

水质 新烟碱类农药的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法

Water quality—Determination of neonicotinoids—Liquid chromatography—quadrupole mass spectrometry

2024 - 09 - 23 发布

2024 - 11 - 01 实施

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法原理	1
4 干扰和消除	1
5 试剂和材料	2
6 仪器和设备	2
7 样品	3
8 分析步骤	3
9 结果计算与表示	5
10 精密度和正确度	5
11 质量保证和质量控制	9
12 废物处理	9
附录 A（规范性） 方法的检出限和测定下限	10
附录 B（规范性） 目标化合物、内标物定性、定量离子	11
附录 C（资料性） 方法的精密度和正确度	13

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。

本文件由海南省生态环境厅提出。

本文件由海南省生态环境厅归口。

本文件起草单位：海南省生态环境监测中心

本文件主要起草人：吴艳、何书海、熊曾恒、张鸣珊、黄丹瑜、颜为军、刘建卓、陈表娟、杨岳。

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。

水质 新烟碱类农药的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法

警告：实验中使用的标准物质具有较高的毒性或致癌性，试剂配制和样品前处理过程中应在通风橱内进行；操作时应按要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 范围

本文件规定了测定水质中 8 种新烟碱类农药的液相色谱-三重四极杆质谱法。其他新烟碱类农药经过方法确认，各项性能指标符合要求，也可采用本方法进行测定。

本文件适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中的吡虫啉、噻虫啉、啉虫脒、噻虫嗪、噻虫胺、吡虫啉、烯啶虫胺和氯噻啉共 8 种新烟碱类农药的测定。

直接进样法：进样体积为 20 μl 时，8 种新烟碱类农药的方法检出限为 2.7 ng/L~4.6 ng/L，测定下限为 10.8 ng/L~18.4 ng/L，详见附录 A。

固相萃取法：当取样体积为 500 ml，浓缩体积为 5.0 ml，进样体积为 20 μl 时，8 种新烟碱类农药的方法检出限均为 0.2 ng/L，测定下限均为 0.8 ng/L。详见附录 A。

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 17378.3 海洋监测规范 第 3 部分：样品采集、贮存与运输

HJ 91.1 污水监测技术规范

HJ 25.2 建设用地土壤污染风险管控和修复监测技术导则

HJ 91.2 地表水环境质量监测技术规范

HJ 164 地下水环境监测技术规范

HJ 442.3 近岸海域环境监测技术规范 第三部分 近岸海域水质监测

3 方法原理

样品过滤后直接进样或经固相萃取柱富集和净化后进样，用液相色谱-三重四极杆质谱分离检测。根据保留时间和特征离子定性，内标法定量。

4 干扰和消除

4.1 当样品存在基质干扰时，可通过优化色谱条件、稀释样品、减少进样体积以及对样品预处理等方式降低或消除。采用固相萃取法时，还可以通过减少取样体积或增加试样的稀释倍数降低基质干扰。

4.2 当样品中存在同分异构体干扰测定时，可通过改变色谱条件提高分离度或选择不同的二级质谱子离子消除干扰。

5 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂,实验用水为新制备的不含目标物的纯水。

- 5.1 甲醇 (CH₃OH) : 色谱纯。
- 5.2 乙腈 (CH₃CN) : 色谱纯。
- 5.3 甲酸 (HCOOH) : 色谱纯。
- 5.4 甲酸铵 (HCOONH₄) : 色谱纯。
- 5.5 氨水: ρ (NH₃H₂O) = 0.91 g/ml, 优级纯。
- 5.6 甲醇溶液: ρ = 5%。
用甲醇 (5.1) 和水按 5:95 的体积比混合。
- 5.7 甲醇溶液: ρ = 10%。
用甲醇 (5.1) 和水按 1:9 的体积比混合。
- 5.8 甲酸-甲酸铵溶液。
称取 0.0315 g 甲酸铵 (5.4) 溶于少量水中, 加入 250 μ l 甲酸 (5.3), 加水定容至 500 ml, 混匀。
- 5.9 新烟碱类农药标准贮备液: ρ = 100 mg/L。
可直接购买有证标准溶液, 目标化合物包括呋虫胺、噻虫啉、啉虫脒、噻虫嗪、噻虫胺、吡虫啉、烯啶虫胺和氯噻啉, 溶剂为甲醇。贮备液参照产品说明书保存。
- 5.10 新烟碱类农药标准中间液: ρ = 20.0 mg/L。
移取适量呋虫胺、噻虫啉、啉虫脒、噻虫嗪、噻虫胺、吡虫啉、烯啶虫胺和氯噻啉标准贮备液 (5.9), 用甲醇 (5.1) 稀释, 4℃ 以下冷藏、避光保存, 可保存 3 个月。
- 5.11 新烟碱类农药标准使用液: ρ = 1.0 mg/L。
移取适量呋虫胺、噻虫啉、啉虫脒、噻虫嗪、噻虫胺、吡虫啉、烯啶虫胺和氯噻啉标准中间液 (5.10), 用甲醇溶液 (5.7) 稀释, 4℃ 以下冷藏、避光保存, 可保存 1 个月。
- 5.12 内标贮备液: ρ = 100 mg/L。
可直接购买有证标准溶液, 目标化合物包括呋虫胺-*d*₃、噻虫啉-*d*₄、啉虫脒-*d*₃、噻虫嗪-*d*₃、噻虫胺-*d*₃、吡虫啉-*d*₄、烯啶虫胺-*d*₃ 和氯噻啉-*d*₄, 溶剂为甲醇。贮备液参照产品说明书保存。
- 5.13 内标使用液 I: ρ = 0.02 mg/L。
移取呋虫胺-*d*₃、噻虫啉-*d*₄、啉虫脒-*d*₃、噻虫嗪-*d*₃、噻虫胺-*d*₃、吡虫啉-*d*₄、烯啶虫胺-*d*₃ 和氯噻啉-*d*₄ 混合内标贮备液 (5.12), 用甲醇 (5.1) 稀释, 临用现配。
- 5.14 内标使用液 II: ρ = 0.100 mg/L。
移取呋虫胺-*d*₃、噻虫啉-*d*₄、啉虫脒-*d*₃、噻虫嗪-*d*₃、噻虫胺-*d*₃、吡虫啉-*d*₄、烯啶虫胺-*d*₃ 和氯噻啉-*d*₄ 混合内标贮备液 (5.12), 用甲醇 (5.1) 稀释, 临用现配。
- 5.15 固相萃取柱: 填料为亲脂性二乙烯苯和亲水性 N-乙基吡咯烷酮共聚物或等效萃取柱。
- 5.16 针式过滤器: 滤膜 0.22 μ m 聚四氟乙烯或其他等效材质。
- 5.17 氮气: 纯度 \geq 99.99%。

6 仪器和设备

- 6.1 液相色谱-三重四极杆质谱仪: 配有电喷雾离子化源 (ESI), 具备流动相梯度洗脱和多反应监测功能。
- 6.2 色谱柱: 填料径为 1.7 μ m, 柱长 50 mm, 内径 2.1 mm 的 C₁₈ 反相液相色谱柱或其他性能相近的色谱柱。
- 6.3 固相萃取装置: 自动或手动, 流速可调节。

- 6.4 浓缩装置：旋转蒸发仪或其他性能相当的设备。
- 6.5 棕色采样瓶：500 ml 或 1000 ml 带聚四氟乙烯衬垫的螺旋盖玻璃瓶或具塞磨口瓶。
- 6.6 棕色进样瓶：2.0 ml 带聚四氟乙烯衬垫的螺旋盖玻璃瓶。
- 6.7 微量注射器：10 μl 、50 μl 、100 μl 、500 μl 和 1000 μl 。
- 6.8 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品采集和保存

按照GB 17378.3、HJ 91.1、HJ 91.2、HJ 164和HJ 442.3的相关规定采集与运输水样。

用棕色采样瓶（6.5）采集样品，样品满瓶采集。如果采集的样品pH不在6~8之间，用甲酸（5.3）或氨水（5.5）调节pH至6~8，4℃冷藏避光运输和保存，5 d内完成样品分析。

7.2 试样的制备

7.2.1 直接进样法

准确移取4.5 ml的样品（取样时摇匀）与0.5 ml甲醇（5.1）充分混匀后，经0.22 μm 滤膜（5.16）过滤，弃去至少2 ml初滤液后，移取1.0 ml过滤后的样品于棕色进样瓶（6.6）中，加入10.0 μl 内标使用液（5.13），混匀待测。

注1：含高盐、基质复杂或含有色素的样品均不适用于直接进样法，易造成仪器污染。

7.2.2 固相萃取法

依次用5 ml甲醇（5.1）和10 ml水活化固相萃取柱（5.15），在活化过程中应确保小柱中填料表面不露出液面。量取500 ml水样，以小于10 ml/min的流速通过固相萃取柱。依次使用15 ml实验用水和20 ml甲醇水溶液（5.6）淋洗小柱，弃去淋洗液，之后用氮气（5.17）吹干小柱。依次使用4 ml甲醇（5.1）和4 ml乙腈（5.2）以约3 ml/min的流速洗脱，收集洗脱液。洗脱液经浓缩装置（6.4）浓缩至0.5 ml，用实验用水定容至5.0 ml。经滤膜（5.16）过滤后，取1.0 ml滤液于棕色进样瓶（6.6）中，加入10.0 μl 内标使用液（5.14），混匀待测。

注2：若样品浓度较高，可将样品稀释后再进行固相萃取制备。

7.2.3 空白试样的制备

用实验用水代替样品，按照与试样制备（7.2）的相同步骤进行实验室空白试样的制备。

8 分析步骤

8.1 仪器参考条件

8.1.1 液相色谱参考条件

流动相A：甲酸-甲酸铵溶液（5.8），流动相B：乙腈（5.2），梯度洗脱程序见表1；流速：0.35 ml/min；柱温：40℃；进样体积：20 μl 。

表1 梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	95	5
0.5	95	5
3.5	5	95
6.0	5	95
6.1	95	5
8.0	95	5

8.1.2 质谱参考条件

离子源：电喷雾离子源（ESI），正离子模式。离子源电压：4500V；离子源温度：600℃；喷雾气压力（GS₁）：60 psi；加热辅助气压力（GS₂）：60 psi；气帘气压力：30 psi。

监测方式：多反应监测（MRM）；具体条件见表B.1。

8.1.3 仪器调谐

不同厂家的仪器调谐参数存在一定差异，应按照仪器使用说明书在规定时间和频次内对质谱仪进行仪器质量数和分辨率的校正，以确保仪器处于最佳测试状态。

8.2 校准

8.2.1 标准曲线的建立

移取适量的8种新烟碱类农药混合标准使用液（5.11），逐级稀释，配制至少5个浓度点的标准系列，直接进样标准溶液质量浓度为20.0 ng/L、50.0 ng/L、100 ng/L、200 ng/L、500 ng/L和1000 ng/L（此为参考浓度），移取1.0 ml配制好的标准系列溶液于棕色进样瓶（6.6）中，加入10.0 μl内标使用液（5.13）。固相萃取标准溶液质量浓度为100 ng/L、500 ng/L、1000 ng/L、2000 ng/L、3000 ng/L、5000 ng/L（此为参考浓度）。移取1.0 ml配制好的标准系列溶液于棕色进样瓶（6.6）中，加入10.0 μl内标使用液（5.14）。

按照仪器参考条件（8.1），由低浓度到高浓度依次对标准系列溶液进行测定。以标准系列溶液中目标化合物的质量浓度（ng/L）为横坐标，以其对应的峰面积（或峰高）与内标物峰面积（或峰高）的比值和内标物浓度的乘积为纵坐标，建立标准曲线。

注3：为保证定量统一，标准曲线稀释时所使用的溶剂应与制备的试样一致。

8.2.2 标准参考谱图

在本标准的仪器参考条件（8.1）下，目标化合物（200 ng/L）的总离子流图见图1。

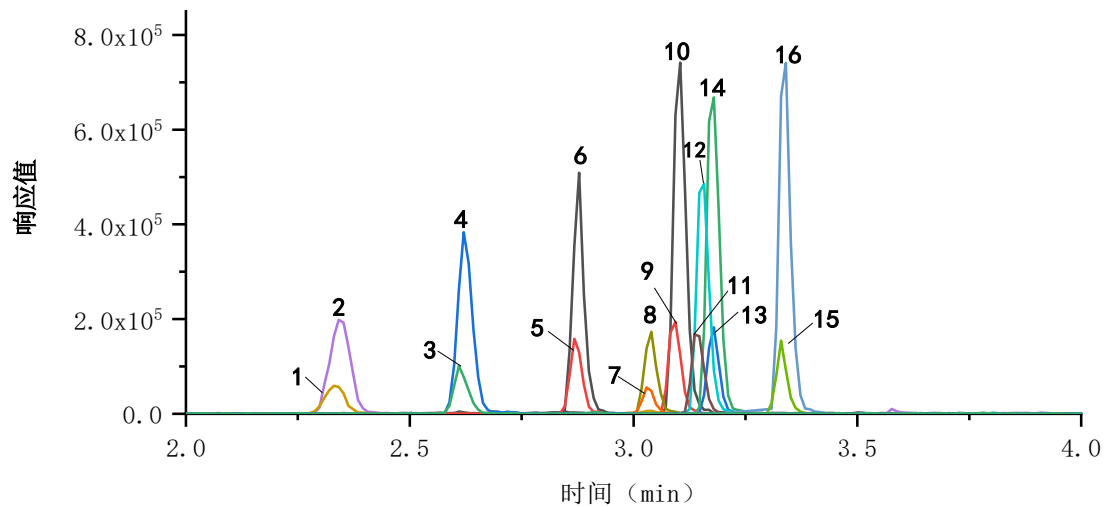


图1 8种新烟碱类农药和8种内标物的总离子色谱图

1-呋虫胺- d_3 (内标); 2-呋虫胺; 3-烯啶虫胺- d_3 (内标); 4-烯啶虫胺; 5-噻虫嗪- d_3 (内标); 6-噻虫嗪; 7-噻虫胺- d_3 (内标); 8-噻虫胺; 9-吡虫啉- d_4 (内标); 10-吡虫啉; 11-氯噻啉- d_4 (内标); 12-氯噻啉; 13-啶虫脒- d_3 (内标); 14-啶虫脒; 15-噻虫啉- d_4 (内标); 16-噻虫啉

9 结果计算与表示

9.1 定性分析

每个目标化合物选择1个母离子和2个离子进行定性分析。在相同的实验条件下,试样中目标化合物的保留时间与标准样品中该化合物的保留时间比较,相对偏差的绝对值应小于2.5%;样品谱图中各目标化合物定性离子的相对离子丰度(K_{sam})与浓度接近的标准溶液中对应的定性离子/定量离子相对丰度(K_{std})进行比较,偏差不超过表2规定的范围,则可判定样品中存在对应的目标化合物。定性离子的相对离子丰度分别按照式(1)、式(2)计算:

$$K_{sam} = \frac{A_2}{A_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中: K_{sam} ——样品中某组分定性离子/定量离子的相对丰度, %;

A_2 ——样品中某组分定性离子的峰面积(或峰高);

A_1 ——样品中某组分定量离子的峰面积(或峰高)。

$$K_{std} = \frac{A_{std2}}{A_{std1}} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

K_{std} ——标准溶液中某组分定性离子/定量离子的相对丰度, %;

A_{std2} ——标准溶液中某组分定性离子的峰面积(或峰高);

A_{std} ——标准溶液中某组分定量离子的峰面积（或峰高）。

表2 定性确认时相对离子丰度的最大允许偏差

标准样品中某组分定性离子的相对离子丰度 (K_{std})	$K_{std} > 50$	$20 < K_{std} \leq 50$	$10 < K_{std} \leq 20$	$K_{std} \leq 10$
样品中某组分定性离子的相对离子丰度 (K_{sam}) 允许的最大偏差	± 20	± 25	± 30	± 50

9.2 定量分析

在对目标物定性判断的基础上，根据定量离子的峰面积，采用内标法进行定量。当样品中目标化合物的定量离子有干扰时，可使用辅助离子定量。

9.2.1 平均相对响应因子的计算

按公式（3）、公式（4）计算标准系列目标化合物定量离子的相对响应因子及平均相对响应因子，并计算相对响应因子的相对标准偏差。

相对响应因子 (RRF_i) 按公式（3）计算。

$$RRF_i = \frac{A_s \rho_{is}}{A_{is} \rho_s} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

RRF_i ——相对响应因子；

A_s ——标准溶液中目标化合物的定量离子峰面积；

ρ_{is} ——内标的质量浓度，ng/L；

A_{is} ——内标定量离子的峰面积；

ρ_s ——标准溶液中目标化合物的质量浓度，ng/L。

$$\overline{RRF} = \frac{\sum_{i=1}^n RRF_i}{n} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

\overline{RRF} ——平均相对响应因子；

RRF_i ——相对响应因子；

n ——标准系列点数。

9.2.2 定量计算

9.2.2.1 用平均相对响应因子法计算

当目标物采用平均相对响应因子法进行计算时，试样中目标物的质量浓度 ρ 按照公式（5）进行计算。

$$\rho = \frac{A_{ex} \times \rho_{IS} \times V_2}{A_{IS} \times \overline{RRF} \times V_1} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- ρ ——样品中目标物化合物的浓度，ng/L；
- A_{ex} ——目标物定量离子的峰面积；
- ρ_{IS} ——内标物的浓度，ng/L；
- V_2 ——试样体积，ml；
- A_{IS} ——与目标物相对应内标定量离子的峰面积；
- \overline{RRF} ——目标物的平均相对响应因子；
- V_1 ——样品体积，L。

9.2.2.2 用标准曲线法计算

当目标物采用标准曲线法进行计算时，从标准曲线上查到试样中目标物浓度 ρ_i ，样品中目标物的质量浓度 ρ (ng/L) 按照公式 (6) 进行计算。

$$\rho = \frac{\rho_i \times v}{v_s} \times D \dots\dots\dots (6)$$

式中：

- ρ ——样品中目标化合物的浓度，ng/L；
- ρ_i ——根据标准曲线查得目标化合物的浓度，ng/L；
- v ——定容体积，ml；
- v_s ——试样体积，ml；
- D ——样品稀释倍数。

9.3 结果表示

测定结果小数位数与方法检出限保持一致，最多保留三位有效数字。

10 精密度和正确度

10.1 精密度

10.1.1 直接进样法

六家实验室分别对新烟碱类农药含量为50.0 ng/L、200 ng/L和900 ng/L的空白加标样品进行6次重复测定。实验室内相对标准偏差范围分别为2.1%~11.2%、2.2%~11.3%和2.3%~9.3%；实验室间相对标准偏差分别为1.1%~3.7%、1.1%~3.7%和0.5%~2.3%；重复性限分别为6.3~9.7 ng/L、25.2~39.0 ng/L和91.0~169 ng/L；再现性限分别为6.5~9.7 ng/L、26.1~39.0 ng/L和91.0~169 ng/L。

六家实验室分别对新烟碱类农药含量为50.0 ng/L、200 ng/L和900 ng/L的地下水加标样品进行6次重复测定。实验室内相对标准偏差范围分别为1.7%~9.8%、2.1%~8.3%和2.1%~10.2%；实验室间相对标准偏差分别为0.7%~2.8%、0.8%~1.6%和0.7%~2.4%；重复性限分别为5.9~9.8 ng/L、24.2~33.6 ng/L和72.9~183 ng/L；再现性限分别为5.9~9.8 ng/L、24.2~33.6 ng/L和84.5~195 ng/L。

六家实验室分别对新烟碱类农药含量为50.0 ng/L、200 ng/L和900 ng/L的地表水加标样品进行6次重复测定。实验室内相对标准偏差范围分别为3.8%~11.0%、2.7%~9.4%和2.7%~9.1%；实验室间相对标准偏差分别为0.6%~2.4%、0.6%~2.0%和0.6%~1.9%；重复性限分别为6.6~11.5 ng/L、24.9~40.6 ng/L和112~168 ng/L；再现性限分别为6.63~11.5 ng/L、24.9~40.6 ng/L和112~170 ng/L。

10.1.2 固相萃取法

六家实验室分别对新烟碱类农药含量为1.0 ng/L、10.0 ng/L和45.0 ng/L的空白加标样品进行6次重复测定。实验室内相对标准偏差范围分别为2.8%~9.1%、1.7%~10.6%和3.4%~9.8%；实验室间相对标准偏差分别为0.6%~2.0%、0.6%~3.1%和0.5%~6.4%；重复性限分别为0.1~0.2 ng/L、1.1~1.7 ng/L和5.2~8.6 ng/L。

六家实验室分别对新烟碱类农药含量为1.0 ng/L、10.0 ng/L和45.0 ng/L的海水加标样品进行6次重复测定。实验室内相对标准偏差范围分别为3.0%~11.0%、2.4%~15.5%和2.4%~14.3%；实验室间相对标准偏差分别为0.6%~2.3%、0.6%~3.4%和1.0%~4.1%；重复性限分别为0.13~0.21 ng/L、1.17~2.3 ng/L和5.4~10.3 ng/L；再现性限分别为0.1~0.2 ng/L、1.1~2.3 ng/L和5.7~10.3 ng/L。

六家实验室分别对新烟碱类农药含量为1.0 ng/L、10.0 ng/L的地表水加标样品进行6次重复测定。实验室内相对标准偏差范围分别为1.0%~11.8%和2.1%~12.5%；实验室间相对标准偏差分别为0.3%~2.2%、0.6%~2.5%；重复性限分别为0.1~0.2 ng/L和1.4~2.2 ng/L；再现性限分别为0.1~0.7 ng/L和1.5~2.2 ng/L。

六家实验室分别对新烟碱类农药含量为1.0 ng/L、10.0 ng/L的生活污水加标样品进行6次重复测定。实验室内相对标准偏差范围分别为0.4%~12.7%和2.6%~12.7%；实验室间相对标准偏差分别为0.5%~2.0%、0.7%~2.7%；重复性限分别为0.1~0.2 ng/L和1.6~2.2 ng/L；再现性限分别为0.1~0.3 ng/L和1.6~2.2 ng/L。

六家实验室分别对新烟碱类农药含量为45.0 ng/L的工业废水加标样品进行6次重复测定。实验室内相对标准偏差范围分别为2.7%~12.1%；实验室间相对标准偏差分别为0.7%~2.5%；重复性限分别为7.8~11.0 ng/L；再现性限分别为9.3~12.2 ng/L。

10.2 正确度

10.2.1 直接进样法

六家实验室分别对新烟碱类农药加标含量为50.0 ng/L、200 ng/L和900 ng/L的实验空白用水加标样品进行了6次重复测定。加标回收率范围分别为：83.8%~101%、83.8%~101%、89.0%~96.9%，加标回收率最终值分别为：85.8%±3.2%~97.8%±3.2%、85.0%±3.0%~96.3%±4.4%、94.3%±3.0%~92.4%±4.4%。

六家实验室分别对新烟碱类农药加标含量为50.0 ng/L、200 ng/L和900 ng/L的地下水加标样品进行了6次重复测定。加标回收率范围分别为：90.1%~104%、92.6%~104%、86.1%~105%，加标回收率最终值分别为：94.8±6.4%~101±4.4%、95.0±3.4%~102±4.6%、89.6±5.4%~97.4±7.8%。

六家实验室分别对新烟碱类农药加标含量为50.0 ng/L、200 ng/L和900 ng/L的地表水加标样品进行了6次重复测定。加标回收率范围分别为：90.9%~106%、89.5%~104%、89.5%~104%，加标回收率最终值分别为：93.0±2.8%~100±5.4%、92.9±3.8%~103±1.6%、93.1±4.2%~101±5.2%。

10.2.2 固相萃取法

六家实验室分别对新烟碱类农药加标含量为1.0 ng/L、10.0 ng/L和45.0 ng/L的实验空白用水加标

样品进行了6次重复测定。加标回收率范围分别为：81.3%~92.0%、82.9%~92.0%、86.7%~97.2%，加标回收率最终值分别为：84.0±3.25%~89.4±3.8%、86.4±6.0%~89.4±3.8%、90.3±3.8%~93.2±4.2%。

六家实验室分别对新烟碱类农药加标含量为1.0 ng/L、10.0 ng/L和45.0 ng/L的海水加标样品进行了6次重复测定。加标回收率范围分别为：79.4%~90.7%、80.7%~90.1%、85.2%~97.3%，加标回收率最终值分别为：82.0±3.2%~87.3±4.6%、84.4±6.0%~86.3±4.6%、88.0±3.8%~92.4±4.4%。

六家实验室分别对新烟碱类农药加标含量为1.0 ng/L、10.0 ng/L的地表水、生活污水加标样品进行了6次重复测定。地表水加标回收率范围分别为：84.6%~98.1%、81.0%~91.8%，加标回收率最终值分别为：88.3±6.2%~97.6±0.6%、84.0±4.4%~90.5±2.4%；生活污水加标回收率范围分别为：81.0%~97.6%、83.8%~95.3%，加标回收率最终值分别为：84.8±5.4%~97.4±0.6%、88.8±5.2%~93.3±3.4%；

六家实验室分别对新烟碱类农药加标含量为45.0 ng/L的工业废水加标样品进行了6次重复测定。加标回收率范围分别为：87.8%~97.4%，加标回收率最终值分别为：91.9±6.8%~95.2±2.8%。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每20个样品或每批次（≤20个样品/批）至少测定一个实验室空白，其测定结果应低于方法检出限。

11.2 校准

每批样品应建立校准曲线，相关系数应≥0.995。

每20个样品或每批（≤20个样品/批）应测定一个标准曲线中间点浓度的标准溶液，其测定结果与该点浓度的相对误差应在±20%之内。

11.3 平行样

每20个样品或每次（≤20个样品/批）至少测定一个平行样，平行样的相对偏差应≤30%。

11.4 基体加标

每20个样品或每次（≤20个样品/批）至少测定一个基体加标样，直接进样法基体加标回收率应在80%~120%之间，固相萃取法基体加标回收率应在70%~130%之间。

12 废物处理

实验中产生的所有废液和废物应分类收集，置于密闭容器中集中保管，粘贴明显标识，委托具有资质的单位处置。

附 录 A
(规范性)
方法的检出限和测定下限

表 A.1 给出了本方法中目标化合物的方法检出限和测定下限，固相萃取法以取样体积为 500ml（富集 100 倍）时计。

A. 1 方法的检出限和测定下限

序号	化合物名称	英文名称	CAS 编号	直接进样法		固相萃取法	
				检出限 (ng/L)	测定下限 (ng/L)	检出限 (ng/L)	测定下限 (ng/L)
1	吡虫啉	Imidacloprid	105827-78-9	2.7	10.8	0.2	0.8
2	呋虫胺	Dinotefuran	165252-70-0	3.8	15.2	0.2	0.8
3	啶虫脒	Acetamiprid	135410-20-7	3.9	15.6	0.2	0.8
4	烯啶虫胺	Nitenpyram	150824-47-8	2.8	11.2	0.2	0.8
5	氯噻啉	Imidaclothiz	105843-36-5	4.1	16.4	0.2	0.8
6	噻虫啉	Thiacloprid	111988-49-9	4.2	16.8	0.2	0.8
7	噻虫嗪	Thiamethoxam	153719-23-4	4.6	18.4	0.2	0.8
8	噻虫胺	Clothianidin	210880-92-5	3.6	14.4	0.2	0.8

附录 B

(规范性)

目标化合物、内标物定性、定量离子

表 B.1 目标物化合物的多反应监测条件

目标物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	锥孔电压/V	碰撞能量/V	定量内标
呋虫胺	203.1	129.1*	60	17	呋虫胺- d_3
		157.1		11	
噻虫啉	253	186*	81	20	噻虫啉- d_4
		126		28	
啶虫脒	223.5	126*	90	27	啶虫脒- d_3
		90		48	
噻虫嗪	292	211.1*	66	19	噻虫嗪- d_3
		181.1		34	
噻虫胺	250	169.1*	68	24	噻虫胺- d_3
		132		27	
吡虫啉	256	209.1*	80	25	吡虫啉- d_4
		175.1		28	
烯啶虫胺	271	225*	70	23	烯啶虫胺- d_3
		237		16	
氯噻啉	261.9	181*	75	23	氯噻啉- d_4
		122		39	
呋虫胺- d_3	206.1	132.1*	20	19	/
		160.1		12	
噻虫啉- d_4	257.1	190.1*	35	21	/
		126.1		35	
啶虫脒- d_3	226.2	126.1*	45	30	/
		59.1		35	
噻虫嗪- d_3	295.1	214.2*	35	15	/
		184.1		26	
噻虫胺- d_3	253.1	172.1*	35	17	/
		132		20	

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/575121300323011323>