



中华人民共和国国家标准

GB/T 39665—2020

含植物提取物类化妆品中 55种禁用农药残留量的测定

Determination of 55 banned pesticides residues in cosmetics containing plant extracts

2020-12-14 发布

2021-07-01 实施



国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由全国质量监管重点产品检验方法标准化技术委员会(SAC/TC 374)提出并归口。

本文件起草单位：上海市质量监督检验技术研究院、中检华纳(北京)质量技术中心有限公司、通标标准技术服务(上海)有限公司、华纳通标(北京)认证有限公司、御家汇股份有限公司、无限极(中国)有限公司、欧诗漫生物股份有限公司、广东丸美生物技术股份有限公司、广州锦同生物科技有限公司、东莞市容大生物科技有限公司、谱尼测试集团股份有限公司。

本文件主要起草人：葛宇、郁琼花、杨晋青、胡守江、顾宇翔、孟杰、聂磊、张玉柱、吕庆、李想、戴跃锋、孙红梅、周示玉、孙怀庆、孔令超、杨平顺、宋薇、郑存哲。

含植物提取物类化妆品中 55种禁用农药残留量的测定

1 范围

本文件规定了含植物提取物类化妆品中55种禁用农药残留量的液相色谱-串联质谱(20种)和气相色谱-质谱(35种)测定方法。

本文件适用于含植物提取物的化妆水、乳液、膏霜和面膜类化妆品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经乙腈涡旋振荡,超声提取,用凝胶渗透色谱净化,采用液相色谱-串联质谱仪和气相色谱-质谱仪测定,外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有规定,仅使用色谱纯试剂。

- 5.1 水,GB/T 6682,一级。
- 5.2 乙腈。
- 5.3 丙酮。
- 5.4 环己烷。
- 5.5 乙酸乙酯。
- 5.6 氯化钠:分析纯,使用前于140℃±10℃烘烤4h,贮于干燥器中,冷却备用。
- 5.7 甲酸。
- 5.8 甲醇。
- 5.9 正己烷。
- 5.10 环己烷/乙酸乙酯溶液:按环己烷+乙酸乙酯=1+1(体积比)混合配制成的溶液。
- 5.11 乙腈溶液:按乙腈+水=3+2(体积比)混合配制成的溶液。
- 5.12 甲酸溶液,0.1%:移取1mL甲酸(5.7)于1L容量瓶中,用水稀释并定容至刻度。

5.13 标准品:纯度大于或等于 95%,见附录 A。

5.14 标准储备溶液,1 000 mg/L:准确称取 0.01 g(精确至 0.000 1 g)标准品(5.13)于 10 mL 容量瓶中,用丙酮(5.3)或甲醇(5.8)溶解并定容至刻度。标准储备溶液避光-18 ℃保存,有效期为 6 个月。

5.15 混合标准溶液:移取适量标准储备溶液(5.14)于 100 mL 容量瓶中,用丙酮(5.3)或甲醇(5.8)稀释并定容至刻度。55 种农药混合标准溶液浓度参见附录 B。混合标准溶液避光-18 ℃保存,有效期为 3 个月。

5.16 标准工作曲线溶液:精确吸取一定量的混合标准溶液(5.15),用乙腈溶液(5.11)或正己烷(5.9)稀释成不同浓度的标准工作曲线溶液(标准工作曲线溶液浓度参见附录 B)。标准工作曲线溶液应现用现配。

5.17 空白样品基质溶液:分别称取 1 g(精确至 0.001 g)化妆水、乳液、膏霜和面膜类空白样品,按照 7.1 和 7.2 进行样品前处理,操作到 7.2.2 中“合并至平底烧瓶中”步骤,分别制得不同种类空白样品基质溶液。

5.18 基质混合标准工作溶液:空白样品基质溶液(5.17)氮气吹干,加入 0.5 mL 的标准工作曲线溶液(5.16)复溶,经有机相滤膜(5.19)过滤,得到基质混合标准工作溶液。基质混合标准工作溶液应现用现配。

5.19 有机相滤膜:孔径 0.45 μm。

6 仪器和设备

6.1 液相色谱-串联质谱仪:配有电喷雾离子源(ESI)。

6.2 气相色谱-质谱仪:配有电子轰击源(EI)。

6.3 凝胶渗透色谱仪。

6.4 旋转蒸发器。

6.5 分析天平:感量为 0.000 1 g 和 0.001 g。

6.6 超声振荡器。

6.7 离心机:转速 $\geq 8\ 000$ r/min。

6.8 涡旋振荡器。

6.9 氮气浓缩装置。

6.10 凝胶渗透色谱净化柱:400 mm(柱长)×25 mm(内径),内装聚苯乙烯凝胶填料(200 目~400 目)。

7 分析步骤

7.1 提取

称取 1 g 试样(精确至 0.001 g)于 50 mL 具塞离心管中,加入 10 mL 乙腈(5.2)(对于膏霜类等黏稠状样品建议先加入 5 mL 水分散混匀后再加入乙腈),用涡旋振荡器涡旋混合 1 min 后,放入超声振荡器超声 10 min,加入 5 g~7 g 氯化钠(5.6),涡旋 1 min 后,8 000 r/min 离心 2 min。将上层清液移入新的 50 mL 具塞离心管中,残渣再用 10 mL 乙腈(5.2)重复提取一次后,上层清液合并于同一离心管中,在 40 ℃±2 ℃水浴温度下,用氮气浓缩装置浓缩至近干,待净化。

7.2 净化

7.2.1 洗脱条件

凝胶渗透洗脱条件如下:

- a) 洗脱溶剂:环己烷/乙酸乙酯溶液(5.10);
- b) 预洗脱时间:15 min;
- c) 采集时间:15 min;
- d) 柱冲洗时间:10 min;
- e) 进样体积:5 mL;
- f) 流速:5 mL/min。

7.2.2 净化

向离心管内加入约 10 mL 环己烷/乙酸乙酯溶液(5.10)溶解残留物,然后转移至 10 mL 容量瓶中并定容,经有机相滤膜过滤于凝胶渗透色谱仪进样瓶中。按照 7.2.1 凝胶渗透色谱条件净化,收集于凝胶渗透色谱仪收集瓶中,转移收集液于 250 mL 平底烧瓶中,收集瓶用 10 mL~20 mL 的环己烷/乙酸乙酯溶液(5.10)清洗两次,合并至平底烧瓶中,在 40 ℃±2 ℃水浴温度下,用旋转蒸发器蒸发近干。用液相色谱-串联质谱仪分析时,加入 0.5 mL 乙腈溶液(5.11)溶解残渣,混匀,经有机相滤膜(5.19)过滤,供液相色谱-串联质谱测定;用气相色谱-质谱仪分析时,加入 0.5 mL 正己烷(5.9)溶解残渣,混匀,经有机相滤膜(5.19)过滤,供气相色谱-质谱测定。

7.3 测定

7.3.1 液相色谱-串联质谱法仪器条件

7.3.1.1 液相色谱仪器条件

由于仪器设备的多样性,因此不可能给出测试条件的普遍参数,采用下列测试条件已被证明对检测是合适的:

- a) 色谱柱:C₁₈,100 mm×2.1 mm(粒径 1.8 μm),或相当者;
- b) 流动相:A 相为 0.1%甲酸水溶液(5.12),B 相为乙腈(5.2),梯度洗脱条件见表 1;
- c) 流速:0.3 mL/min;
- d) 柱温:35 ℃;
- e) 进样量:2 μL。

表 1 流动相梯度洗脱条件

时间 min	流速 mL/min	流动相 A %	流动相 B %
0	0.3	95	5
2.0	0.3	95	5
8.0	0.3	40	60
11.0	0.3	0	100
13.0	0.3	0	100
13.1	0.3	95	5
15.0	0.3	95	5

7.3.1.2 质谱条件

由于仪器设备的多样性,因此不可能给出测试条件的普遍参数,采用下列测试条件已被证明对检测

是合适的:

- a) 离子源:ESI;
- b) 电喷雾电压:+5 500V 和-4 500V;
- c) 雾化气压力:414 kPa;
- d) 辅助加热气压力:414 kPa;
- e) 气帘气压力:138 kPa;
- f) 离子源温度:400 ℃;
- g) 检测方式:多反应监测(MRM);
- h) 母离子、子离子、扫描方式参见附录 C 的表 C.1。

7.3.2 气相色谱-质谱法仪器条件

7.3.2.1 气相色谱仪器条件

由于仪器设备的多样性,因此不可能给出测试条件的普遍参数,采用下列测试条件已被证明对检测是合适的:

- a) 色谱柱:5%苯基-甲基聚硅氧烷,30 m×250 μm(膜厚 0.25 μm),或相当者;
- b) 色谱柱升温程序:70 ℃保持 2 min,以 25 ℃/min 升至 150 ℃;以 3 ℃/min 升至 200 ℃;以 8 ℃/min 升至 280 ℃保持 10 min;
- c) 载气:氦气,纯度≥99.999%,流速 1.0 mL/min;
- d) 进样口温度:260 ℃;
- e) 进样量:1 μL;
- f) 进样方式:无分流进样,1.5 min 后打开分流阀和隔垫吹扫阀。

7.3.2.2 质谱条件

由于仪器设备的多样性,因此不可能给出测试条件的普遍参数,采用下列测试条件已被证明对检测是合适的:

- a) 电子轰击源:70 eV;
- b) 离子源温度:230 ℃;
- c) GC-MS 接口温度:280 ℃;
- d) 扫描方式:特征选择离子监测(SIM);
- e) 采集参数参见附录 C 的表 C.2。

7.3.3 定性测定

在上述仪器条件下进行样品测定时,如果试样待测液和标准品的选择离子色谱峰在相同保留时间处出现,并且对应质谱碎片离子的质荷比与标准品一致,其丰度比与标准品相比应符合表 2 的规定,则判断样品中存在这种农药。

表 2 定性离子相对丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	允许的相对偏差 (液相色谱-串联质谱法)	允许的相对偏差 (气相色谱-质谱法)
>50%	±20%	±10%
>20%且≤50%	±25%	±15%
>10%且≤20%	±30%	±20%
≤10%	±50%	±50%

7.3.4 定量测定

本文件采用外标校准曲线法定量测定。以各农药的基质混合标准工作溶液(5.18)浓度为横坐标,各自的定量离子的峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线,并且保证所测样品中农药的响应值均在仪器的线性范围内,超过线性范围则应适当稀释后重新测定。液相色谱-串联质谱法 20 种农药的多反应监测(MRM)色谱图见附录 D 的图 D.1,气相色谱-质谱法 35 种农药的特征选择离子色谱图见附录 D 的图 D.2。

7.4 平行试验

按照 7.1~7.3 的步骤对同一试样进行平行试验测定。

7.5 空白试验

除不称取试样外,按照 7.1~7.3 的步骤进行空白操作。

7.6 检出限和定量限

本文件所述方法按 7.3 测试条件检出限和定量限见附录 E。

8 结果计算

试样中农药残留量的计算按式(1)进行:

$$X_i = \frac{\rho_i \times V \times 10}{m \times 1\,000 \times 5} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X_i —— 试样中被测组分含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- ρ_i —— 从标准工作曲线得到的试样溶液中被测组分的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- V —— 试样溶液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- m —— 样品称样量,单位为克(g);
- 10 —— 净化液定容体积,单位为毫升(mL);
- 1 000 —— 换算系数;
- 5 —— 凝胶渗透色谱仪进样体积,单位为毫升(mL)。

计算结果应扣除空白值,保留三位有效数字。

附录 A

(规范性)

55 种农药标准物质信息表

液相色谱-串联质谱法测定的 20 种农药标准物质信息表见表 A.1, 气相色谱-质谱法测定的 35 种农药标准物质信息表见表 A.2。

表 A.1 液相色谱-串联质谱法测定的 20 种农药标准物质信息表

序号	中文名称	英文名称	CAS号
1	甲萘威	Carbaryl	63-25-2
2	多菌灵	Carbendazim	10605-21-7
3	丁变敌(燕麦敌)	Di-allate	2303-16-4
4	特乐酚(地乐硝酚)	Dinoterb	1420-07-1
5	敌草隆	Diuron	330-54-1
6	氟环唑	Epoxiconazole	106325-08-0
7	丁苯吗啉	Fenpropimorph	67306-03-0
8	精吡氟禾草灵	Fluazifop- <i>p</i> -butyl	79241-46-6
9	丙炔氟草胺(氟噁嗪酮)	Flumioxazin	103361-09-7
10	碘苯腈	Ioxynil	1689-83-4
11	异菌脲(异丙二酮)	Iprodione	36734-19-7
12	异恶唑草酮(异恶氟草)	Isoxaflutole	141112-29-0
13	苯氧菊酯(亚胺菌)	Kresoxim-methyl	143390-89-0
14	利谷隆	Linuron	330-55-2
15	禾草敌	Molinate	2212-67-1
16	久效磷	Monocrotophos	6923-22-4
17	炔螨特(克螨特)	Propargite	2312-35-8
18	扑灭津(丙唑嗪)	Propazine	139-40-2
19	西玛津	Simazine	122-34-9
20	十三吗啉(克林菌)	Tridemorph	24602-86-6

表 A.2 气相色谱-质谱法测定的 35 种农药标准物质信息表

序号	中文名称	英文名称	CAS号
1	甲草胺	Alachlor	15972-60-8
2	艾氏剂	Aldrin	309-00-2
3	α -六六六	α -BHC	319-84-6
4	β -六六六	β -BHC	319-85-7

表 A.2 (续)

序号	中文名称	英文名称	CAS号
5	γ -六六六	γ -BHC	58-89-9
6	δ -六六六	δ -BHC	319-86-8
7	敌菌丹	Captafol	2425-6-1
8	氯丹	Chlordane	57-74-9
9	百菌清	Chlorothalonil	1897-45-6
10	克氯得(乙菌利)	Chlozolinate	84332-86-5
11	<i>o,p'</i> -滴滴滴	<i>o,p'</i> -DDD	53-19-0
12	<i>p,p'</i> -滴滴滴	<i>p,p'</i> -DDD	72-54-8
13	<i>o,p'</i> -滴滴伊	<i>o,p'</i> -DDE	3424-82-6
14	<i>p,p'</i> -滴滴伊	<i>p,p'</i> -DDE	72-55-9
15	<i>o,p'</i> -滴滴涕	<i>o,p'</i> -DDT	789-02-6
16	<i>p,p'</i> -滴滴涕	<i>p,p'</i> -DDT	50-29-3
17	对二氯苯	para-Dichlorobenzene	106-46-7
18	三氯杀螨醇	Dicofol(kelthane)	115-32-2
19	狄氏剂	Dieldrin	60-57-1
20	二苯胺	Diphenylamine	122-39-4
21	α -硫丹	α -Endosulfan	959-98-8
22	β -硫丹	β -Endosulfan	33213-65-9
23	硫丹硫酸酯	Endosulfan sulfate	1031-07-8
24	异狄氏剂	Endrin	72-20-8
25	氯苯嘧啶醇(异嘧菌醇)	Fenarimol	60168-88-9
26	倍硫磷	Fenthion	55-38-9
27	氟硅唑	Flusilazole	85509-19-9
28	七氯	Heptachlor	76-44-8
29	e 环氧七氯	Heptachloroepoxide	1024-57-3
30	e 六氯苯	Hexachlorobenzene	118-74-1
31	异艾氏剂	Isodrin	72-20-8
32	腈菌唑	Myclobutanid	88671-89-0
33	磷胺	Phosphamidon	13171-21-6
34	炔苯酰草胺	Propyzamide	23950-58-5
35	乙烯菌核利(烯菌酯)	Vinclozoline	50471-44-8

附录 B

(资料性)

55 种农药的混合标准溶液浓度和标准工作曲线溶液浓度

液相色谱-串联质谱法测定的 20 种农药混合标准溶液浓度和标准工作曲线溶液浓度见表 B.1, 气相色谱-质谱法测定的 35 种农药混合标准溶液浓度和标准工作曲线溶液浓度见表 B.2。

表 B.1 液相色谱-串联质谱法测定的 20 种农药混合标准溶液浓度和标准工作曲线溶液浓度

序号	化合物名称	混合标准溶液浓度 $\mu\text{g/mL}$	标准工作曲线溶液浓度 $\mu\text{g/L}$	溶剂
1	甲萘威	0.500	5.00、10.0、20.0、40.0、100	甲醇
2	多菌灵	0.250	2.50、5.00、10.0、20.0、50.0	甲醇
3	丁变敌(燕麦敌)	2.50	25.0、50.0、100、200、500	甲醇
4	特乐酚(地乐硝酚)	0.500	5.00、10.0、20.0、40.0、100	甲醇
5	敌草隆	2.50	25.0、50.0、100、200、500	甲醇
6	氟环唑	0.500	5.00、10.0、20.0、40.0、100	甲醇
7	丁苯吗啉	0.500	5.00、10.0、20.0、40.0、100	甲醇
8	精吡氟禾草灵	0.0500	0.500、1.00、2.00、4.00、10.0	甲醇
9	丙炔氟草胺(氟噻嗪酮)	5.00	50.0、100、200、400、1000	甲醇
10	碘苯腈	0.500	5.00、10.0、20.0、40.0、100	甲醇
11	异菌脲(异丙二酮)	5.00	50.0、100、200、400、 1.00×10^3	甲醇
12	异恶唑草酮(异恶氟草)	2.50	25.0、50.0、100、200、500	甲醇
13	苯氧菊酯(亚胺菌)	2.50	25.0、50.0、100、200、500	甲醇
14	利谷隆	2.50	25.0、50.0、100、200、500	甲醇
15	禾草敌	0.500	5.00、10.0、20.0、40.0、100	甲醇
16	久效磷	0.250	2.50、5.00、10.0、20.0、50.0	甲醇
17	炔螨特(克螨特)	5.00	50.0、100、200、400、 1.00×10^3	甲醇
18	扑灭津(丙啉嗪)	0.250	2.50、5.00、10.0、20.0、50.0	甲醇
19	西玛津	0.500	5.00、10.0、20.0、40.0、100	甲醇
20	十三吗啉(克林菌)	0.500	5.00、10.0、20.0、40.0、100	甲醇

表 B.2 气相色谱-质谱法测定的 35 种农药混合标准溶液浓度和标准工作曲线溶液浓度

序号	化合物名称	混合标准溶液浓度 $\mu\text{g/mL}$	标准工作曲线溶液浓度 $\mu\text{g/L}$	溶剂
1	甲草胺	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
2	艾氏剂	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮

表 B.2 (续)

序号	化合物名称	混合标准溶液浓度 μg/mL	标准工作曲线溶液浓度 μg/L	溶剂
3	α-六六六	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
4	β-六六六	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
5	γ-六六六	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
6	δ-六六六	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
7	敌菌丹	2.50	100、250、500、1.00×10 ³ 、2.50×10 ³	丙酮
8	氯丹	2.50	100、250、500、1.00×10 ³ 、2.50×10 ³	丙酮
9	百菌清	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
10	克氯得(乙菌利)	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
11	o,p'-滴滴滴	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
12	p,p'-滴滴滴	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
13	o,p'-滴滴伊	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
14	p,p'-滴滴伊	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
15	o,p'-滴滴涕	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
16	p,p'-滴滴涕	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
17	对二氯苯	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
18	三氯杀螨醇	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
19	狄氏剂	2.50	100、250、500、1.00×10 ³ 、2.50×10 ³	丙酮
20	二苯胺	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
21	α-硫丹	2.50	100、250、500、1.00×10 ³ 、2.50×10 ³	丙酮
22	β-硫丹	2.50	100、250、500、1.00×10 ³ 、2.50×10 ³	丙酮
23	硫丹硫酸酯	2.50	100、250、500、1.00×10 ³ 、2.50×10 ³	丙酮
24	异狄氏剂	2.50	100、250、500、1.00×10 ³ 、2.50×10 ³	丙酮
25	氯苯嘧啶醇(异嘧菌醇)	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
26	倍硫磷	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
27	氟硅唑	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
28	七氯	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
29	e 环氧七氯	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
30	e 六氯苯	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
31	异艾氏剂	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
32	腈菌唑	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
33	磷胺	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
34	炔苯酰草胺	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮
35	乙烯菌核利(烯菌酮)	0.500	20.0、50.0、100、200、500	丙酮

附录 C

(资料性)

55 种农药标准物质质谱采集参数

液相色谱-串联质谱法测定的 20 种农药标准物质定量及定性离子对、去簇电压(DP)、碰撞能量(CE)以及扫描方式见表 C.1,气相色谱-质谱法测定的 35 种农药标准物参考保留时间、定量离子、定性离子及定量离子与定性离子的比值见表 C.2。

表 C.1 液相色谱-串联质谱法测定的 20 种农药标准物质定量及定性离子对、去簇电压(DP)、碰撞能量(CE)以及扫描方式

序号	化合物中文名	离子对 m/z	去簇电压 DP V	碰撞能量 CE eV	扫描方式
1	甲萘威	202/145 ^a	40	15	+
		202/127	40	40	
2	多菌灵	192/160 ^a	47	25	+
		192/132	47	41	
3	丁变敌(燕麦敌)	270/86.1 ^a	50	23	+
		270/109	50	39	
4	特乐酚(地乐硝酚)	239.1/207 ^a	-70	-32	-
		239.1/176	-70	-48	
5	敌草隆	233/72 ^a	52	31	+
		233/160	52	33	
6	氟环唑	330.1/121 ^a	52	27	+
		330.1/101.2	52	63	
7	丁苯吗啉	304/147.2 ^a	65	39	+
		304/117	65	71	
8	精吡氟禾草灵	384/282 ^a	63	25	+
		384/328	63	21	
9	丙炔氟草胺(氟噁唑酮)	355.2/299.2 ^a	78	34	+
		355.2/326.7	78	26	
10	碘苯腈	369.8/126.8 ^a	-65	-36	-
		369.8/242.8	-65	-26	
11	异菌脲(异丙二脲)	332.2/247 ^a	40	20	+
		332.2/290	40	17	
12	异恶唑草酮(异恶氟草)	360/251.1 ^a	58	22	+
		360/220.1	58	51	

表 C.1 (续)

序号	化合物中文名	离子对 m/z	去簇电压 DP V	碰撞能量 CE eV	扫描方式
13	苯氧菊酯(亚胺菌)	314/206 ^a	35	15	+
		314/267	35	18	
14	利谷隆	249/160 ^a	52	23	+
		249/182	52	21	
15	禾草敌	188.1/126.1 ^a	45	19	+
		188.1/98.1	45	26	
16	久效磷	224/127 ^a	66	21	+
		224/98	66	17	
17	快螨特(克螨特)	368.1/175.1 ^a	53	21	+
		368.1/231.2	53	17	
18	扑灭津(丙唑啉)	230.1/188 ^a	60	23	+
		230.1/146	60	30	
19	西玛津	202.2/131.9 ^a	55	20	+
		202.2/124.2	55	22	
20	十三吗啉(克林菌)	298.1/130.1 ^a	65	35	+
		298.1/98.1	65	40	

^a 为定量离子对。

表 C.2 气相色谱-质谱法测定的 35 种农药标准物参考保留时间、定量离子、定性离子及定量离子与定性离子的比值

序号	化合物名称	参考保留时间 min	定量离子	定性离子 1	定性离子 2	定性离子 3
1	甲草胺	18.752	188(100)	160(114)	237(100)	146(40)
2	艾氏剂	20.337	263(100)	265(65)	261(66)	293(40)
3	α -六六六	13.597	219(100)	183(120)	181(115)	217(83)
4	β -六六六	14.799	219(100)	183(106)	181(108)	217(80)
5	γ -六六六	15.071	219(100)	183(95)	181(97)	217(81)
6	δ -六六六	16.231	219(100)	183(101)	181(110)	217(77)
7	敌菌丹	28.458	79(100)	151(8)	80(31)	77(21)
8	氯丹	23.635	373(100)	375(96)	377(51)	371(43)
9	百菌清	16.475	266(100)	264(77)	268(49)	—
10	克菌得(乙菌利)	23.019	259(100)	188(115)	186(91)	261(65)

表 C.2 (续)

序号	化合物名称	参考保留时间 min	定量离子	定性离子 1	定性离子 2	定性离子 3
11	<i>o,p'</i> -滴滴滴	25.548	235(100)	237(65)	165(39)	199(16)
12	<i>p,p'</i> -滴滴滴	26.719	235(100)	237(64)	165(46)	199(12)
13	<i>o,p'</i> -滴滴伊	23.976	246(100)	248(64)	318(34)	316(26)
14	<i>p,p'</i> -滴滴伊	25.256	318(100)	316(80)	246(139)	248(73)
15	<i>o,p'</i> -滴滴涕	26.797	235(100)	237(63)	165(37)	199(12)
16	<i>p,p'</i> -滴滴涕	27.881	235(100)	237(65)	165(41)	199(12)
17	对二氯苯	4.592	146(100)	148(65)	111(35)	75(22)
18	三氯杀螨醇	21.005	139(100)	141(31)	250(23)	111(35)
19	狄氏剂	25.178	277(100)	79(700)	263(150)	279(96)
20	二苯胺	11.861	169(100)	168(59)	167(29)	170(13)
21	α -硫丹	24.133	241(100)	265(66)	339(46)	195(106)
22	β -硫丹	26.299	241(100)	265(66)	339(46)	195(140)
23	硫丹硫酸酯	27.706	272(100)	387(45)	389(30)	229(62)
24	异狄氏剂	25.948	263(100)	265(60)	317(30)	345(48)
25	氯苯嘧啶醇(异嘧啶醇)	31.028	139(100)	219(62)	330(28)	251(52)
26	倍硫磷	20.883	278(100)	125(43)	109(27)	169(25)
27	氟硅唑	25.724	233(100)	206(33)	315(9)	234(19)
28	七氯	18.562	272(100)	274(80)	237(40)	337(20)
29	<i>e</i> 环氧七氯	22.520	353(100)	355(79)	351(52)	357(35)
30	<i>e</i> 六氯苯	13.922	284(100)	286(81)	282(51)	288(33)
31	异艾氏剂	21.871	193(100)	195(83)	263(46)	147(30)
32	肟菌唑	25.587	179(100)	181(31)	150(56)	206(26)
33	磷胺	17.948	127(100)	264(43)	138(22)	109(20)
34	炔苯酰草胺	15.555	173(100)	175(62)	255(22)	145(29)
35	乙烯菌核利(烯菌酮)	18.351	285(100)	212(130)	198(122)	187(96)

附录 D

(资料性)

55 种农药标准物质色谱图

液相色谱-串联质谱法测定的 20 种农药多反应监测(MRM)色谱图见图 D.1,气相色谱-质谱法测定的 35 种农药标准物质特征选择离子监测(SIM)色谱图见图 D.2。

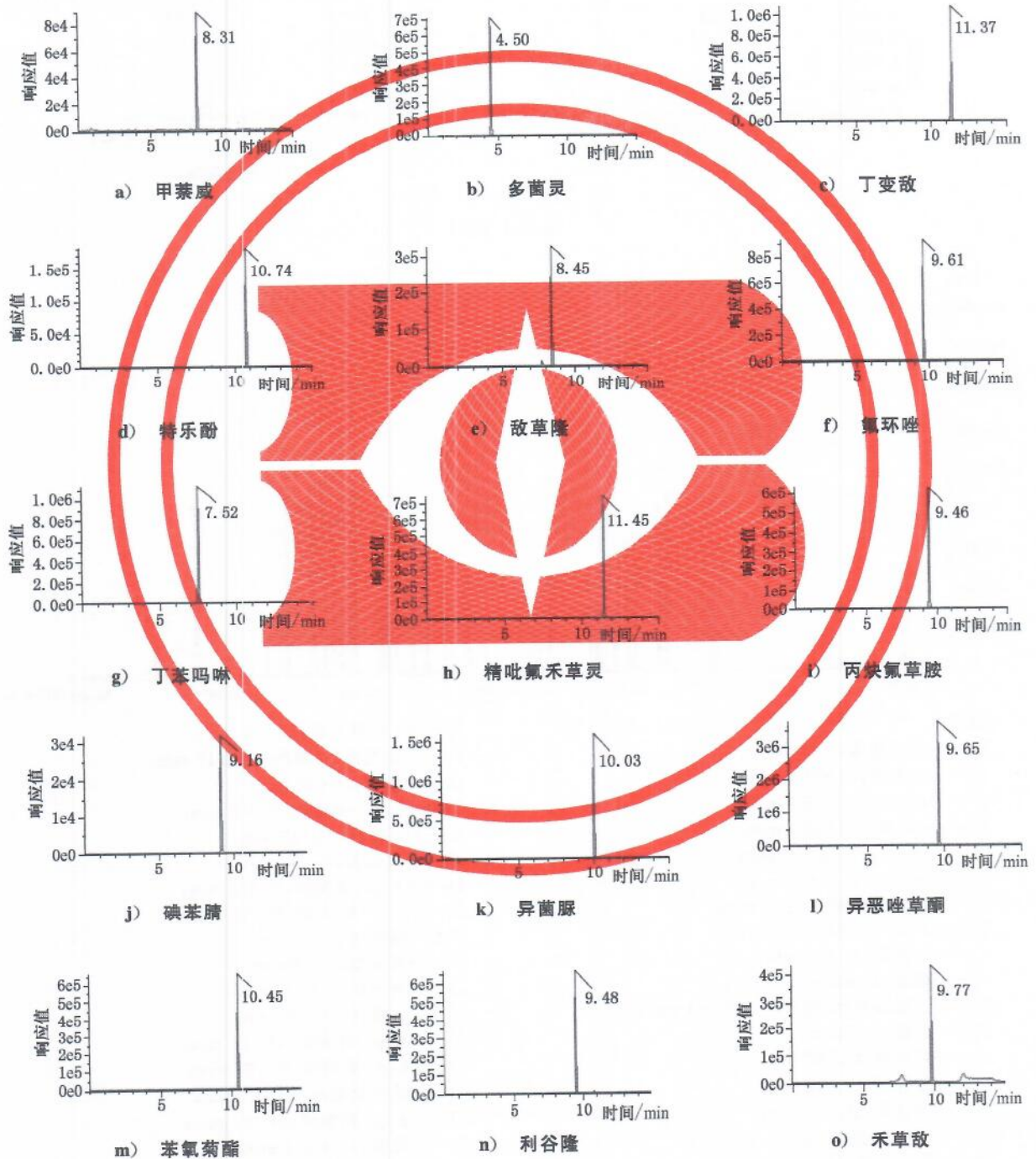


图 D.1 液相色谱-串联质谱法测定的 20 种农药多反应监测(MRM)色谱图

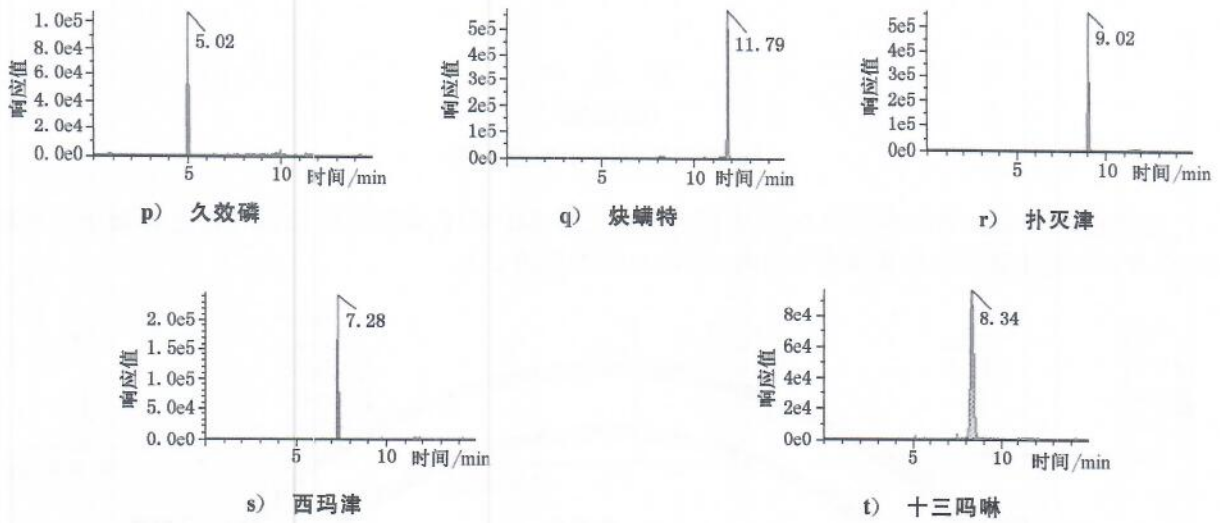
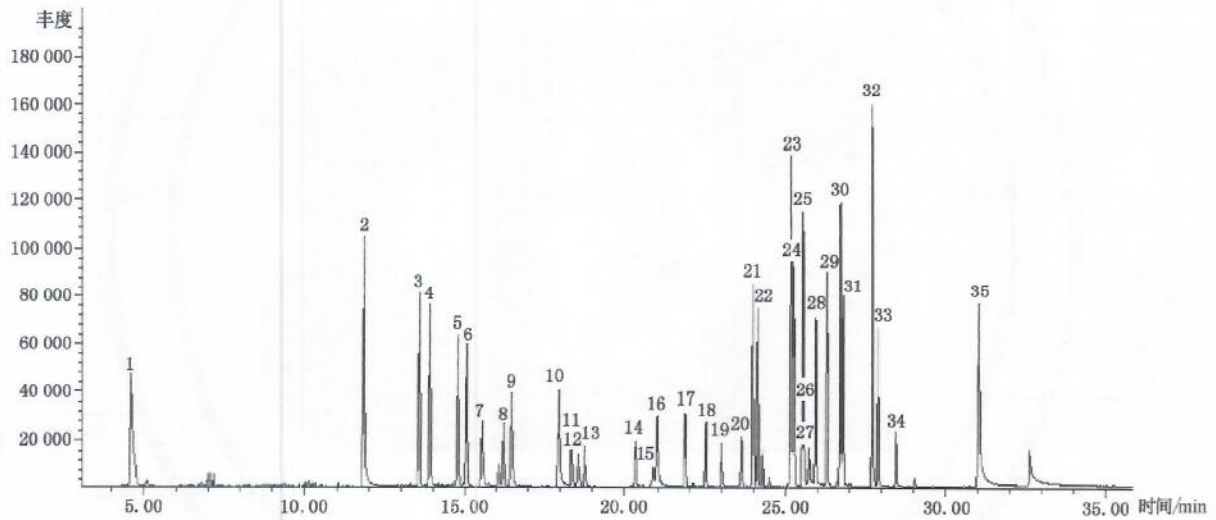


图 D.1 (续)



说明:

- | | |
|---------------------------------|---------------------------------|
| 1 ——对二氯苯, 4.592 min; | 18 ——e 环氧七氯, 22.520 min; |
| 2 ——二苯胺, 11.861 min; | 19 ——克氯得(乙菌利), 23.019 min; |
| 3 —— α -六六六, 13.597 min; | 20 ——氯丹, 23.635 min; |
| 4 ——e 六氯苯, 13.922 min; | 21 ——o, p'-滴滴伊, 23.976 min; |
| 5 —— β -六六六, 14.799 min; | 22 —— α -硫丹, 24.133 min; |
| 6 —— γ -六六六, 15.071 min; | 23 ——狄氏剂, 25.178 min; |
| 7 ——炔苯酰草胺, 15.555 min; | 24 ——p, p'-滴滴伊, 25.256 min; |
| 8 —— δ -六六六, 16.231 min; | 25 ——o, p'-滴滴滴, 25.548 min; |
| 9 ——百菌清, 16.475 min; | 26 ——腈菌唑, 25.587 min; |
| 10 ——磷胺, 17.948 min; | 27 ——氟硅唑, 25.724 min; |
| 11 ——乙烯菌核利(烯菌酮), 18.351 min; | 28 ——异狄氏剂, 25.948 min; |
| 12 ——七氯, 18.562 min; | 29 —— β -硫丹, 26.299 min; |
| 13 ——甲草胺, 18.752 min; | 30 ——p, p'-滴滴滴, 26.719 min; |
| 14 ——艾氏剂, 20.337 min; | 31 ——o, p'-滴滴涕, 26.797 min; |
| 15 ——倍硫磷, 20.883 min; | 32 ——硫丹硫酸酯, 27.706 min; |
| 16 ——三氯杀螨醇, 21.005 min; | 33 ——p, p'-滴滴涕, 27.881 min; |
| 17 ——异艾氏剂, 21.871 min; | 34 ——敌菌丹, 28.458 min; |
| | 35 ——氯苯嘧啶醇(异噁菌醇), 31.028 min. |

图 D.2 气相色谱-质谱法测定的 35 种农药标准物质特征选择离子监测(SIM) 色谱图

附录 E

(资料性)

55 种农药的方法检出限和定量限

液相色谱-串联质谱法测定的 20 种农药中文名称、方法检出限和定量限见表 E.1, 气相色谱-质谱法测定的 35 种农药中文名称、方法检出限和定量限见表 E.2。

表 E.1 液相色谱-串联质谱法测定的 20 种农药中文名称、方法检出限和定量限

序号	化合物名称	检出限 mg/kg	定量限 mg/kg
1	甲萘威	0.005 0	0.010 0
2	多菌灵	0.002 5	0.005 0
3	丁变敌(燕麦敌)	0.025 0	0.050 0
4	特乐酚(地乐硝酚)	0.005 0	0.010 0
5	敌草隆	0.025 0	0.050 0
6	氟环唑	0.005 0	0.010 0
7	丁苯吗啉	0.005 0	0.010 0
8	精吡氟禾草灵	0.000 5	0.001 0
9	丙炔氟草胺(氟嘧啶酮)	0.050 0	0.100 0
10	碘苯腈	0.005 0	0.010 0
11	异菌脲(异丙二酮)	0.050 0	0.100 0
12	异恶唑草酮(异恶氟草)	0.025 0	0.050 0
13	苯氧菊酯(亚胺菌)	0.025 0	0.050 0
14	利谷隆	0.025 0	0.050 0
15	禾草敌	0.005 0	0.010 0
16	久效磷	0.002 5	0.005 0
17	炔螨特(克螨特)	0.050 0	0.100 0
18	扑灭津(丙唑啉)	0.002 5	0.005 0
19	西玛津	0.005 0	0.010 0
20	十三吗啉(克林菌)	0.005 0	0.010 0

表 E.2 气相色谱-质谱法测定的 35 种农药中文名称、方法检出限和定量限

序号	化合物名称	检出限 mg/kg	定量限 mg/kg
1	甲草胺	0.020 0	0.050 0
2	艾氏剂	0.020 0	0.050 0
3	α -六六六	0.020 0	0.050 0
4	β -六六六	0.020 0	0.050 0
5	γ -六六六	0.020 0	0.050 0
6	δ -六六六	0.020 0	0.050 0
7	敌菌丹	0.100 0	0.250 0
8	氯丹	0.100 0	0.250 0
9	百菌清	0.020 0	0.050 0
10	克氯得(乙菌利)	0.020 0	0.050 0
11	<i>o,p'</i> -滴滴滴	0.020 0	0.050 0
12	<i>p,p'</i> -滴滴滴	0.020 0	0.050 0
13	<i>o,p'</i> -滴滴伊	0.020 0	0.050 0
14	<i>p,p'</i> -滴滴伊	0.020 0	0.050 0
15	<i>o,p'</i> -滴滴涕	0.020 0	0.050 0
16	<i>p,p'</i> -滴滴涕	0.020 0	0.050 0
17	对二氯苯	0.020 0	0.050 0
18	三氯杀螨醇	0.020 0	0.050 0
19	狄氏剂	0.100 0	0.250 0
20	二苯胺	0.020 0	0.050 0
21	α -硫丹	0.100 0	0.250 0
22	β -硫丹	0.100 0	0.250 0
23	硫丹硫酸酯	0.100 0	0.250 0
24	异狄氏剂	0.100 0	0.250 0
25	氯苯嘧啶醇(异嘧菌醇)	0.020 0	0.050 0
26	倍硫磷	0.020 0	0.050 0
27	氟硅唑	0.020 0	0.050 0
28	七氯	0.020 0	0.050 0
29	e 环氧七氯	0.020 0	0.050 0

表 E.2 (续)

序号	化合物名称	检出限 mg/kg	定量限 mg/kg
30	e 六氯苯	0.020 0	0.050 0
31	异艾氏剂	0.020 0	0.050 0
32	腈菌唑	0.020 0	0.050 0
33	磷胺	0.020 0	0.050 0
34	炔苯酰草胺	0.020 0	0.050 0
35	乙烯菌核利(烯菌酮)	0.020 0	0.050 0

中华人民共和国
国家标准
含植物提取物类化妆品中
55种禁用农药残留量的测定
GB/T 39665—2020

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

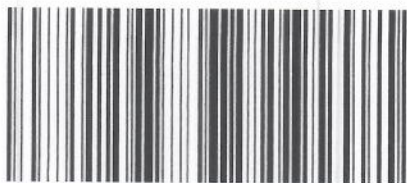
*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 36 千字
2020年12月第一版 2020年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-66713 定价 24.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 39665-2020