



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20770—2006  
部分代替 GB/T 19649—2005

## 粮谷中 372 种农药及相关化学品 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

Method for determination of 372 pesticides and  
related chemicals residues in grains—  
LC-MS-MS method

2006-12-31 发布

2007-03-01 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 .....	4
9 精密度 .....	4
附录 A (资料性附录) 372 种农药及相关化学品方法检出限、分组、溶剂选择和混合标准溶液浓度表 .....	5
附录 B (资料性附录) 372 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 .....	17
附录 C (资料性附录) 372 种农药及相关化学品多反应监测(MRM)色谱图 .....	29
附录 D (资料性附录) 372 种农药及相关化学品精密度数据表 .....	48
附录 E (资料性附录) 372 种农药及相关化学品英文中文名称对照索引 .....	59

## 前 言

本标准是对 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》中液相色谱-串联质谱法部分的修订。修订的主要内容是：

- 液相色谱-串联质谱法可测定的农药品种由 43 种扩大为 372 种；
- 修订了测试条件：样品制备由 ASE 提取改为均质振荡提取，三柱净化改为 GPC 净化；
- 把液相色谱-串联质谱法从 GB/T 19649—2005 中分离出来，修订为 GB/T 20770—2006，并重新确定了标准名称。

本标准代替 GB/T 19649—2005 中关于液相色谱-串联质谱法的内容。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E 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国家质量监督检验检疫总局归口。

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、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、郑锋、连玉晶、贾光群、张进杰、李学民、吴艳萍、李金。

原标准于 2005 年首次发布，本标准和 GB/T 19649—2006 共同代替 GB/T 19649—2005。

# 粮谷中 372 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、小米、黑米、玉米中 372 种农药及相关化学品(参见附录 A)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、小米、黑米、玉米中 372 种农药及相关化学品残留量的测定。

本标准的方法检出限为 0.04  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~8.00  $\text{mg}/\text{kg}$ (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—1992,neq ISO 3696:1987)

## 3 原理

试样采用均质和振荡法用环己烷+乙酸乙酯(1+1)提取农药及相关化学品,提取液经凝胶渗透色谱净化后,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 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 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。

4.9 农药及相关化学品标准物质:纯度 $\geq 95\%$ 。

4.10 农药及相关化学品标准溶液

4.10.1 标准储备溶液

准确称取 5 mg~10 mg(精确至 0.1 mg)农药及相关化学品各标准物分别放入 10 mL 容量瓶中,根