

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.218—2008

水果和蔬菜中多种农药残留量的测定

Determination of multi pesticide residues in fruits and vegetables

2008-12-03 发布

2009-03-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 水果和蔬菜中 211 种农药残留量的测定	1
2.1 原理	1
2.2 试剂和材料	1
2.3 仪器和设备	1
2.4 试样制备与保存	2
2.5 测定步骤	2
2.6 结果计算	3
2.7 精密度	3
3 水果和蔬菜中 107 种农药残留量的测定	4
3.1 原理	4
3.2 试剂和材料	4
3.3 仪器和设备	4
3.4 测定步骤	4
3.5 结果计算	5
3.6 回收率和精密度	6
附录 A (规范性附录) 水果和蔬菜中 211 种农药种类和分组及配制溶剂表	7
附录 B (规范性附录) 水果和蔬菜中 107 种农药种类及配制溶剂	14
附录 C (资料性附录) 水果和蔬菜中 211 种农药的保留时间、定量和定性选择离子、线性范围、回收率范围、精密度范围及定量限	16
附录 D (资料性附录) EI 选择离子方式初筛、鉴定水果和蔬菜中 107 种被测农药的鉴别离子及定量限	27
附录 E (资料性附录) 水果和蔬菜中 211 种农药的选择监测离子时间设定参数表	31
附录 F (资料性附录) 水果和蔬菜中 211 种农药标准物气相色谱-质谱选择离子色谱图	34
附录 G (资料性附录) 水果和蔬菜中 107 种农药在色谱柱上的保留时间和比保留值	36
附录 H (资料性附录) 水果和蔬菜中 107 种农药在不同极性色谱柱上的总离子流图	40
附录 I (资料性附录) 水果和蔬菜中 107 种农药的 3 个浓度水平测得的回收率和精密度	41

前 言

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录，附录 C、附录 D、附录 E、附录 F、附录 G、附录 H、附录 I 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准水果和蔬菜中 211 种农药残留量的测定由中华人民共和国吉林出入境检验检疫局、中华人民共和国天津出入境检验检疫局、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、中华人民共和国山西出入境检验检疫局负责起草；水果和蔬菜中 107 种农药残留量的测定由中华人民共和国天津出入境检验检疫局、中华人民共和国吉林出入境检验检疫局、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局负责起草。

本标准水果和蔬菜中 211 种农药残留量的测定主要起草人：牟峻、王明泰、邹明强、许泓、吴剑、赵庆松、卫锋、傅英文、韩大川；水果和蔬菜中 107 种农药残留量的测定主要起草人：许泓、林安清、唐丹舟、牟峻、古珑、卫锋、邹明强、穆乃强。

水果和蔬菜中多种农药残留量的测定

1 范围

本标准规定了水果和蔬菜中 211 种农药残留量的测定方法(见表 A.1 和表 A.2),以及水果和蔬菜中 107 种农药残留量的测定方法(见表 B.1)。

本标准适用于菠菜、大葱、番茄、柑橘、苹果中 211 种农药残留量的测定和苹果、梨、白菜、萝卜、藕、大葱、菠菜、洋葱中 107 种农药残留量的测定。

水果和蔬菜中 211 种农药残留量测定方法的定量限(LOQ)参见表 C.1 和表 C.2,水果和蔬菜中 107 种农药残留量测定方法的定量限(LOQ)参见表 D.1。

2 水果和蔬菜中 211 种农药残留量的测定

2.1 原理

试样中用水-丙酮均质提取,经二氯甲烷液-液分配,以凝胶色谱柱净化,再经活性炭固相柱净化,洗脱液浓缩并溶解定容后,供气相色谱-质谱(GC-MS)测定和确证,外标法定量。

2.2 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为二级水,电导率_{25℃} ≤ 0.10 mS/m。

2.2.1 丙酮(C₃H₆O):残留级。

2.2.2 二氯甲烷(CH₂Cl₂):残留级。

2.2.3 乙酸乙酯(C₄H₈O₂):残留级。

2.2.4 环己烷(Cyclo-C₆H₁₄):残留级。

2.2.5 正己烷(*n*-C₆H₁₄):残留级。

2.2.6 甲醇(CH₄O):残留级。

2.2.7 苯(C₆H₆):残留级。

2.2.8 氯化钠(NaCl):优级纯。

2.2.9 无水硫酸钠(Na₂SO₄):650℃灼烧 4 h,贮于密封容器中备用。

2.2.10 氯化钠水溶液:20 g/L。

2.2.11 活性炭固相萃取柱(pesticarb):0.5 g,或相当者,使用前用 5 mL 正己烷预淋洗。

2.2.12 211 种农药标准品:纯度均 ≥ 93.5%,见表 A.1 和表 A.2。

2.2.13 标准溶液

2.2.13.1 标准储备液:分别准确称取适量的每种农药标准品,用丙酮或相应溶剂(见表 A.1 和表 A.2)配制浓度为 500 μg/mL~1 000 μg/mL 的标准储备液。该溶液可在 0℃~4℃ 冰箱中保存 12 个月。

2.2.13.2 标准中间工作液:根据农药的性质及其在色谱保留时间的不同,将 211 种农药分成 A、B 两组,分别准确移取一定体积的各农药标准储备液,可根据需要用丙酮稀释成适用浓度的 A 组混合标准中间工作液和 B 组混合标准中间工作液。该溶液可在 0℃~4℃ 冰箱中保存 6 个月。

2.2.13.3 混合标准工作液:准确移取一定体积的 A 组混合标准中间工作液和 B 组混合标准中间工作液,可根据需要用正己烷稀释成适用浓度的 A 组混合标准工作液和 B 组混合标准工作液。该溶液可在 0℃~4℃ 冰箱中保存 1 个月。

2.3 仪器和设备

2.3.1 气相色谱-质谱仪:配有电子轰击源(EI)。