

ICS 67.050
B20

团体标准

T/ NAIA XXX—2025

枸杞中腈吡螨酯残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of Cypermethrin Residues in Wolfberry by HPLC-MS/MS

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

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》规定编写。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏回族自治区食品检测研究院（国家市场监督管理总局重点实验室（枸杞及葡萄酒质量安全））、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：

本文件于 2025 年 XX 月 XX 日首次发布。

枸杞中腈吡螨酯残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了枸杞中农药残留腈吡螨酯的液相色谱-串联质谱检测方法。

本文件适用枸杞中腈吡螨酯的测定。

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实验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用水复溶后经乙腈提取，分散固相萃取净化，液相色谱-串联质谱仪测定，外标法定量。

5 试剂和材料

本方法所用的试剂，除另有规定外，均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈：色谱纯。

5.1.2 甲醇：色谱纯。

5.1.3 氯化钠：分析纯。

5.1.4 柠檬酸钠：分析纯。

5.1.5 无水硫酸镁：分析纯。

5.1.6 乙酸铵：色谱纯。

5.1.7 N-丙基乙二胺（PSA）粉末：粒径 50 μ m。

5.1.8 十八烷基（C₁₈）粉末：粒径 50 μ m。

5.1.9 5mmol/L 乙酸铵水溶液：取乙酸铵 0.385g，用水定容到 1000mL，摇匀。

5.2 标准品

腈吡螨酯中文名称、英文缩写、CAS 号和化学分子式见附录表 A。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 标准储备液（1.0mg/mL）：准确称取腈吡螨酯标准品 10.0mg，分别用乙腈溶解并定容至

10.0mL，于-18℃避光贮存，有效期 6 个月。

5.3.2 标准中间液（10.0μg/mL）：准确吸取脲吡喃酯储备液 0.1 mL 于 10mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，于-18℃避光贮存，有效期 3 个月。

5.3.3 混合标准工作液：分别准确吸取不同体积混合标准中间液，用空白枸杞基质配制成浓度为 1.0~500.0 ng/mL 的系列标准工作溶液，临用现配。

6 仪器和设备

6.1 液相色谱-串联质谱仪：配备电喷雾离子源。

6.2 天平：感量 0.0001g 和 0.01g。

6.3 高速粉碎机。

6.4 涡旋混合器。

6.5 超声波发生器。

6.6 离心机：最大转速 10000r/min。

6.7 滤膜：0.22 μm，有机相。

7 分析步骤

7.2 试液的制备

枸杞样品于 2~8 ℃冷藏保存。试验时将枸杞样品取出，经高速粉碎机粉碎，分别置于样品袋中，冷藏，备用。

7.2 试液的提取

称取 2.0g 样品于（精确至 0.01g）于 50.0mL 离心管中，加入 5.0mL 水，静置 60 min，加入 10.0mL 乙腈（5.1.1）和 5.0g 氯化钠（5.1.3），涡旋 5min，超声 10min，8000r/min 下离心 3min。吸取 5.0mL 上清液至装有 150mgPSA（5.1.7）、180 mg C₁₈（5.1.8）和 200mg 无水硫酸镁（5.1.5）的净化管内，涡旋 2min，8000r/min 下离心 3min，经 0.22μm 有机滤膜过滤，上机测定。

7.3 仪器参考条件

7.3.1 液相色谱参考条件

- a) 色谱柱：C₁₈，2.1mm×100mm，粒径 1.7μm 或性能相当。
- b) 柱温：35℃。
- c) 流动相：A 相为 5mmol/L 乙酸铵水溶液（5.1.9），B 相为甲醇（5.1.2），流动相梯度条件见表 1。
- d) 流速：0.3mL/min。
- d) 进样量：10μL。

表 1 流动相及梯度洗脱条件

时间/min	流速/（mL/min）	流动相 A/%	流动相 B/%
0.00	0.3	90	10
3.50	0.3	10	90
5.00	0.3	10	90
6.00	0.3	90	10

8.00	0.3	90	10
------	-----	----	----

7.3.2 质谱参考条件

- a) 离子源：电喷雾离子源（ESI）。
- b) 扫描方式：正离子扫描。
- c) 检测方式：多反应监测（MRM）。
- d) 鞘气温度：350℃。
- e) 鞘气流速：11.0L/min。
- f) 脱溶剂气温度：300℃。
- g) 脱溶剂气流速：7.0L/min。
- h) 毛细管电压：3500V（正模式），4500V（负模式）。
- i) 定性离子对、定量离子对、碰撞能量等参数参见附录 B。

7.4 定性测定

经确证分析被测物质色谱峰保留时间与标准物质相一致，并且在扣除背景后的样品谱图中，所选择的离子均出现。同时所选择离子的丰度比与标准溶液中相关离子的相对丰度一致，相似度在允许偏差之内（见表 2），则可判定样品中存在对应的被测物。

表 2 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%至 50%	>10%至 20%	≤10%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

7.5 定量测定

根据试液中被测物含量情况，选定浓度相近的基质标准混合使用液，基质标准混合使用液和待测试液中被测物的响应值均应在仪器检测的线性范围内。基质标准混合使用液与试液等体积进样测定。标准溶液及试液均按 7.3.1 和 7.3.2 规定的条件进行测定，如果试液中与标准溶液相同的保留时间有峰出现，则对其进行确证。腈吡螨酯标准品的多反应监测（MRM）色谱图参见附录 C，采用基质溶液校准曲线外标法定量。

7.6 空白试验

除不加试样外，均按上述步骤进行。

8 结果计算

试样中腈吡螨酯的含量按式（1）进行计算：

$$X = \frac{C \times V \times 1000}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

- 式中：
- X ——试样中各种化合物含量，单位为微克每千克（μg/kg）；
 - C ——由标准曲线计算出的试样溶液浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
 - V ——试样的最后定容体积，单位为毫升（mL）；
 - m ——试样质量，单位为克（g）。

注：测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留三位有效数字。

9 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

10 其他

腈吡螨酯的定量限为 0.005 $\mu\text{g/kg}$ 。

附录 A
(资料性附录)

表 A.1 腈吡螨酯中文名称、英文缩写、CAS 号和化学分子式

中文通用名称	英文名称	化学分子式	CAS 号
腈吡螨酯	Cyenopyrafen	C ₂₄ H ₃₁ N ₃ O ₂	560121-52-0

附录 B
(资料性附录)

表 B.1 腈吡螨酯的质谱参数

被测物名称	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碎裂电压(v)	碰撞能量(ev)
腈吡螨酯	394.5	310*	130	25
		253.9		30

注：*为定量离子

附录 C
(资料性附录)

图 C.1 脲吡喃酯的多反应监测（MRM）典型色谱图

