

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 20770—2008
代替 GB/T 20770—2006

粮谷中 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 grains—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	III
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	5
附录 A (资料性附录) 486 种农药及相关化学品中文与英文名称、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) 486 种农药及相关化学品监测离子对、碰撞气能量、源内碎裂电压和保留时间	21
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	37
附录 D (资料性附录) 486 种农药及相关化学品精密度数据表	62
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)	77

前 言

本标准代替 GB/T 20770—2006《粮谷中 372 种农药及相关化学品多残留测定方法 液相色谱-质谱和液相色谱-串联质谱法》。

本标准与 GB/T 20770—2006 相比,主要变化如下:

- 可测定的农药品种由 372 种扩大为 486 种,增加了 ESI 负源检测的农药品种;
- 改变了前处理方法,选择了新的测试仪器和测试条件。

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。

本标准主要起草人:庞国芳、刘永明、范春林、曹彦忠、曹静、郑锋、连玉晶、贾光群、张进杰、李学民、吴艳萍、李金。

本标准于 2006 年首次发布。

粮谷中 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

本标准规定了大麦、小麦、燕麦、大米、玉米中 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。

本标准适用于大麦、小麦、燕麦、大米、玉米中 486 种农药及相关化学品残留的定性鉴别,376 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 376 种农药及相关化学品方法检出限为 0.02 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~0.96 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 粮食、油料检验 扦样、分样法

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

用乙腈均质法提取试样中的农药及相关化学品,凝胶渗透色谱净化,液相色谱-串联质谱仪测定,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 甲醇:色谱纯。
- 4.3 环己烷:色谱纯。
- 4.4 乙酸乙酯:色谱纯。
- 4.5 正己烷:色谱纯。
- 4.6 甲苯:优级纯。
- 4.7 丙酮:色谱纯。
- 4.8 异辛烷:色谱纯。
- 4.9 0.1%甲酸溶液(体积分数)。
- 4.10 5 mmol/L 乙酸铵溶液:称取 0.375 g 乙酸铵加水稀释至 1 000 mL。
- 4.11 乙腈+甲苯(3+1,体积比)。
- 4.12 乙腈+水(3+2,体积比)。