

ICS 67.050
B20

团体标准

T/ NAIA XXX—2025

葡萄酒中三氟乙酸的测定 高效液相色谱-串联质谱法

Simultaneous Determination of Trifluoroacetic acid (TFA) Residues in Wine
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））、宁夏工商职业技术大学、宁夏医科大学、宁夏大学、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：

葡萄酒中三氟乙酸的测定 高效液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了葡萄酒中三氟乙酸的高效液相色谱-串联质谱检测方法。
本文件适用葡萄酒中三氟乙酸的测定和确证。

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

试样经 WAX 固相萃取小柱浓缩富集、洗脱、氮吹定容后经反相色谱柱分离，以保留时间定性，供高效液相色谱-串联质谱仪测定和确证，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 甲醇：色谱纯。

5.1.2 乙腈：色谱纯。

5.1.3 乙酸：优级纯。

5.1.4 氨水：优级纯。

5.1.5 0.2% 氨水甲醇溶液：取 0.2mL 氨水用甲醇定容至 100mL 容量瓶中，混匀。

5.1.6 0.5% 乙酸水：取 5mL 乙酸用水定容至 1000mL 容量瓶中，混匀。

5.2 标准品

5.2.1 标准品：三氟乙酸（TFA，CAS 号 76-05-1）

5.2.2 标准储备液（10.0 μ g/mL）：准确移取三氟乙酸标准溶液适量，用甲醇溶解并定容，配制成 10.0 μ g/mL 的标准储备溶液，于-20℃避光贮存。

5.2.3 标准工作溶液：准确吸取不同体积三氟乙酸标准储备液，用空白葡萄酒基质定容至 1.0 mL，配制成三氟乙酸的浓度分别为 1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0 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 涡旋混合器。
- 6.3 氮吹仪。
- 6.4 WAX 固相萃取柱（200mg/6mL）：使用前分别用 6mL 0.1 氨水甲醇、6mL 甲醇、6mL 水活化。

7 分析步骤

7.1 试液的提取

准确移取 5mL 混匀的葡萄酒样品于经活化的 WAX 固相萃取柱中，依次用 5mL 水、5mL 甲醇进行淋洗，用 5mL 氨水甲醇（5.1.4）溶液进行洗脱，收集全部洗脱液于 45℃氮气保护下吹干，依次用 500μL 甲醇和 500μL 水分别溶解残渣，经 0.22μm 有机滤膜过滤后，高效液相色谱-串联质谱（HPLC-MS/MS）进行分析。

7.2 仪器参考条件

7.2.1 液相色谱参考条件

- 7.2.1.1 色谱柱：C18，2.1×100mm，粒径 1.7μm 或性能相当。
- 7.2.1.2 柱温：40℃。
- 7.2.1.3 流动相：A：水（含 0.5%乙酸），B：乙腈；梯度洗脱见表 1。
- 7.2.1.4 流速：0.2mL/min。
- 7.2.1.5 进样量：5μL。

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	0.20	95	5
1.00	0.20	95	5
5.00	0.20	65	35
6.00	0.20	5	95
7.00	0.20	5	95
7.50	0.20	95	5
10.00	0.20	95	5

7.2.2 质谱参考条件

- 7.2.2.1 离子源：电喷雾离子源（AJS ESI）。
- 7.2.2.2 扫描方式：负离子扫描。
- 7.2.2.3 检测方式：多反应监测（MRM）。
- 7.2.2.4 干燥气温度：250℃。
- 7.2.2.5 干燥气流速：7L/min。
- 7.2.2.6 喷嘴电压：30Psi。
- 7.2.2.7 定性离子对、定量离子对、碰撞能量等参数见表 2。

表 2 三氟乙酸的质谱参数

被测物名称	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碎裂电压/V	碰撞电压/eV
三氟乙酸（TFA）	113	69	60	10

7.3 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使用液，基质标准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。基质标准使用液与试液等体积进样测定。标准溶液及试液均按 7.2.1 和 7.2.2 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。三氟乙酸标准品的多反应监测（MRM）色谱图参见附录 A，采用基质溶液校准曲线外标法定量。

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 3），则可判定样品中存在对应的被测物。

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

7.5 空白试验

除不加试样外，均按上述步骤进行。

8 分析结果的表述

试样中三氟乙酸的含量按式（1）进行计算：

$$X = \frac{c \times V \times 1000}{m \times 1000}$$

(1)

式中：

- X ——试样中各种化合物含量，单位为微克每千克（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- 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 ——试样体积，单位为毫升（ mL ）。

注：测定结果用平行测定的算数平均值表示，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

当取样量为 5mL, 浓缩定容体积为 1mL 时, 三氟乙酸的定量限为 1.0 μ g/L, 检出限为 0.5 μ g/L。

附录 A
(资料性附录)

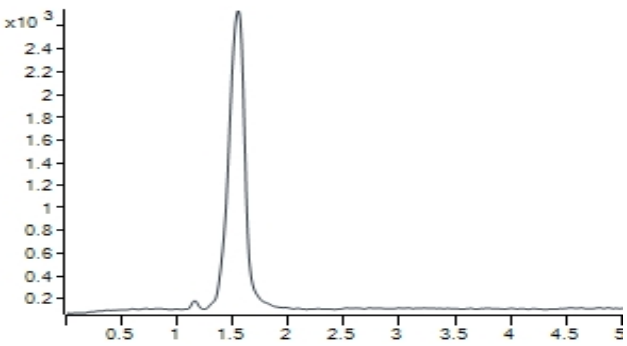


图 A.1 三氟乙酸的多反应监测总离子流图 (TIC)

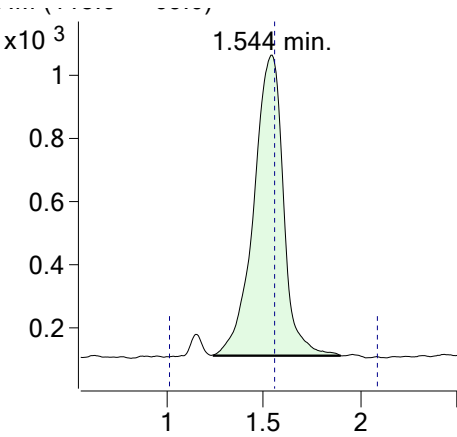


图 A.2 三氟乙酸的多反应监测(MRM)色谱图