



中华人民共和国国家标准

GB/T 19649—2005

粮谷中 405 种农药多残留测定方法 气相色谱-质谱和液相色谱-串联质谱法

Method for determination of 405 pesticides residues in grains—
GC-MS and LC-MS-MS method

2005-02-04 发布

2005-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试剂和材料	1
5 仪器	2
6 试样制备与保存	2
7 测定步骤	2
8 结果计算	4
9 精密度	5
附录 A(资料性附录) 405 种农药中英文名称、方法检出限、分组、溶剂选择和混合标准溶液浓度表	6
附录 B(资料性附录) GC-MS 测定的 362 种农药和内标化合物的保留时间、定量离子、定性离子及定量离子与定性离子的丰度比值	19
附录 C(资料性附录) GC-MS 测定的 A、B、C、D 四组农药选择离子监测分组表	30
附录 D(资料性附录) 标准物质在小麦基质中选择离子监测 GC-MS 图	34
附录 E(资料性附录) LC-MS-MS 测定的 E 组农药监测离子对、碰撞能量、去簇电压和保留时间	38
附录 F(资料性附录) 标准物质 LC-MS-MS 总离子流图	40
附录 G(资料性附录) 405 种农药精密度数据表	41
附录 H(资料性附录) 405 种农药英文中文名称对照索引	53

前 言

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F、附录 G、附录 H 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局提出。

本标准由中华人民共和国河北出入境检验检疫局归口。

本标准起草单位：中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：庞国芳、刘永明、范春林、张进杰、曹彦忠、李学民、吴艳萍、郭彤彤。

本标准系首次发布的国家标准。

粮谷中 405 种农药多残留测定方法

气相色谱-质谱和液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了粮谷中 405 种农药(参见附录 A)残留量气相色谱-质谱和液相色谱-串联质谱的测定方法。

本标准适用于大米、小米、黑米、玉米、大麦、小麦、燕麦等粮谷中 405 种农药残留量的测定。

本标准的方法检出限为 0.000 2 mg/kg~0.300 0 mg/kg(参见附录 A)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 5491—1985 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB/T 6379 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性 (GB/T 6379—1986, neq ISO 5725:1981)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法 (GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 原理

试样采用加速溶剂萃取仪用乙腈提取,提取液经固相萃取柱净化后,用乙腈+甲苯(3+1)洗脱农药,根据不同检测要求用气相色谱-质谱仪和液相色谱-串联质谱仪检测。

4 试剂和材料

除另有说明外,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 乙腈:色谱纯。
- 4.2 硅藻土:优级纯。
- 4.3 无水硫酸钠:分析纯。用前在 650℃灼烧 4 h,贮于干燥器中,冷却后备用。
- 4.4 甲苯:优级纯。
- 4.5 丙酮:分析纯,重蒸馏。
- 4.6 二氯甲烷:色谱纯。
- 4.7 甲醇:色谱纯。
- 4.8 Envi-18 柱¹⁾:12 mL,2 g 或相当者。
- 4.9 Sep-Pak Alumina N 柱²⁾:12 mL,2 g 或相当者。
- 4.10 Envi-Carb 柱¹⁾:6 mL,0.5 g 或相当者。
- 4.11 Sep-Pak NH₂ 柱²⁾:3 mL,0.5 g 或相当者。

1) Envi-18 柱和 Envi-Carb 是由 SUPELCO 公司提供的产品的商品名。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他产品能有相同的效果,则可使用这些等效的产品。

2) Sep-Pak Alumina N 柱和 Sep-Pak NH₂ 柱是由 Waters 公司提供的产品的商品名。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他产品能有相同的效果,则可使用这些等效的产品。