



中华人民共和国国家标准

GB/T 20771—2008
部分代替 GB/T 20771—2006

蜂蜜中 486 种农药及相关化学品 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of 486 pesticides and related chemicals residues
in honey—LC-MS-MS method

2008-12-31 发布

2009-05-01 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	5
9 精密度	6
附录A(资料性附录) 486种农药及相关化学品中英文名称、方法检出限、分组、溶剂选择和混合 标准溶液浓度表	7
附录B(资料性附录) 486种农药及相关化学品监测离子对、碰撞气能量、去簇电压和保留时间	22
附录C(资料性附录) 486种农药及相关化学品多反应监测(MRM)色谱图	38
附录D(资料性附录) 486种农药及相关化学品精密度数据表	56
附录E(资料性附录) 486种农药及相关化学品英文中文名称对照索引(按英文字母顺序)	71

前 言

本标准部分代替 GB/T 20771—2006《蜂蜜、果汁和果酒中 420 种农药多残留测定方法 液相色谱-串联质谱法》。

本标准与 GB/T 20771—2006 相比,主要变化如下:

——把蜂蜜的测定方法从 GB/T 20771—2006 中分离出来,修订为本标准,并重新确定了标准名称;

——可测定的农药品种由 420 种增加到 486 种,增加了 ESI 负源和 APCI 正负源检测的农药品种;

——优化了前处理方法和增加了 ESI 负源和 APCI 正负源测试条件。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局提出并归口。

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、山东农业大学、河北大学。

本标准主要起草人:庞国芳、李岩、范春林、连玉晶、赵淑军、郑军红、刘永明、曹彦忠、张进杰、李学民。

本标准于 2006 年首次发布。

蜂蜜中 486 种农药及相关化学品 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了洋槐蜜、油菜蜜、椴树蜜、荞麦蜜、枣花蜜中 486 种农药及相关化学品(参见附录 A 和附录 E)残留量液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于洋槐蜜、油菜蜜、椴树蜜、荞麦蜜、枣花蜜中 486 种农药及相关化学品残留的定性鉴别,也适用于 461 种农药及相关化学品残留量的定量测定。

本标准定量测定的 461 种农药及相关化学品方法检出限为 0.01 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~3.34 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/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004, ISO 5725-1:1994, IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004, ISO 5725-2:1994, IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

3 原理

试样用二氯甲烷提取,经固相萃取柱净化,用乙腈+甲苯(3+1)洗脱农药及相关化学品,液相色谱-串联质谱仪检测,外标法定量。

4 试剂和材料

水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 乙腈:色谱纯。
- 4.2 丙酮:色谱纯。
- 4.3 甲苯:优级纯。
- 4.4 异辛烷:色谱纯。
- 4.5 正己烷:色谱纯。
- 4.6 甲醇:色谱纯。
- 4.7 二氯甲烷:色谱纯。
- 4.8 微孔过滤膜(尼龙):13 mm \times 0.2 μm 。
- 4.9 Sep-Pak 氨基固相萃取柱:1 g, 6 mL 或相当者。
- 4.10 0.05%甲酸溶液(体积分数)。
- 4.11 5 mmol/L 乙酸铵溶液:称取 0.375 g 乙酸铵加水稀释至 1 000 mL。
- 4.12 乙腈+甲苯(3+1,体积比)。