

团 体 标 准

T/SLAASS xxxx—2022

木耳中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和 氨基甲酸酯类农药多残留测定

Pesticidy multiresidue screen methods for determination of organophosphorus
Pesticides, organochlorine pesticides, pyrethroid pesticides and
carbamate pesticides in dried fungus

征求意见稿

2022 - xx - xx 发布

2022 - xx - xx 实施

商洛市农学会

发 布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 木耳中 15 种有机磷类农药残留量的测定 气相色谱法	1
4 木耳中 17 种有机氯类、拟除虫菊酯类农药残留量的测定 气相色谱法	4
5 木耳中 4 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定 高效液相色谱法	7
附录 A（资料性）15 种有机磷类农药标准品中文与英文名称、溶剂、组别、保留时间及方法定量限	11
附录 B（资料性）15 种有机磷类农药标准溶液色谱图	12
附录 C（资料性）木耳中 15 种有机磷类农药精密度数据表	14
附录 D（资料性）17 种有机氯和拟除虫菊酯类农药标准品中文与英文名称、溶剂、组别、保留时间及方法定量限	15
附录 E（资料性）17 种有机氯和拟除虫菊酯类农药标准溶液色谱图	17
附录 F（资料性）木耳中 17 种有机氯和拟除虫菊酯类农药精密度数据表	19
附录 G（资料性）4 种氨基甲酸酯类农药标准品中文与英文名称、溶剂选择、保留时间及方法定量限	20
附录 H（资料性）木耳中 4 种氨基甲酸酯类农药标准溶液色谱图	21
附录 I（资料性）4 种氨基甲酸酯类农药精密度数据表	22

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。

本文件由商洛市农产品质量安全中心提出。

本文件由商洛市农学会归口。

本文件起草单位：商洛市农产品质量安全中心、商洛市食品安全检验检测中心。

本标准主要起草人：曹秀荣、董照锋、李俊、李鹏、路康、聂淼、徐盼、赵亚婷、熊潇珪、陈妙妙、徐艳、宋爽、任岗、赵瑞丰、乔怡木。

本文件由商洛市农产品质量安全中心负责解释。

本文件首次发布。

联系信息如下：

单位：商洛市农产品质量安全中心

电话：0914-8080715

地址：陕西省商洛市商州区军民路1号

邮编：726000

木耳中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯 和氨基甲酸酯类农药多残留测定

1 范围

本标准规定了木耳中15种有机磷类农药（参见附录A）、17种有机氯及拟除虫菊酯类农药（参见附录D）残留量的气相色谱测定方法和4种氨基甲酸酯类农药及其代谢物（参见附录G）残留量的液相色谱测定方法。

本标准适用于木耳中15种有机磷类农药、17种有机氯及拟除虫菊酯类农药和4种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 木耳中 15 种有机磷类农药残留量的测定 气相色谱法

3.1 原理

试样中有机磷类农药经乙腈提取，提取液经水浴蒸发浓缩后，用丙酮定容，双自动进样器同时进样，农药组分经不同极性的两根毛细管柱分离，火焰光度检测器(FPD磷滤光片)检测。用双柱的保留时间定性，外标法定量。

3.2 试剂与材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为符合GB/T 6682规定的一级水。

3.2.1 乙腈。

3.2.2 丙酮：色谱纯。

3.2.3 氯化钠：优级纯。

3.2.4 微孔滤膜（尼龙）：13 mm×0.22 μm。

3.2.5 农药标准品：参见附录 A，纯度≥95%。

3.2.6 农药标准溶液

3.2.6.1 单一标准溶液

准确称取 10 mg(精确至 0.1 mg)各农药标准品，分别用丙酮溶解并定容至 10 mL 容量瓶中，配制成 1 000 mg/L 单一农药标准储备液，于-18℃避光保存，有效期 1 年。使用时，根

据各农药在检测器上的响应值,准确吸取适量单一农药标准储备液,用丙酮稀释,配制成所需质量浓度的单一标准溶液。

3.2.6.2 混合标准溶液

按照农药的性质和保留时间,将15种农药分为I、II两个组。按照附录A中组别,根据各农药在检测器上的响应值,逐一准确吸取适量同组别的各农药标准储备液于同一容量瓶中,用丙酮定容至刻度。采用同样方法配制成2组混合农药标准储备液。避光0℃~4℃保存,有效期1个月。使用前用丙酮稀释成所需质量浓度的混合标准溶液。

3.2.6.3 基质混合标准溶液

取1 mL空白基质溶液氮气吹干,用1 mL所需质量浓度的混合标准溶液复溶,过微孔滤膜。基质混合标准工作溶液应现用现配。

注:空白基质溶液处理的称样量应与相应试样处理的称样量一致。

3.3 仪器设备

3.3.1 气相色谱仪:带有双火焰光度检测器(FPD),双塔自动进样器,双分流/不分流进样口。

3.3.2 分析天平:感量0.1 mg和0.01 g。

3.3.3 组织捣碎机。

3.3.4 匀浆机:转速不低于15 000 r/min。

3.3.5 离心机:转速不低于8 000 r/min。

3.3.6 氮吹仪:可控温。

3.3.7 旋涡振荡器。

3.4 试样制备

鲜木耳随机取样品1 kg,切碎,充分混匀,用四分法缩分取样或全部放入组织捣碎机中捣碎成匀浆,按照待检样和备样分装于聚乙烯盒或袋中。

干木耳随机取样品500 g,用四分法缩分取样或全部粉碎后充分混匀,按照待检样和备样分装于聚乙烯盒或袋中。

3.5 试样储存

将试样按照待检样和备样分别存放。鲜木耳试样于-18℃条件下保存,干木耳试样于常温下保存。

3.6 分析步骤

3.6.1 提取

3.6.1.1 鲜木耳

准确称取25.0 g试样(精确至0.01 g)于120 mL聚乙烯离心管中,加入50.0 mL乙腈,15 000 r/min匀浆提取2 min,加入5~7 g氯化钠,盖上盖子,剧烈震荡1 min,8 000 r/min离心5 min。

3.6.1.2 干木耳

准确称取2.0 g试样(精确至0.01 g)于120 mL聚乙烯离心管中,加入30 mL水涡旋混匀,静置30 min。加入50.0 mL乙腈,15 000 r/min匀浆2 min,加入7~9 g氯化钠,盖上盖子,剧烈震荡1 min,8 000 r/min离心5 min。

3.6.2 净化

从离心管中吸取 10.00 mL 乙腈溶液，放入 100 mL 烧杯中，80℃水浴蒸发至近干，取出烧杯，待冷却后加入 2.0 mL 丙酮溶解残留物，将溶液完全转移至 15 mL 刻度试管中，再用 2 mL 丙酮冲洗烧杯，溶液转移至上述同一刻度试管中，并重复两次。将试管中溶液于 50℃水浴条件下氮吹至小于 2 mL，用丙酮定容至 2.0 mL，涡旋混匀，过微孔滤膜，移入两个进样瓶各约 1 mL，供色谱测定。

3.6.3 测定

3.6.3.1 仪器参考条件

a) 色谱柱

A 柱:DB-1701 石英毛细管柱[14%氰丙基苯基-86%甲基聚硅氧烷，30 m×0.25 mm（内径）×0.25 μm]，或相当者。

B 柱:InertCap 1 石英毛细管柱[100%聚甲基硅氧烷，30 m×0.32 mm（内径）×0.25 μm]，或相当者。

b) 温度

进样口温度:220℃。

检测器温度:250℃。

色谱柱温度:150℃保持 2 min；以 8℃/min 的速率升温至 250℃，保持 12 min。

c) 气体及流量载气

载气:氮气，纯度≥99.999%。流速: A 柱 1.6 mL/min，B 柱 2.2 mL/min。

燃气:氢气，纯度≥99.999%，流速 62.5 mL/min。

助燃气:空气，流速为 90 mL/min。

d) 进样量: 1.0 μL。

e) 进样方式: 不分流进样。样品溶液一式两份，由双自动进样器同时进样。

3.6.3.2 色谱分析

将基质混合标准溶液和净化后的试样溶液依次注入色谱仪中进行检测，以双柱保留时间定性，以 A 柱获得的样品溶液峰面积与标准溶液峰面积比较定量。各农药混合标准溶液色谱图参见附录 B。

3.6.4 平行试验

按 3.6.1~3.6.3 的规定对同一样品进行平行试验测定。

3.6.5 空白实验

除不加试样外，按照 3.6.1~3.6.4 的规定进行平行操作。

3.7 结果表述

3.7.1 定性分析

双柱测得样品溶液中未知组分的保留时间(RT)分别与标准溶液在同一色谱柱上的保留时间(RT)相比较，若样品溶液中某组分的两组保留时间与标准溶液中某一农药的两组保留时间相差都在±0.05 min 以内时，此组分可认定为该农药。

3.7.2 定量结果计算

试样中各农药残留量按公式(1)计算。

$$\omega = \frac{V \times A \times V_3}{V_2 \times A_s \times m} \times \rho \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω ——试样中被测物残留量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

V_1 ——提取溶剂总体积, 单位为毫升 (mL);

A ——样品溶液中被测物的色谱峰面积;

V_3 ——样品溶液定容体积, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——吸取出用于检测的提取溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

A_s ——农药标准溶液中被测物的色谱峰面积;

m ——试样的质量, 单位为克 (g);

ρ ——标准溶液中被测物的浓度, 单位为毫克每升 (mg/L)。

计算结果应扣除空白值, 计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示, 保留 2 位有效数字。当结果大于 1 mg/kg 时, 保留 3 位有效数字。

3.8 精密度

3.8.1 在重复性条件下, 获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过重复性限 (r), 参见附录 C。

3.8.2 在再现性条件下, 获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过再现性限 (R), 参见附录 C。

3.9 其他

本方法的定量限为 0.01~0.2 mg/kg (参见附录 A)。

4 木耳中 17 种有机氯类、拟除虫菊酯类农药残留量的测定 气相色谱法

4.1 原理

试样中有机氯类、拟除虫菊酯类农药经乙腈提取, 提取液经离心、浓缩, 采用固相萃取技术分离、净化, 再经氮吹浓缩后, 双自动进样器同时进样, 农药组分经不同极性的两根毛细管柱分离, 电子捕获检测器 (ECD) 检测。双柱保留时间定性, 外标法定量。

4.2 试剂与材料

除另有说明外, 所用试剂均为分析纯, 水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.2.1 乙腈。

4.2.2 丙酮: 色谱纯。

4.2.3 正己烷: 色谱纯。

4.2.4 氯化钠: 优级纯。

4.2.5 固相萃取柱: 弗罗里矽柱, 1 000 mg/6 mL。

4.2.6 微孔滤膜 (尼龙): 13 mm×0.22 μ m。

4.2.7 农药标准品: 参见附录 D, 纯度 $\geq 95\%$ 。

4.2.8 农药标准溶液

4.2.8.1 单一标准溶液

准确称取 10 mg(精确至 0.1 mg)各农药标准品, 分别用正己烷溶解并定容至 10 mL 容量瓶中, 配制成 1 000 mg/L 单一农药标准储备液, 于-18℃避光保存, 有效期 1 年。使用时, 根据各农药在检测器上的响应值, 准确吸取适量单一农药标准储备液, 用正己烷稀释, 配制所需质量浓度的单一标准溶液。

4.2.8.2 混合标准溶液

按照农药的性质和保留时间, 将 17 种农药分为 I、II 两个组。按照附录 D 中组别, 根据各农药在检测器上的响应值, 逐一准确吸取适量同组别的各农药标准储备液于同一容量瓶中, 用正己烷定容至刻度。采用同样方法配制成 2 组混合农药标准储备液。避光 0℃~4℃保存, 有效期 1 个月。使用前用正己烷稀释成所需质量浓度的混合标准溶液。

4.2.8.3 基质混合标准溶液

取 1 mL 空白基质溶液氮气吹干, 用 1 mL 适当质量浓度的混合标准溶液复溶, 过微孔滤膜。基质混合标准工作溶液应现用现配。

注: 空白基质溶液处理的称样量应与相应试样处理的称样量一致。

4.3 仪器设备

4.3.1 气相色谱仪: 带有双电子捕获检测器(ECD), 双塔自动进样器, 双分流/不分流进样口。

4.3.2 分析天平: 感量 0.1 mg 和 0.01 g。

4.3.3 组织捣碎机。

4.3.4 匀浆机: 转速不低于 15 000 r/min。

4.3.5 离心机: 转速不低于 8 000 r/min。

4.3.6 氮吹仪: 可控温

4.3.7 旋涡振荡器。

4.4 试样制备

同 3.4。

4.5 试样储存

同 3.5。

4.6 分析步骤

4.6.1 提取

同 3.6.1。

4.6.2 净化

从离心管中吸取 10.00 mL 乙腈溶液, 放入 100 mL 烧杯中, 80℃水浴蒸发至近干, 取出烧杯备用。

将弗罗里矽柱依次用 5.0 mL 丙酮+正己烷(10+90)、5.0 mL 正己烷预淋洗, 条件化。同时向上述备用烧杯中加入 2.0 mL 正己烷溶解残留物。当净化柱内溶剂液面到达吸附层表面时, 立即下接 15 mL 刻度试管, 并向净化柱中加入烧杯中的溶液, 再用 2 mL 丙酮+正己烷(10+90)冲洗烧杯后过柱, 并重复两次。将试管中净化液在 50℃水浴条件下氮吹至小于 2 mL, 用正己烷定容至 2.0 mL, 涡旋混匀, 过微孔滤膜, 分别移入两个进样瓶各约 1 mL, 供色谱测定。

4.6.3 测定

4.6.3.1 色谱参考条件

a) 色谱柱

A 柱: InertCap 5 石英毛细管柱[5%苯基-95%甲基聚硅氧烷, 30 m×0.32 mm (内径)×0.25 μm], 或相当者。

B 柱: InertCap 17 石英毛细管柱[50%苯基-50%甲基聚硅氧烷, 30 m×0.32 mm (内径)×0.25 μm], 或相当者。

b) 温度

进样口温度: 200℃。

检测器温度: 320℃。

色谱柱温度: 150℃保持 2 min, 然后以 6℃/min 程序升温至 270℃, 保持 16 min。

c) 气体及流量载气:

载气: 氮气, 纯度≥99.999%, 流速 2.3 mL/min。

辅助气: 氮气, 纯度≥99.999%, 流速 26 mL/min

d) 进样量: 1.0 μL

e) 进样方式:

分流进样, 分流比 10:1。样品溶液一式两份, 由双自动进样器同时进样。

4.6.3.2 色谱分析

将基质混合标准溶液和净化后的试样溶液依次注入色谱仪中进行检测, 以双柱保留时间定性, 以 A 柱获得的样品溶液峰面积与标准溶液峰面积比较定量。各农药混合标准溶液色谱图参见附录 E。

4.6.4 平行试验

按 4.6.1~4.6.3 步骤对同一样品进行平行测定。

4.6.5 空白实验

除不加试样外, 均按 4.6.1~4.6.4 测定步骤进行。

4.7 结果表述

4.7.1 定性分析

双柱测得样品溶液中未知组分的保留时间(RT)分别与标准溶液在同一色谱柱上的保留时间(RT)相比较, 如果样品溶液中某组分的两组保留时间与标准溶液中某一农药的两组保留时间相差都在±0.05min 内的可认定为该农药。

4.7.2 定量结果计算

试样中各农药残留量按公式(1)计算。

$$\omega = \frac{V_1 \times A \times V_3}{V_2 \times A_s \times m} \times \rho \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω——试样中被测物残留量, 单位为毫克每千克(mg/kg);

V₁——提取溶剂总体积, 单位为毫升(mL);

A——样品溶液中被测物的色谱峰面积;

V₃——样品溶液定容体积, 单位为毫升(mL);

V_2 ——吸取出用于检测的提取溶液的体积，单位为毫升(mL)；

A_s ——农药标准溶液中被测物的色谱峰面积；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

ρ ——标准溶液中被测物的浓度，单位为毫克每升(mg/L)。

计算结果应扣除空白值，计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，保留 2 位有效数字。当结果大于 1 mg/kg 时，保留 3 位有效数字。

4.8 精密度

4.8.1 在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过重复性限(r)，参见附录 F。

4.8.2 在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过再现性限(R)，参见附录 F。

4.9 其他

本方法的定量限为 0.003~0.07 mg/kg (参见附录 D)。

5 木耳中 4 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定 高效液相色谱法

5.1 原理

试样中氨基甲酸酯类农药及其代谢物经乙腈提取，提取液经离心、浓缩，用固相萃取技术分离、净化，再经氮吹浓缩，用带有荧光检测器和柱后衍生系统的高效液相色谱仪进行检测。保留时间定性，外标法定量。

5.2 试剂与材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.2.1 乙腈。

5.2.2 丙酮：色谱纯。

5.2.3 甲醇：色谱纯。

5.2.4 氯化钠：优级纯。

5.2.5 柱后衍生试剂

5.2.5.1 0.05 mol/L NaOH 溶液。

5.2.5.2 OPA 稀释溶液。

5.2.5.3 邻苯二甲醛(O-Phthalaldehyde, OPA)。

5.2.5.4 巯基乙醇(Thiofluor)。

5.2.5 固相萃取柱：氨基柱，500 mg/6 mL。

5.2.6 微孔滤膜(尼龙)：13 mm×0.22 μm。

5.2.7 农药标准品：参见附录 G，纯度≥95%。

5.2.8 农药标准溶液

5.2.8.1 单一标准溶液

准确称取 10 mg(精确至 0.1 mg)各农药标准品, 分别用甲醇溶解并定容至 10 mL 容量瓶中, 配制成 1 000 mg/L 单一农药标准储备液。避光-18℃保存, 有效期 1 年。使用时, 根据各农药在仪器上的响应值, 准确吸取适量单一农药标准储备液, 用正己烷稀释, 配制成所需质量浓度的单一标准溶液。

5.2.8.2 混合标准溶液

根据各农药在仪器上的响应值, 逐一准确吸取适量各农药标准储备液于同一容量瓶中, 用甲醇定容至刻度。避光 0℃~4℃保存, 有效期 1 个月。使用前用甲醇稀释成所需质量浓度的混合标准溶液。

5.3 仪器设备

5.3.1 高效液相色谱仪: 配有柱后衍生反应装置和荧光检测器(FLD)。

5.3.2 分析天平: 感量 0.1 mg 和 0.01 g。

5.3.3 组织捣碎机。

5.3.4 匀浆机: 转速不低于 15 000 r/min。

5.3.5 离心机: 转速不低于 8 000 r/min。

5.3.6 氮吹仪: 可控温。

5.3.7 旋涡振荡器。

5.4 试样制备

同3.4。

5.5 试样储存

同3.5。

5.6 分析步骤

5.6.1 提取

同3.6.1。

5.6.2 净化

从离心管中吸取 10.00 mL 乙腈溶液, 放入 100 mL 烧杯中, 80℃水浴蒸发至近干, 取出烧杯备用。

将氨基柱用 4.0 mL 甲醇+二氯甲烷(1+99)预淋洗, 条件化。同时向上述备用烧杯中加入 2.0 mL 甲醇+二氯甲烷(1+99)溶解残留物。当净化柱内溶剂液面到达吸附层表面时, 立即下接 15 mL 刻度试管, 并向净化柱中加入烧杯中的溶液, 再用 2 mL 甲醇+二氯甲烷(1+99)冲洗烧杯后过柱, 并重复两次。将试管中净化液在 50℃水浴条件下氮吹至近干, 用甲醇定容至 1.0 mL, 涡旋混匀, 过微孔滤膜, 供色谱测定。

5.6.3 测定

5.6.3.1 色谱参考条件

5.6.3.1.1 色谱柱: C₁₈, 3.9 mm×150 mm×5 μm。

5.6.3.1.2 色谱柱温度: 35±5℃。

5.6.3.1.3 荧光检测器: 荧光激发波长(λ_{ex}) 350 nm, 荧光发射波长(λ_{em}) 397 nm。

5.6.3.1.4 溶剂梯度与流速: 溶剂梯度与流速参见表 1。

5.6.3.1.5 柱后衍生

- a) 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液：流速 0.3 mL/min。
 b) OPA 试剂：流速 0.3 mL/min。
 c) 反应器温度：水解温度，80℃；衍生温度，室温。

5.6.3.1.6 进样体积：20.0 μL。

表 1 溶剂梯度与流速

时间 min	水 %	甲醇 %	乙腈 %	流速 mL/min
0.00	88	12	0	1.5
5.30	88	12	0	1.5
5.40	68	16	16	1.5
14.00	68	16	16	1.5
16.10	50	25	25	1.5
20.00	50	25	25	1.5
22.00	88	12	0	1.5
24.00	88	12	0	1.5

5.6.3.2 色谱分析

将混合标准溶液和净化后的试样溶液依次注入色谱仪中进行检测，以保留时间定性，以样品溶液峰面积与标准溶液峰面积比较定量。各农药混合标准溶液色谱图参见附录 H。

5.6.4 平行试验

按 5.6.1~5.6.3 步骤对同一样品进行平行测定。

5.6.5 空白实验

除不加试样外，均按 5.6.1~5.6.4 测定步骤进行。

5.7 结果计算

试样中各农药残留量按公式(1)计算。

$$\omega = \frac{V_1 \times A \times V_3}{V_2 \times A_s \times m} \times \rho \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ω——试样中被测物残留量，单位为毫克每千克(mg/kg)；
 V₁——提取溶剂总体积，单位为毫升(mL)；
 A——样品溶液中被测物的色谱峰面积；
 V₃——样品溶液定容体积，单位为毫升(mL)；
 V₂——吸取出用于检测的提取溶液的体积，单位为毫升(mL)；
 A_s——农药标准溶液中被测物的色谱峰面积；
 m——试样的质量，单位为克(g)；
 ρ——标准溶液中被测物的浓度，单位为毫克每升(mg/L)。

计算结果应扣除空白值，计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，保留 2 位有效数字。当结果大于 1 mg/kg 时，保留 3 位有效数字。

5.8 精密度

5.8.1 在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过重复性限(r),参见附录 I。

5.8.2 在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过再现性限(R),参见附录 I。

5.9 其他

本方法的定量限为 0.03~0.1 mg/kg(参见附录 E)。

附录A

(资料性)

15种有机磷类农药标准品中文与英文名称、溶剂、组别、保留时间及方法定量限

15种有机磷类农药标准品中文与英文名称、溶剂、组别、保留时间及方法定量限，见表A.1。

表A.1 15种有机磷类农药标准品中文与英文名称、溶剂、组别、保留时间及方法定量限

序号	农药中文名	农药英文名	溶剂	组别	保留时间 (min)		定量限 mg/kg
					A 柱	B 柱	
1	乙酰甲胺磷	acephate	丙酮	I	4.767	7.64	0.02
2	甲拌磷	phorate	丙酮	I	6.515	8.60	0.01
3	二嗪磷	diazinon	丙酮	I	7.366	9.46	0.01
4	毒死蜱	malathion	丙酮	I	8.937	12.98	0.01
5	马拉硫磷	chlorpyrifos	丙酮	I	9.254	12.38	0.01
6	甲基异柳磷	isofenphos-methyl	丙酮	I	9.841	13.93	0.01
7	丙溴磷	profenofos	丙酮	I	11.426	15.69	0.02
8	三唑磷	triazophos	丙酮	I	12.877	19.33	0.03
9	甲胺磷	methamidophos	丙酮	II	3.780	5.66	0.01
10	氧乐果	omethoate	丙酮	II	5.650	9.47	0.02
11	乐果	dimethoate	丙酮	II	6.578	11.19	0.01
12	甲基对硫磷	Parathion-methyl	丙酮	II	8.093	12.55	0.01
13	杀螟硫磷	fenitrothion	丙酮	II	8.658	13.18	0.01
14	亚胺硫磷	phosmet	丙酮	II	9.222	13.76	0.2
15	伏杀硫磷	phosalone	丙酮	II	9.222	14.34	0.09

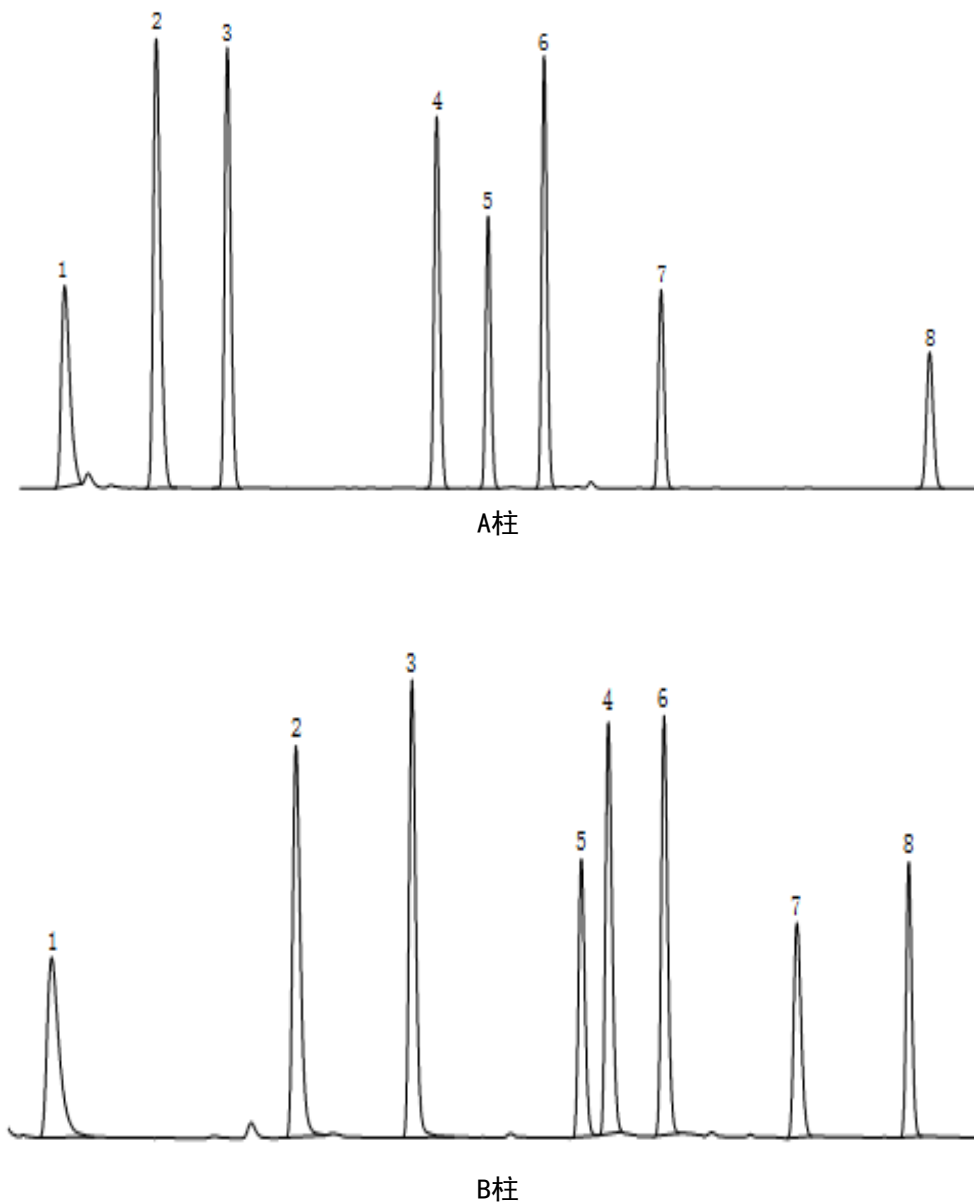
附录B

(资料性)

15种有机磷类农药混合标准溶液色谱图

15种有机磷类农药混合标准溶液色谱图见图B. 1~B. 2。

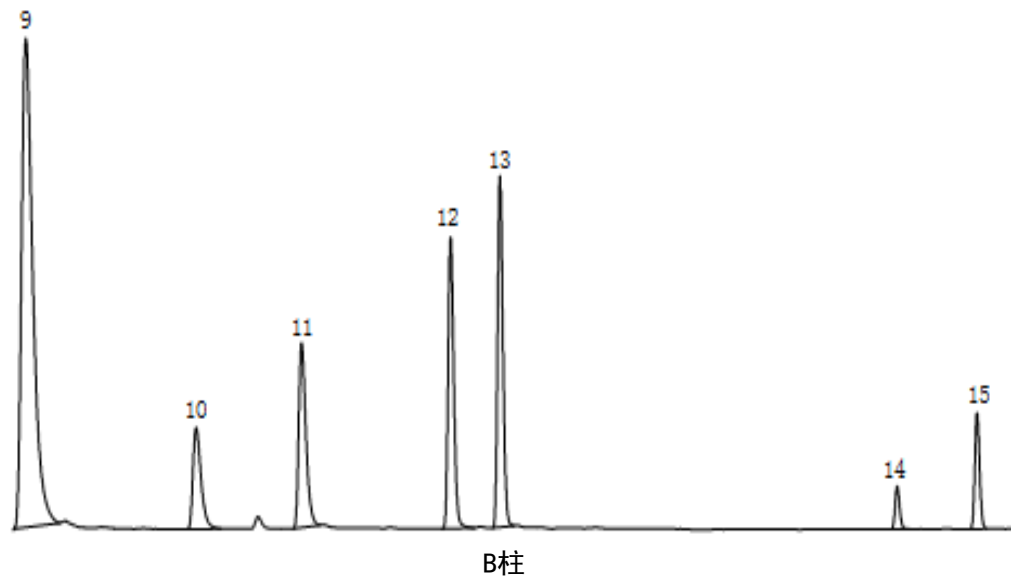
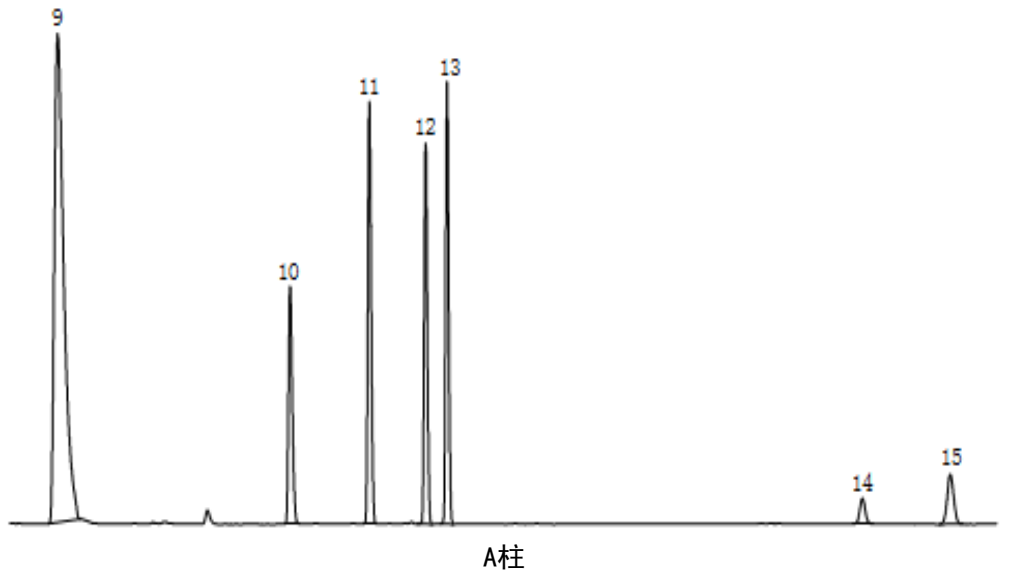
图B. 1 第Ⅰ组有机磷类农药混合标准溶液色谱图



1—乙酰甲胺磷
2—甲拌磷
3—二嗪磷
4—毒死蜱

5—马拉硫磷
6—甲基异柳磷
7—丙溴磷
8—三唑磷

图B.2 第Ⅱ组有机磷类农药混合标准溶液色谱图



9—甲胺磷
 10—氧乐果
 11—乐果
 12—甲基对硫磷

13—杀螟硫磷
 14—亚胺硫磷
 15—伏杀硫磷

附录C
(资料性)
木耳中15种有机磷类农药精密度数据表

木耳中15种有机磷类农药精密度数据表见表C. 1。

表C. 1 木耳中15种有机磷类农药精密度数据表

序号	农药中文名	农药英文名	质量浓度 mg/kg	重复性限 (r)	再现性限 (R)	质量浓度 mg/kg	重复性限 (r)	再现性限 (R)	质量浓度 mg/kg	重复性限 (r)	再现性限 (R)
1	乙酰甲胺磷	acephate	0.05	0.0064	0.0086	0.1	0.0122	0.0207	0.5	0.0527	0.0900
2	甲拌磷	phorate	0.05	0.0042	0.0081	0.1	0.0087	0.0178	0.5	0.0351	0.1035
3	二嗪磷	diazinon	0.05	0.0053	0.0093	0.1	0.0074	0.0193	0.5	0.0384	0.0812
4	毒死蜱	malathion	0.05	0.0033	0.0078	0.1	0.0054	0.0178	0.5	0.0188	0.0602
5	马拉硫磷	chlorpyrifos	0.05	0.0043	0.0079	0.1	0.0062	0.0127	0.5	0.0331	0.0711
6	甲基异柳磷	isofenphos-methyl	0.05	0.0051	0.0085	0.1	0.0081	0.0119	0.5	0.0237	0.0498
7	丙溴磷	profenofos	0.05	0.0049	0.0061	0.1	0.0065	0.0134	0.5	0.0328	0.0566
8	三唑磷	triazophos	0.05	0.0051	0.0064	0.1	0.0899	0.0110	0.5	0.0261	0.0633
9	甲胺磷	methamidophos	0.05	0.0029	0.0057	0.1	0.0090	0.0177	0.5	0.0194	0.0396
10	氧乐果	omethoate	0.05	0.0066	0.0103	0.1	0.0087	0.0268	0.5	0.0306	0.0512
11	乐果	dimethoate	0.05	0.0050	0.0093	0.1	0.0130	0.0274	0.5	0.0161	0.0689
12	甲基对硫磷	Parathion-methyl	0.05	0.0029	0.0098	0.1	0.0069	0.0128	0.5	0.0217	0.0702
13	杀螟硫磷	fenitrothion	0.05	0.0043	0.0086	0.1	0.0087	0.0131	0.5	0.0314	0.0439
14	亚胺硫磷	phosmet	0.2	0.0163	0.0236	0.4	0.0272	0.0511	2.0	0.1001	0.1996
15	伏杀硫磷	phosalone	0.2	0.0158	0.0276	0.4	0.0333	0.0466	2.0	0.1489	0.2563

附录D

(资料性)

17种有机氯和拟除虫菊酯类农药标准品中文与英文名称、溶剂、组别、保留时间及方法定量限

17种有机氯和拟除虫菊酯类农药标准品中文与英文名称、溶剂、组别、保留时间及方法定量限见表D.1。

表D.1 17种有机氯和拟除虫菊酯类农药标准品中文与英文名称、溶剂、组别、保留时间及方法定量限

序号	农药中文名	农药英文名	溶剂	组别	保留时间 (min)		定量限 (mg/kg)
					A 柱	B 柱	
1	α -666	α -BHC	正己烷	I	7.206	9.596	0.003
2	β -666	β -BHC	正己烷	I	7.932	10.974	0.007
3	γ -666	γ -BHC	正己烷	I	8.122	11.877	0.004
4	δ -666	δ -BHC	正己烷	I	8.792	12.651	0.004
5	异菌脲	Iprodione	正己烷	I	18.031	21.331	0.02
6	氟氯氰菊酯-1	Cyfluthrin-1	正己烷	I	22.263	25.891	0.03
	氟氯氰菊酯-2	Cyfluthrin-2			22.43	26.148	0.02
	氟氯氰菊酯-3	Cyfluthrin-3			22.572	26.412	0.04
	氟氯氰菊酯-4	Cyfluthrin-4			22.635	——	0.04
7	氟氰戊菊酯-1	Flucythrinate-1	正己烷	I	23.242	27.665	0.03
	氟氰戊菊酯-2	Flucythrinate-2			23.638	28.413	0.03

表D.1 (续)

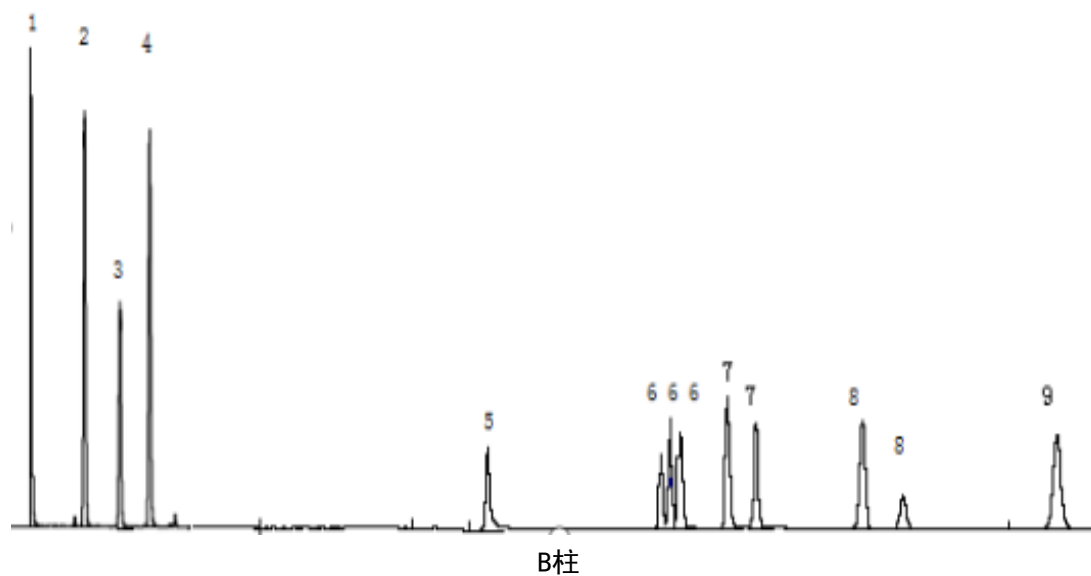
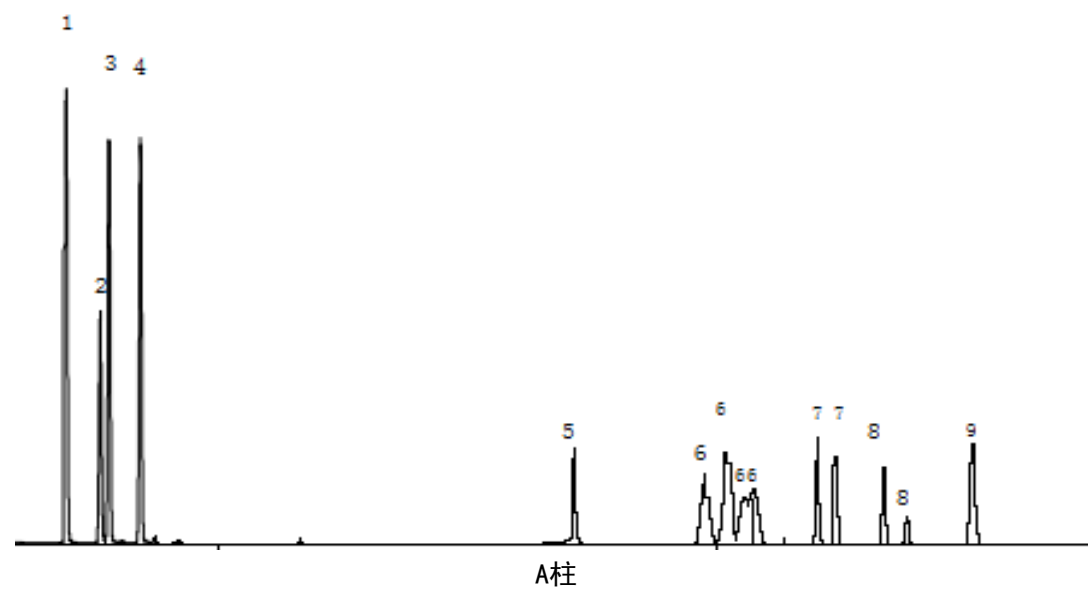
序号	农药中文名	农药英文	溶剂	组别	保留时间 (min)		定量限 (mg/kg)
					A 柱	B 柱	
8	氰戊菊酯-1	Fenvalerate-1	正己烷	I	24.678	31.215	0.02
	氰戊菊酯-2	Fenvalerate-2			25.187	32.267	0.05
9	溴氰菊酯	deltamethrin	正己烷	I	26.618	36.322	0.02
10	五氯硝基苯	pentachloronitrobenzene	正己烷	II	8.265	10.905	0.0002
11	百菌清	chlorothalonil	正己烷	II	8.935	13.168	0.003
12	腐霉利	procymidone	正己烷	II	13.047	15.978	0.01
13	联苯菊酯	bifenthrin	正己烷	II	18.492	19.992	0.02
14	甲氰菊酯	fenpropathrin	正己烷	II	18.640	21.234	0.01
15	高效氯氟氰菊酯	cyhalothrin	正己烷	II	20.136	21.994	0.007
16	氯氰菊酯-1	Cypermethrin-1	正己烷	II	22.804	27.212	0.03
	氯氰菊酯-2	cypermethrin-2			22.991	27.546	0.02
	氯氰菊酯-3	cypermethrin-3			23.138	27.836	0.03
	氯氰菊酯-4	cypermethrin-4			23.200	——	0.03
17	氟胺氰菊酯-1	tau-fluvalinate-1	正己烷	II	25.245	29.358	0.02
	氟胺氰菊酯-2	tau-fluvalinate-2			25.419	29.759	0.02

附录E
(资料性)

17种有机氯和拟除虫菊酯类农药混合标准溶液色谱图

17种有机氯和拟除虫菊酯类农药混合标准溶液色谱图见图E. 1~E. 2。

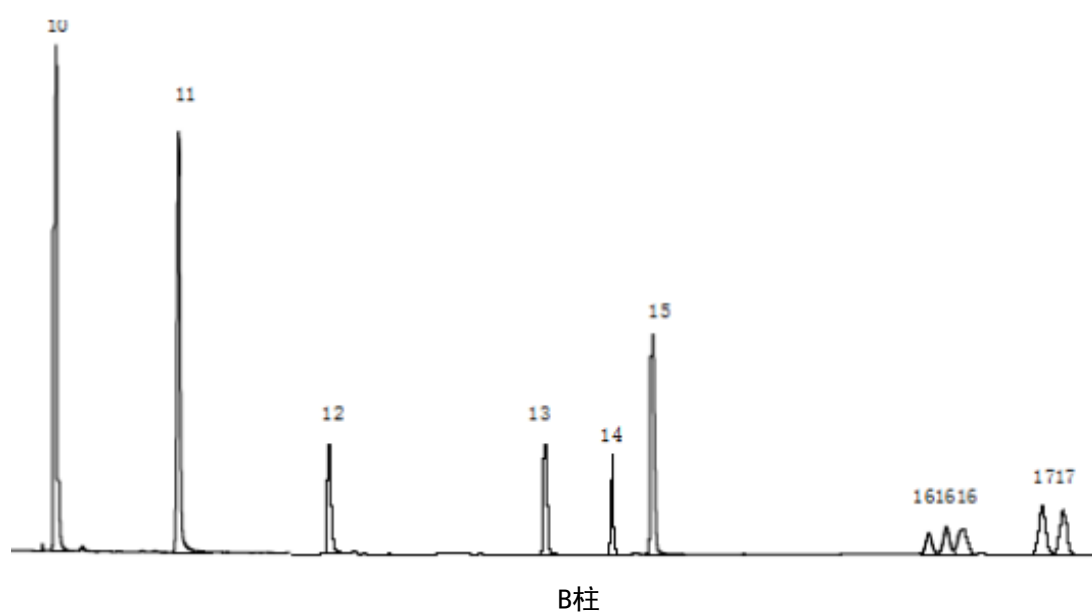
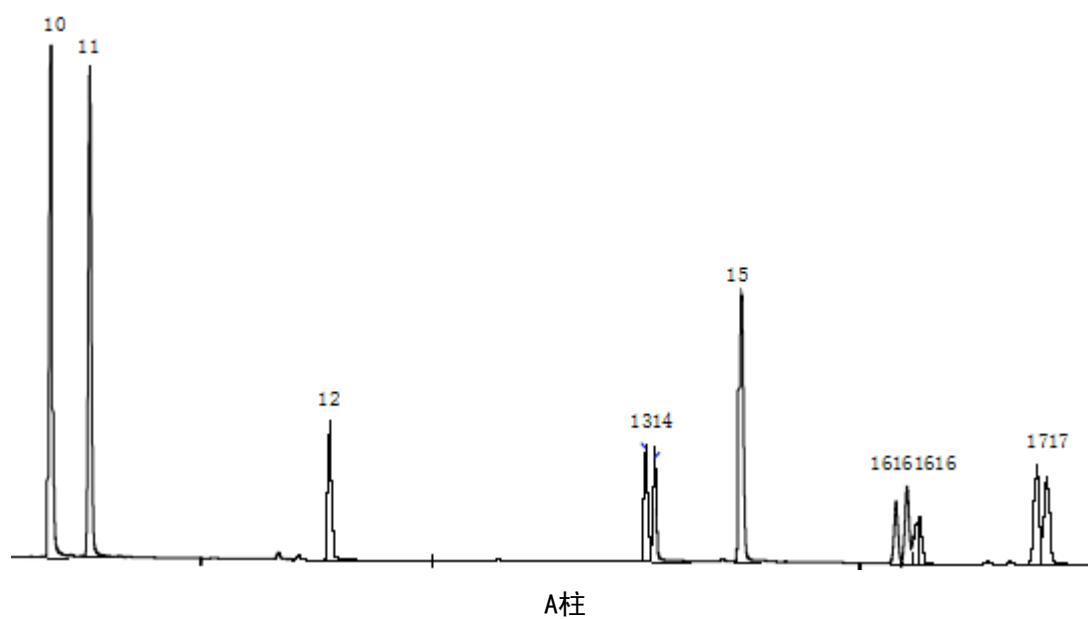
图E. 1 第 I 组有机氯和拟除虫菊酯类农药混合标准溶液色谱图



1—— α -666
2—— β -666
3—— γ -666
4—— δ -666
5——异菌脲

6——氟氯氰菊酯
7——氟氰戊菊酯
8——氰戊菊酯
9——溴氰菊酯

图E. 2 第II组有机氯和拟除虫菊酯类农药混合标准溶液色谱图



10——五氯硝基苯
11——百菌清
12——腐霉利
13——联苯菊酯

14——甲氰菊酯
15——高效氯氟氰菊酯
16——氯氰菊酯
17——氟胺氰菊酯

附录F

(资料性)

木耳中17种有机氯和拟除虫菊酯类农药精密度数据表

木耳中17种有机氯和拟除虫菊酯类农药精密度数据表见表F. 1。

表F. 1 木耳中17种有机氯和拟除虫菊酯类农药精密度数据表

序号	中文名	英文	质量浓度 mg/kg	重复性限 (r)	再现性限 (R)	质量浓度 mg/kg	重复性限 (r)	再现性限 (R)	质量浓度 mg/kg	重复性限 (r)	再现性限 (R)
1	α-666	α-BHC	0.05	0.0036	0.0061	0.1	0.0082	0.0248	0.5	0.0256	0.1032
2	β-666	β-BHC	0.05	0.0034	0.0073	0.1	0.0093	0.0137	0.5	0.0383	0.0999
3	δ-666	δ-BHC	0.05	0.0028	0.0066	0.1	0.0079	0.0193	0.5	0.0498	0.0971
4	ε-666	ε-BHC	0.05	0.0041	0.0087	0.1	0.0073	0.0188	0.5	0.0564	0.1108
5	联苯菊酯	bifenthrin	0.1	0.0069	0.0098	0.2	0.0133	0.0225	1.0	0.0976	0.1625
6	氟氯氰菊酯	Cyfluthrin	0.1	0.088	0.0201	0.2	0.0121	0.0246	1.0	0.0888	0.1352
7	氟氰戊菊酯	Flucythrinate	0.1	0.0048	0.0109	0.2	0.0163	0.0232	1.0	0.0764	0.1229
8	氰戊菊酯	Fenvalerate	0.1	0.0072	0.0213	0.2	0.0126	0.0211	1.0	0.0446	0.1273
9	溴氰菊酯	deltamethrin	0.1	0.0085	0.0137	0.2	0.0104	0.0257	1.0	0.0958	0.1087
10	百菌清	chlorothalonil	0.05	0.0064	0.0093	0.1	0.0069	0.0191	0.5	0.0366	0.1230
12	异菌脲	Iprodione	0.1	0.0059	0.0101	0.2	0.0162	0.0277	1.0	0.0769	0.1416
13	三氯杀螨醇	dicofol	0.05	0.0036	0.0069	0.1	0.0078	0.0166	0.5	0.0396	0.0854
14	甲氰菊酯	fenpropathrin	0.1	0.0057	0.0145	0.2	0.0113	0.0245	1.0	0.0899	0.1508
15	氯氟氰菊酯	cyhalothrin	0.1	0.0080	0.0114	0.2	0.0124	0.0261	1.0	0.0741	0.1426
16	氯氰菊酯	Cypermethrin	0.1	0.0038	0.0089	0.2	0.0117	0.0271	1.0	0.0777	0.1395
17	氟胺氰菊酯	tau-fluvalinate	0.1	0.0073	0.0114	0.2	0.0149	0.0252	1.0	0.0952	0.1383

附录G

(资料性)

4种氨基甲酸酯类农药标准品中文与英文名称、溶剂、保留时间及方法定量限

4种氨基甲酸酯类农药标准品中文与英文名称、溶剂选择、保留时间及方法定量限见表G. 1。

表G. 1 4种氨基甲酸酯类农药标准品中文与英文名称、溶剂选择、保留时间及方法定量限

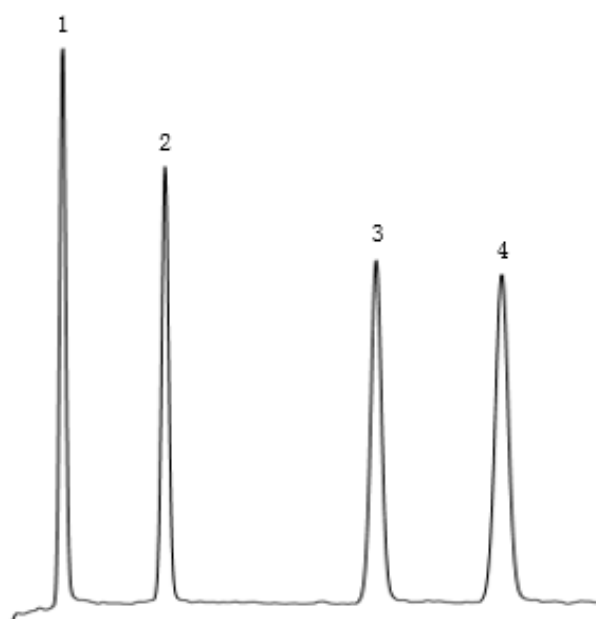
序号	农药中文名	农药英文名	溶剂	保留时间 min	定量限 mg/kg
1	3-羟基克百威	3-hydroxycarbofuran	甲醇	7.871	0.03
2	涕灭威	aldicarb	甲醇	9.524	0.06
3	克百威	carbofuran	甲醇	12.478	0.09
4	甲萘威	carbaryl	甲醇	14.252	0.1

附录H
(资料性)

4种氨基甲酸酯类农药混合标准溶液色谱图

4种氨基甲酸酯类农药混合标准溶液色谱图见图H. 1。

图H. 1 4种氨基甲酸酯类农药混合标准溶液色谱图



1——3-羟基克百威；
2——涕灭威；

3——克百威；
4——甲萘威。

附录I
(资料性)
木耳中4种氨基甲酸酯类农药精密度数据表

木耳中4种氨基甲酸酯类农药精密度数据表见表I. 1。

表I. 1 木耳中4种氨基甲酸酯类农药精密度数据表

序号	中文名	英文	质量浓度 mg/kg	重复性限 (r)	再现性限 (R)	质量浓度 mg/kg	重复性限 (r)	再现性限 (R)	质量浓度 mg/kg	重复性限 (r)	再现性限 (R)
1	3-羟基克百威	3-hydroxycarbofuran	0.05	0.0033	0.0076	0.1	0.0083	0.0276	0.5	0.0178	0.1323
2	涕灭威	aldicarb	0.1	0.0069	0.0117	0.2	0.0174	0.0285	1.0	0.0977	0.1410
3	克百威	carbofuran	0.1	0.0042	0.0097	0.2	0.0156	0.0212	1.0	0.0815	0.1065
4	甲萘威	carbaryl	0.1	0.0051	0.0110	0.2	0.0168	0.0266	1.0	0.0932	0.1198

