



中华人民共和国国家标准

GB/T 39076—2020

纺织品 新烟碱类农药残留的测定

Textiles—Determination of neonicotinoid pesticide residues

2020-07-21 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国纺织工业联合会提出。

本标准由全国纺织品标准化技术委员会(SAC/TC 209)归口。

本标准主要起草单位：福建省纤维检验中心、中纺标检验认证股份有限公司、深圳市捷顺通检测技术有限公司、上海市质量监督检验技术研究院、晋江中纺标检测有限公司、东莞理工学院、广州检验检测认证集团有限公司。

本标准主要起草人：裴德君、陈加亮、韩玉茹、郭森、程发良、赵海浪、刘丽琴。



纺织品 新烟碱类农药残留的测定

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了采用液相色谱-串联质谱仪(LC-MS/MS)测定纺织品中 7 种新烟碱类农药残留量的方法。

本标准适用于各类纺织产品。

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 原理

试样经乙腈超声波提取,提取液经滤膜过滤后,用液相色谱-串联质谱仪(LC-MS/MS)测定和确证,外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 乙腈:色谱纯。

4.2 7 种新烟碱类农药标准品:纯度 $\geq 98\%$,见附录 A。

4.3 标准储备溶液(约 1 000 mg/L):分别准确称取适量的新烟碱类农药标准品(精确至 0.000 1 g),用乙腈(4.1)将每种物质配制成质量浓度约为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。

注:在 0℃~4℃避光保存条件下,标准储备溶液的有效期为 12 个月。

4.4 混合标准工作溶液(约 10 mg/L):准确移取适量标准储备溶液(4.3),用乙腈(4.1)配制成浓度约为 10 mg/L 的混合标准工作溶液,再根据需要配制成其他浓度的标准工作溶液。

注:在 0℃~4℃避光保存条件下,混合标准工作溶液的有效期为 3 个月。

4.5 水,符合 GB/T 6682 规定的二级水。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱-串联质谱仪(LC-MS/MS):配备电喷雾离子源(ESI)。

5.2 超声波发生器:工作频率为 40 kHz。

5.3 天平:感量分别为 0.000 1 g 与 0.01 g。

5.4 锥形瓶:具磨口塞,容量为 100 mL。

5.5 聚四氟乙烯滤膜:孔径为 0.22 μm 。

6 分析步骤

6.1 提取

取代表性样品,将其剪碎至 5 mm×5 mm 以下,混匀。称取 1.0 g(精确至 0.01 g)混匀试样,置于锥形瓶(5.4)中,准确加入 20 mL 乙腈(4.1),盖好塞子,将锥形瓶置于超声波发生器(5.2)中室温下萃取 60 min,用聚四氟乙烯滤膜(5.5)将样液过滤至样品瓶中,供 LC-MS/MS 分析用。

6.2 测定

6.2.1 液相色谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出色谱分析的普遍参数,用下列参数已被证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱:ZORBAX SB-C18,2.1 mm×150 mm,3.5 μm,或相当者;
- b) 流速:0.2 mL/min;
- c) 柱温:40 ℃;
- d) 进样量:1 μL;
- e) 流动相:A 为水,B 为乙腈;
- f) 梯度洗脱程序见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱程序

时间 min	流动相 A %	流动相 B %
0.00	85	15
1.00	85	15
7.00	60	40
7.50	10	90
8.50	10	90
9.00	85	15
10.00	85	15

6.2.2 质谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出质谱分析的普遍参数,用下列参数已被证明对测试是合适的:

- a) 离子源:电喷雾离子源(ESI);
- b) 扫描极性:正离子扫描;
- c) 扫描方式:多反应监测(MRM);
- d) 监测离子对及电压等参数参见附录 B。

6.2.3 定性测定

将标准工作溶液及样液按 6.2.1 和 6.2.2 规定的条件进行测定,如果样液的色谱峰保留时间与标准

工作溶液一致,则对其进行确证。样液定性离子对的相对丰度与标准工作溶液的相对丰度一致,相对丰度允许偏差不超过表 2 规定的范围,则可判断样品存在相应的被测物。在上述液相色谱-质谱/质谱条件下,7 种新烟碱类农药标准物质的液相色谱保留时间参见表 B.1,液相色谱图参见附录 C。

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~≤50	>10~≤20	≤10
最大允许偏差/%	±20	±25	±30	±50

6.2.4 定量测定

以目标化合物的峰面积为纵坐标,以目标化合物的浓度为横坐标作标准工作曲线,按照外标法进行定量计算。标准工作溶液和样液中目标化合物的响应值均应在仪器线性响应范围内,如果含量超过标准曲线范围,应用乙腈(4.1)稀释到适当浓度后分析。

6.2.5 空白试验

除不加试样外,均按第 6 章测定步骤进行。

7 结果计算和表示

7.1 结果计算

试样中每种新烟碱类农药含量按式(1)计算。

$$X_i = \frac{c_i \times V \times F}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X_i ——试样中新烟碱类农药 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_i ——由标准曲线求得样品中新烟碱类农药 i 的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——样液体积,单位为毫升(mL);
- F ——稀释因子;
- m ——试样质量,单位为克(g)。

7.2 结果表示

试验结果以各种新烟碱类农药的检测结果分别表示,计算结果保留到小数点后一位。低于测定低限时,试验结果为“未检出”。

8 测定低限和精密度

8.1 测定低限

测定低限为 0.2 mg/kg。

8.2 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试,在 95%置信水平下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算

术平均值的 20%。

9 试验报告

试验报告至少应给出下述内容：

- a) 样品描述；
- b) 本标准编号；
- c) 试验结果；
- d) 试验日期；
- e) 任何偏离本标准的细节。

附 录 A
(规范性附录)
7 种新烟碱类农药清单

7 种新烟碱类农药清单见表 A.1。

表 A.1 7 种新烟碱类农药清单

序号	中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	相对分子质量
1	呋虫胺	Dinotefuran	165252-70-0	$C_7H_{14}N_4O_3$	202.2
2	烯啶虫胺	Nitenpyram	150824-47-8,120738-89-8	$C_{11}H_{15}ClN_4O_2$	270.7
3	噻虫嗪	Thiamethoxam	153719-23-4	$C_8H_{10}ClN_5O_3S$	291.7
4	噻虫胺	Clothianidin	210880-92-5	$C_6H_8ClN_5O_2S$	249.7
5	吡虫啉	Imidacloprid	105827-78-9,138261-41-3	$C_9H_{10}ClN_5O_2$	255.7
6	啉虫脒	Acetamiprid	135410-20-7,160430-64-8	$C_{10}H_{11}ClN_4$	222.7
7	噻虫啉	Thiacloprid	111988-49-9	$C_{10}H_9ClN_4S$	252.7

附 录 B
(资料性附录)
质 谱 条 件

质谱条件如下：

- a) 毛细管电压:2 750 V；
- b) 干燥气温度:350 ℃；
- c) 干燥气流量:13 L/min；
- d) 雾化气:氮气,275 kPa(40 psi)；
- e) 碰撞气:高纯氮气；
- f) 多反应监测条件见表 B.1。

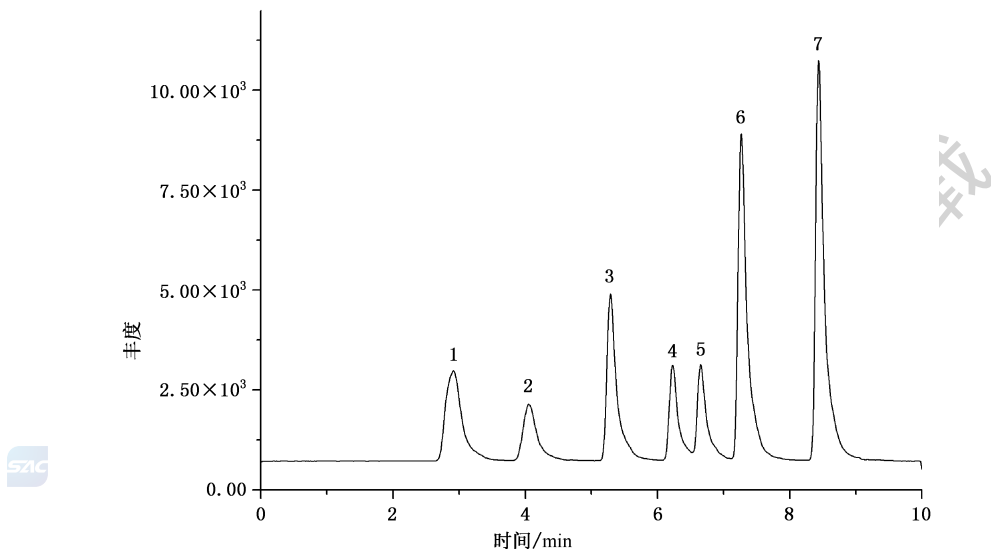
表 B.1 7 种新烟碱类农药的多反应监测条件

序号	名称	保留时间 min	母离子 m/z	子离子 m/z	碎裂电压 V	碰撞能量 eV
1	呋虫胺	2.98	203.1	129 *	60	9
				113		5
2	烯啶虫胺	4.07	271.1	56 *	100	41
				225		5
3	噻虫嗪	5.36	292	211 *	80	9
				181		21
4	噻虫胺	6.27	250	169 *	60	9
				132		9
5	吡虫啉	6.70	256	209 *	80	13
				175		17
6	啶虫脒	7.30	223.1	126 *	120	25
				56		13
7	噻虫啉	8.46	253	126 *	120	25
				90		45
注：加“*”的离子用于定量。						

附 录 C
(资料性附录)

7 种新烟碱类农药混标溶液的液相色谱-串联质谱总离子流图

7 种新烟碱类农药混标溶液的液相色谱-串联质谱总离子流图见图 C.1。



说明：

- 1——呋虫胺；
- 2——烯啶虫胺；
- 3——噻虫嗪；
- 4——噻虫胺；

- 5——吡虫啉；
| 6 | 啶虫脒； |
| 7 | 噻虫啉。 |

图 C.1 7 种新烟碱类农药混标溶液的液相色谱-串联质谱总离子流图