea	185.0 - 127.0	5	127.0 - 77.0	5

9.2 定性及定量

9.2.1 保留时间

被测试样中毒鼠强、安妥的色谱峰的保留时间与相应标准色谱峰的保留时间比较。相对误差应在±2.5%之内。

9.2.2 定性测定

取试样溶液和系列标准工作液等体积进样测定，通过试样中待测物的保留时间、特征离子相对丰度与浓度相近的标准溶液的保留时间、特征离子相对丰度相对照定性。试样液中待测物与标准品的保留时间偏差在±2.5%以内；特征离子相对丰度偏差满足表 3 的要求，则可判定试样中存在相应的被测物。在上述色谱-质谱条件下，毒鼠强、安妥标准溶液特征离子色谱图参见附录 A。

表3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	20~50	10~20	≤10
允许的最大偏差/%	±20	±25	±30	±50

9.2.3 定量测定

取试料溶液和相应的标准溶液，作单点或多点校准，按外标法以色谱峰面积定量。标准溶液及试样溶液中毒鼠强、安妥的响应值均在仪器检测的线性范围之内。对于残留量超出仪器线性范围的，在提取时根据目标物浓度增加内标工作液的添加量，使试样溶液稀释后目标物的浓度在曲线范围内。

9.3 空白试验

除不加试料外，按照 7.1~7.2 的规定对试样进行平行试验测定。

9.4 平行试验

按照 7.1~7.2 的规定对同一试样进行平行试验测定。

10 结果计算

试样中毒鼠强、安妥的含量按式（1）计算。

$$\omega = \frac{c \times V \times f \times 1000}{m \times 1000} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

《粮谷中毒鼠强、安妥的测定 气相色谱—串联质谱法》征求意见稿.pdf (757.15KB)

T/CAS XXX—201X

ω ——试样中毒鼠强、安妥含量的数值，单位为毫克每千克 (mg/kg);

c ——从基质匹配标准曲线中得到的试样溶液中毒鼠强、安妥的质量浓度的数值，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样溶液定容体积的数值，单位为毫升 (mL);

m ——测试样品称样量的数值，单位为克 (g);

f ——稀释倍数。

计算结果以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示，保留 2 位有效数字，当结果大于 1 mg/kg 时保留 3 位有效数字。

11 方法灵敏度、准确度和精密度

11.1 灵敏度

本标准毒鼠强检出限为 0.002 mg/kg，定量限为 0.004 mg/kg；安妥检出限为 0.008 mg/kg，定量限为 0.02 mg/kg。

11.2 准确度

本标准在 0.004~0.2 mg/kg 添加浓度范围内，回收率为 70%~120%。

11.3 精密度

本标准的批内相对偏差 $\leq 15\%$ ，批间相对标准偏差 $\leq 20\%$ 。

《粮谷中毒鼠强、安妥的测定 气相色谱—串联质谱法》征求意见稿.pdf (75.15KB)

T/CAS XXX—201X

附录 A

(资料性附录)

毒鼠强、安妥多反应监测 (MRM) 色谱图

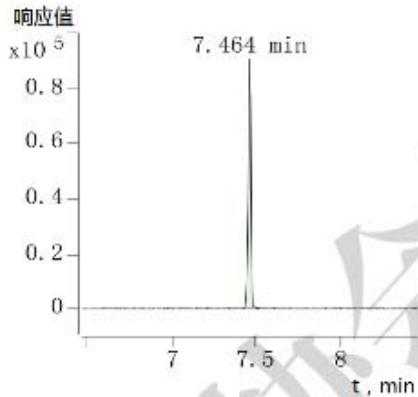


图 A.1 毒鼠强 (tetramine)

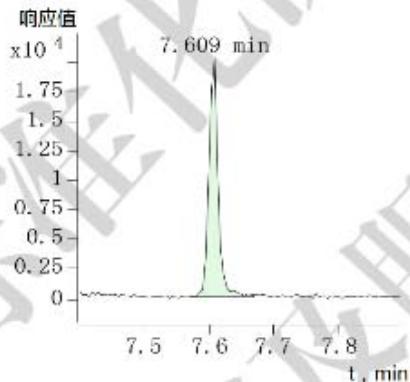


图 A.2 安妥 (1-naphthalenylthiourea)

ICS XX.XXX

CCS X XX

关键词：中国标准化协会、模板

 《粮谷中毒鼠强、安妥的测定 气相色谱—串联质谱法》征求意见

稿.pdf (757.15KB)