

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 19649—2006
部分代替 GB/T 19649—2005

粮谷中 475 种农药及相关化学品 残留量的测定 气相色谱-质谱法

Method for determination of 475 pesticides and related chemicals
residues in grains—
GC-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	3
9 精密度	4
附录 A (资料性附录) 475 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) 475 种农药及相关化学品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) A、B、C、D、E 五组农药及相关化学品选择离子监测分组表	35
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	41
附录 E (资料性附录) 475 种农药及相关化学品精密度数据表	46
附录 F (资料性附录) 475 种农药及相关化学品英文中文名称对照索引	61

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》中气相色谱-质谱法部分的修订。修订的主要内容是：

- 气相色谱-质谱法可测定的农药品种由 362 种扩大为 475 种；
- 把液相色谱-串联质谱法从本标准中分离出去，修订为 GB/T 20770—2006《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》；
- 修改了标准名称。

本标准代替 GB/T 19649—2005 中关于气相色谱-质谱法的内容。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E 和附录 F 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。

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

原标准于 2005 年首次发布，本标准和 GB/T 20770—2006 共同代替 GB/T 19649—2005。

粮谷中 475 种农药及相关化学品残留量的测定

气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了大麦、小麦、燕麦、大米、玉米中 475 种农药及相关化学品(参见附录 A)残留量气相色谱-质谱测定方法。

本标准适用于大麦、小麦、燕麦、大米、玉米中 475 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 0.002 5 mg/kg~0.800 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 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)

3 原理

试样于加速溶剂萃取仪中用乙腈提取,提取液经固相萃取柱净化后,用乙腈+甲苯(3+1)洗脱农药及相关化学品,用气相色谱-质谱仪检测。

4 试剂和材料

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 Envi-18 柱¹⁾:12 mL,2 g 或相当者。

4.8 Envi-Carb 柱¹⁾:6 mL,0.5 g 或相当者。

4.9 Sep-Pak NH₂ 柱²⁾:3 mL,0.5 g 或相当者。

4.10 农药及相关化学品标准物质:纯度≥95%。

4.11 农药及相关化学品标准溶液

¹⁾ Envi-18 柱和 Envi-Carb 是 SUPELCO 公司产品的商品名称,给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不是表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效产品。

²⁾ Sep-Pak NH₂ 柱是 Waters 公司产品的商品名称,给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不是表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效产品。