



中华人民共和国国家标准

GB/T 19650—2005

动物组织中 437 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 437 pesticides residues in animal tissues—
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) 437 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 368 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	20
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	31
附录 D(资料性附录) 标准物质在鸡肉基质中选择离子监测 GC-MS 图	35
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	39
附录 F(资料性附录) 标准物质 LC-MS-MS 总离子流图	42
附录 G(资料性附录) 437 种农药精密度数据表	43
附录 H(资料性附录) 437 种农药英文中文名称对照索引	56

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、曹彦忠、张进杰、范春林、刘永明、李学民、贾光群、石玉秋、吴艳萍、郭彤彤。

本标准系首次发布的国家标准。

动物组织中 437 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

本标准规定了猪肉、牛肉、羊肉、兔肉、鸡肉中 437 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。

本标准适用于猪肉、牛肉、羊肉、兔肉、鸡肉中 437 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/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)

GB/T 9695.19 肉与肉制品取样方法(GB/T 9695.19—1988, neq ISO/DIS 3100-1:1984)

3 原理

试样用环己烷+乙酸乙酯(1+1)均质提取,提取液浓缩定容后,用凝胶渗透色谱净化,根据不同检测方式,用不同溶剂定容后,供气相色谱-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 环己烷:色谱纯。

4.3 乙酸乙酯:色谱纯。

4.4 环己烷+乙酸乙酯混合溶剂:1+1。

4.5 正己烷:色谱纯。

4.6 甲醇:色谱纯。

4.7 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。

4.8 农药标准物质:纯度≥95%。

4.9 农药标准溶液

4.9.1 标准储备溶液

准确称取 5 mg~10 mg(精确至 0.1 mg)农药各标准物(4.8)分别放入 10 mL 容量瓶中,根据标准物的溶解度和测定的需要选甲苯、甲苯+丙酮混合液、二氯甲烷或甲醇等溶剂溶解并定容至刻度(溶剂选择参见附录 A)。

4.9.2 混合标准溶液(混合标准溶液 A、B、C、D 和 E)

按照农药的性质和保留时间,将 437 种农药分成 A、B、C、D、E 五个组,并根据每种农药在仪器上的