

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1379—2007

蔬菜中 334 种农药多残留的测定 气相色谱质谱法和液相色谱质谱法

Multi-residue Determination of 334 Pesticides in Vegetable by
GC/MS and LC/MS

2007-06-14 发布

2007-09-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

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农业部提出并归口。

本标准起草单位：中国水稻研究所、农业部稻米及制品质量监督检验测试中心、浙江大地农作物产品质量安全检测中心。

本标准主要起草人：陈铭学、牟仁祥、朱智伟、金连登、应兴华、吴俐、闵捷。

蔬菜中 334 种农药多残留的测定

气相色谱质谱法和液相色谱质谱法

1 范围

本标准规定了蔬菜中 305 种农药(参见附录 A)的气相色谱质谱多残留测定方法和 29 种农药(参见附录 C)液相色谱质谱多残留测定方法。

本标准适用于蔬菜中 334 种农药残留量的测定。

本标准检出限为 0.001mg/kg~0.05mg/kg(参见附录 A 和附录 C)。

2 原理

试样用乙腈匀浆提取,提取液经盐析,石墨碳黑、丙氨基固相小柱净化后,用气相色谱质谱仪检测 305 种农药(参见附录 A)。质谱图由解卷积(deconvolution)软件经噪音处理、基线漂移的修正和共流出谱峰当中单个化合物的识别等处理后,根据被处理的质谱图和保留时间定性,内标法定量;提取液经乙二胺基-N-丙基(PSA)分散固相萃取净化后,用液相色谱质谱仪检测 29 种农药(参见附录 C),根据选择离子丰度比和保留时间定性,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 乙腈:色谱纯。
- 3.2 甲醇:色谱纯。
- 3.3 甲苯:色谱纯。
- 3.4 丙酮:色谱纯。
- 3.5 无水硫酸镁:500℃烘烤 4 h,在干燥器内冷却至室温,贮于干燥器中备用。
- 3.6 流动相 A 液:准确称取 0.385 g 乙酸铵,溶解在 1 000 mL 甲醇中,过 0.22 μm 滤膜。
- 3.7 流动相 B 液:准确称取 0.385 g 乙酸铵,溶解在 1 000 mL 水中,过 0.22 μm 滤膜。
- 3.8 乙二胺基-N-丙基(PSA):40 μm,60 Å。
- 3.9 石墨碳黑固相萃取柱:容积 6 mL,填料 500 mg。
- 3.10 丙氨基固相萃取柱:容积 6 mL,填料 500 mg。
- 3.11 农药标准品:纯度≥95%。
- 3.12 内标:氰代毒死蜱,准确称取一定量氰代毒死蜱,用丙酮溶解稀释配成 1 000 mg/L 储备溶液,-18℃以下贮存。吸取一定体积的内标储备溶液,用丙酮逐级稀释成 5 mg/L 的内标添加溶液。
- 3.13 农药标准溶液

3.13.1 气相色谱质谱法测定用标准溶液

单一农药标准溶液:分别准确称取某农药标准品,用丙酮溶解稀释,逐一配成 1 000 mg/L 的单一农药标准储备溶液,-18℃以下贮存。使用时根据各农药在质谱中的响应值,吸取适量的标准储备液,用丙酮稀释配制成所需的标准工作溶液。

混合农药标准溶液:根据各农药在质谱中的响应值,逐一吸取一定体积的农药标准储备液分别注入同一容量瓶中,用丙酮稀释至刻度,配制成农药混合标准储备溶液。使用前用丙酮稀释成所需的标准工