

ICS65.020.01

B04

备案号:

8
DB12

天 津 市 地 方 标 准

DB12/T 299—2006

无公害食品 腌渍菜中农药残留多组份测定方法-GC/MS 法

Pollution-free Foods

Method for Determination of Multiresidues in Pickled Vegetables -GC/MS method

2006-11-16 发布

2006-12-01 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，并结合我市的实际情况，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：张玉婷、郭永泽、宋淑荣、刘磊、邵辉。

无公害食品 腌渍菜中农药残留多组份测定方法-GC/MS 法

1 范围

本标准规定了腌渍菜中 62 种农药的残留量测定方法。

本标准适用于加工及销售腌渍菜中农药残留测定。

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

样品用乙腈提取，过C18柱¹⁾，液液分配，过PSA柱²⁾净化后，用GC/MS选择离子方法测定，外标法定量。

2.2 试剂和材料

2.2.1 乙腈

2.2.2 丙酮

2.2.3 正己烷

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（分析纯）

2.2.7 硅藻土

2.2.8 正十烷

2.2.9 预处理小柱：C18 柱（500mg，3mL）。

2.2.10 预处理小柱：PSA 柱（500mg，3mL）。

2.2.11 食盐饱和的 2mol/L 磷酸缓冲溶液（pH=7.5）。

2.2.12 除另有规定外，所用试剂均为色谱纯，水为蒸馏水。

2.3 农药标准品

纯度≥95%。

2.4 标准溶液

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 μ l 于试管中，吹氮至干，加 2mL 丙酮，配制成 1000 μ g/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，配制成 500 μ g/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，配制成 50 μ g/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

2.5.2 电子天平，精度：0.00001g、0.01g

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