

ICS 65.020.01

B04

备案号:

8

# DB12

## 天 津 市 地 方 标 准

DB12/ T 295—2006

### 无公害农产品 花生大豆中农药残留多组 份测定方法-GC/MS 法

Pollution-free Agricultural Products Method for Determination of Multiresidues  
in Peanut and soy -GC/MS method

2006-10-18 发布

2006-11-01 实施

天津市质量技术监督局 发布

## 前 言

本标准参考了日本杂贺技术研究所开发的农药多残留同时分析技术，并根据我市的实际情况，进一步研究、试验、验证后制定的。

本标准的附录A是规范性附录，附录B是资料性附录。

本标准由天津市农业科学院提出。

本标准起草单位：天津市农业科学院中心实验室。

本标准主要起草人：郭永泽、张玉婷、宋淑荣、刘磊、刘焕禄。

# 无公害农产品 花生大豆中农药残留多组份测定方法-GC/MS 法

## 1 范围

本标准规定了花生、大豆中 62 种农药的残留量测定方法、结果表述和计算、方法的最低检出浓度、准确度和精确度。

本标准适用于生产、销售的花生、大豆中农药残留测定。

本标准可测定的农药品种见附录A。

## 2 测定方法

### 2.1 方法原理

样品用乙腈和水提取，经液液分配和固相萃取柱净化，用GC/MS选择离子方法测定，外标法定量。

### 2.2 试剂和材料

除另有规定外，试剂均为分析纯，水为蒸馏水。

#### 2.2.1 乙腈

#### 2.2.2 丙酮（色谱纯）

#### 2.2.3 正己烷（色谱纯）

#### 2.2.4 洗脱液：丙酮+正己烷（20+80）

#### 2.2.5 定容液：丙酮+正己烷（50+50）

#### 2.2.6 氯化钠

#### 2.2.7 SAX 粉

#### 2.2.8 正十烷

#### 2.2.9 C18 柱<sup>1)</sup>：500mg，3ml

#### 2.2.10 PSA 柱<sup>2)</sup>：500mg，3ml

#### 2.2.11 食盐饱和的 2mol / L 磷酸缓冲溶液（pH=7.5）

### 2.3 农药标准品

纯度≥95%。

### 2.4 标准溶液（所用丙酮是色谱纯）

2.4.1 标准储备液：准确称量各农药标准样品 0.01g（准确至 0.00001g），定容至 50ml。配制成 200mg/L 的标准溶液。

2.4.2 标准溶液 A：加标准储备液 10 μl 于试管中，吹氮至干，加 2ml 丙酮，配制成 1000 μg/L 的标准溶液。

2.4.3 标准溶液 B：取标准溶液 A 1.0ml 于试管中，加 1.0ml 丙酮摇匀，配制成 500 μg/L 的标准溶液。

2.4.4 标准溶液 C：取标准溶液 B 0.1 ml 于试管中，加 0.9 ml 丙酮摇匀，配制成 50 μg/L 的标准溶液。

### 2.5 仪器和设备

2.5.1 气相色谱—质谱联用仪：配有电子轰击源（EI），灵敏度： $10^{-12}$ g

1) C18柱指填料为十八碳硅烷化物的固相萃取净化柱

2) PSA柱指填料为N-丙基乙二胺的固相萃取净化柱