

团 体 标 准

T/GDNB XXXX—2024

植物性农产品中多种类农药及其代谢物残留量的测定

Determination of multiple pesticides and metabolites residues in foods of plant origin

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

广东省农业标准化协会 发布

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。

本文件分为四个部分：

- 第1部分 植物性农产品中有机磷类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法；
 - 第2部分 植物性农产品中有机氯、拟除虫菊酯等多种类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法；
 - 第3部分 植物性农产品中多种类农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法
 - 第4部分 植物性农产品中多种类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法
- 本部分为T/GDNB XXXX—2024第1部分。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广州市农产品质量安全监督所提出，广东省农业标准化协会归口。本文件知识产权归广州市农产品质量安全监督所所有。

本文件起草单位：广州市农产品质量安全监督所、深圳市质量安全检验检测研究院、东莞市农产品质量安全监督检测所、广电计量检测集团股份有限公司、广州南沙明曦检测服务有限公司、广州市增城区农产品推广与质量安全监督所

本文件主要起草人：

第 1 部分 植物性农产品中有机磷类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本文件描述了植物性农产品中甲胺磷、氧乐果、甲基异柳磷等40种有机磷农药及其代谢物残留量的气相色谱测定方法。

本文件适用于蔬菜、水果、食用菌、茶叶（鲜）、中药材（鲜）、食用花卉等植物性农产品中40种农药及其代谢物残留量的检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 2763.1 食品安全国家标准 食品中2,4-滴丁酸钠盐等112种农药最大残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 残留物 residue definition

由于使用农药而在食品、农产品和动物饲料中出现的任何特定物质，包括被认为具有毒理学意义的农药衍生物，如农药转化物、代谢物、反应产物及杂质等。

4 原理

试样用乙腈提取，提取溶液经净化、浓缩后，使用带火焰光度检测器的气相色谱仪检测，根据双柱色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯的试剂，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈（CH₃CN，CAS 号：75-05-8）：色谱纯；

5.1.2 丙酮（C₃H₆O，CAS 号：67-64-1）；

5.1.3 氯化钠（NaCl，CAS 号：7647-14-5）；

5.2 标准品

42种农药及其代谢物标准品，参见附录A，纯度≥95%。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 标准储备溶液（1000 mg/L）：准确称取 10 mg（精确至 0.1 mg）各农药标准品，用丙酮溶解并定容至 10 mL，避光-18℃保存，有效期 1 年。也可以直接购买商品化标准储备液。

5.3.2 混合标准溶液（I、II）：详见附录 A，将 42 种有机磷类农药及其代谢物分成 2 组，分别准确吸取 0.100 mL 农药标准储备溶液（5.3.1）于 10 mL 容量瓶中，用丙酮定容至刻度。可将配制好的混合标准溶液分装于安瓿瓶或其他类似储存容器，分次取出使用，避免反复冻融。混合标准溶液避光-18℃保存，有效期 3 个月。

5.4 材料

5.4.1 微孔滤膜（有机相）：13mm×0.22μm。

6 仪器

6.1 气相色谱仪：配有火焰光度检测器（FPD 磷滤光片）。

6.2 分析天平：感量 0.01 mg 和 0.01 g。

6.3 离心机：转速不低于 4000 r/min。

6.4 组织捣碎机。

6.5 氮吹仪：可控温。

6.6 涡旋振荡器。

7 试样制备

7.1 试样制备

样品检测部位按照 GB 2763 中附录 A 的规定执行。

7.1.1 高含水量样品制备

待检样品总量大于 1 kg 时，分取具有代表性的样品检测部位 1 kg 左右；样品总量小于 1 kg 时，按检测部位取全部样品；将待制备样品放入组织捣碎机中匀浆，放入聚乙烯瓶或样品袋中存放。

7.1.2 低含水量样品制备

食用花卉、中药材（鲜样）、茶叶（鲜样）、蔬菜等样品含水量较少（低于 75%）时，按照取样部位分取约 1 kg 代表性样品，将其切碎，充分混匀，称取 400.00 g，添加 200.00 g 三级水，使用组织捣碎机匀浆后，放入聚乙烯瓶或样品袋中存放。

7.2 试样储存

将试样按不同性质分别存放，于 -20℃～-16℃ 条件下保存。

8 分析步骤

8.1 提取

准确称取 10 g (7.1.1, 精确至 0.01 g) 或 15 g (7.1.2, 精确至 0.01 g) 试样于 50 mL 塑料离心管中, 加入 20 mL 乙腈, 在振荡器上漩涡振荡 10 min, 加入 4 g 氯化钠, 再振荡 5 min。将离心管于 4000 r/min 以上速度离心 5 min, 使乙腈提取液与样品及水相分层。

8.2 浓缩净化

从 50 mL 离心管中准确吸取 4 mL 上清液于 10 mL 玻璃离心管中, 将玻璃离心管放在 50°C 水浴中氮吹蒸发近干, 加入 2 mL 丙酮复溶, 过 0.2 μm 滤膜 (5.4.1), 分别装于两个样品瓶中, 用于测定。

8.3 测定

8.3.1 气相色谱参考条件

a) 色谱柱:

A 柱: (14%氰丙基-苯基)-甲基聚硅氧烷 (DB-1701P) 柱, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm ; 或相当者;

B 柱: (5%-苯基)-甲基聚硅氧烷(DB-5)柱, 30m \times 0.25mm \times 0.25 μm ; 或相当者;

b) 色谱柱温度: 初温 60°C, 保持 0.5min, 以 10°C/min 升至 180°C, 以 30°C/min 升至 270°C, 保持 15 min;

c) 载气: 氮气, 纯度 \geq 99.999%;

d) A 柱进样口压力: 20 psi; B 柱进样口压力: 15 psi。

e) 进样口温度: 250°C;

f) 检测器温度: 250°C;

g) 进样方式: 不分流进样;

h) 进样量: 2 μL ;

i) 燃气: 氢气, 流速 150 mL/min;

助燃气: 空气, 流速 110 mL/min;

若气相色谱仪配置有双进样口、双 FPD 检测器, 可分别安装 (8.2.1a) 中 A 柱、B 柱同时对两瓶样品进行测定, 也可以安装两条 A 柱分析不同样品, 对有检出待测有机磷农药的样品再用 B 柱分析另一瓶样品; 若仅配置一个进样口和检测器, 则先用 A 柱进行测定, 若样品中有检出待测有机磷农药, 更换色谱柱 B 后, 对另一瓶样品进行检测。

8.3.2 基质匹配标准工作曲线

选择与被测样品性质相同或相似的空白样品按照 8.1 部分进行前处理, 得到空白基质溶液。精确吸取一定量的混合标准溶液, 逐级用空白基质溶液稀释成质量浓度为 0.010 mg/L、0.040 mg/L、0.10 mg/L、0.40 mg/L 和 1.00 mg/L 的基质匹配标准工作溶液, 供气相色谱仪测定。以农药色谱峰面积为纵坐标, 相对应的基质匹配标准工作溶液质量浓度为横坐标, 绘制基质匹配标准工作曲线。

8.3.3 定性及定量

8.3.3.1 定性测定

以目标农药的保留时间定性。被测试样中目标农药在 A 柱、B 柱上色谱峰的保留时间与相应标准色谱峰的保留时间相比较, 相对误差应在 \pm 0.03 min 之内, 可确认目标农药组分检出。

8.3.3.2 定量测定

若样品中不存在干扰物质, 以 A 柱检测结果用外标法定量, 若 A 柱检测样品存在干扰物质, 以 B 柱检测结果进行定量。可以使用校准曲线或单浓度点进行定量, 单点定量时, 选用与待测物浓度接近的标准溶液进行定量。

8.4 试样溶液的测定

将基质匹配标准工作溶液和试样溶液依次注入气相色谱仪中，保留时间定性，测得目标农药色谱峰面积，根据式（1），得到各农药组分含量。待测样液中农药的响应值应在仪器检测的定量测定线性范围之内，超过线性范围时应根据测定浓度进行适当倍数稀释后再进行分析。

8.5 平行试验

按以上步骤对同一试样进行平行试验测定。对于检出农药含量在限量值临界值或超标的样品，要求做平行试验，结果以平行试验平均值表示。

8.6 空白试验

除不加试样外，采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

9 结果计算

试样中各农药残留量以质量分数 ω 计，单位为毫克每千克(mg / kg)，按公式(1)计算

$$\omega = \frac{\rho \times V \times V_2}{m \times V_1} \times f \quad (1)$$

式中：

ω ——试样中农药残留的含量（单位：mg/kg）；

ρ ——试样中被测物的质量浓度（单位：mg/L）；

f ——试样待测液稀释或浓缩倍数；

V ——提取液体积（单位：mL）；

V_1 ——分取体积（单位：mL）；

V_2 ——定容体积（单位：mL）；

m ——试样质量（单位：g）；

计算结果以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示，保留两位有效数字，含量超过 1 mg/kg 时保留三位有效数字。

10 精密度

将 40 种有机磷农药或代谢物混合标准溶液在 0.01 mg/kg、0.050 mg/kg 和 0.20 mg/kg 三个水平添加到植物性农产品中进行方法的精密度试验，方法的添加回收率在 65%~110%之间，变异系数小于 20%。

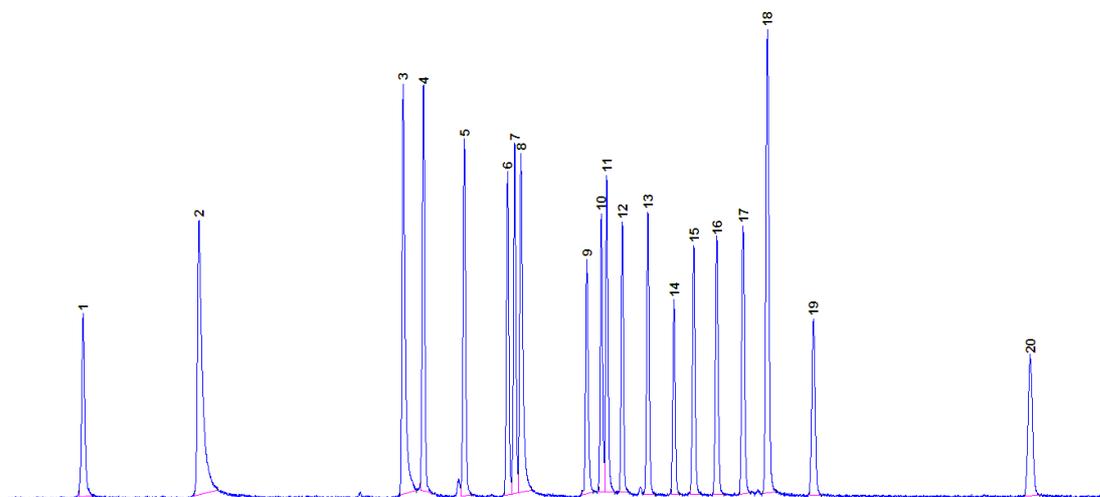
平行试样中样品中含量大于 1mg/kg 时，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%；小于或等于 1 mg/kg 时，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

11 其它

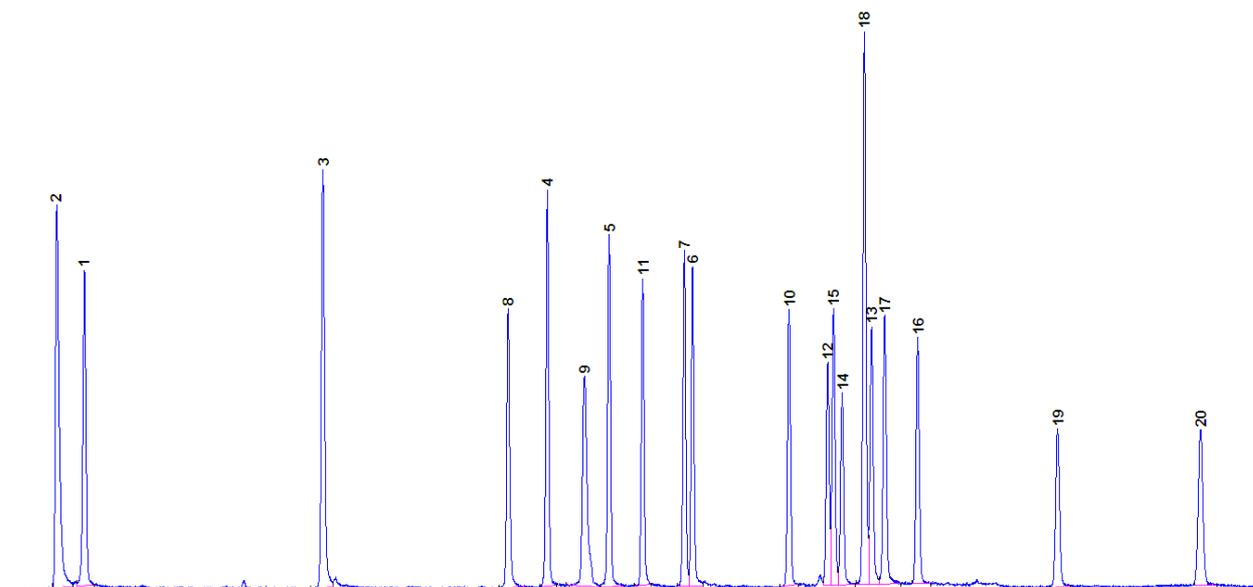
本文件方法对各种化合物的定量限为 0.01 mg/kg~0.03 mg/kg（参见附录 B）。

12 色谱图

色谱图见图1~图2，质量浓度为0.040 mg/L~0.10 mg/L标准溶液。



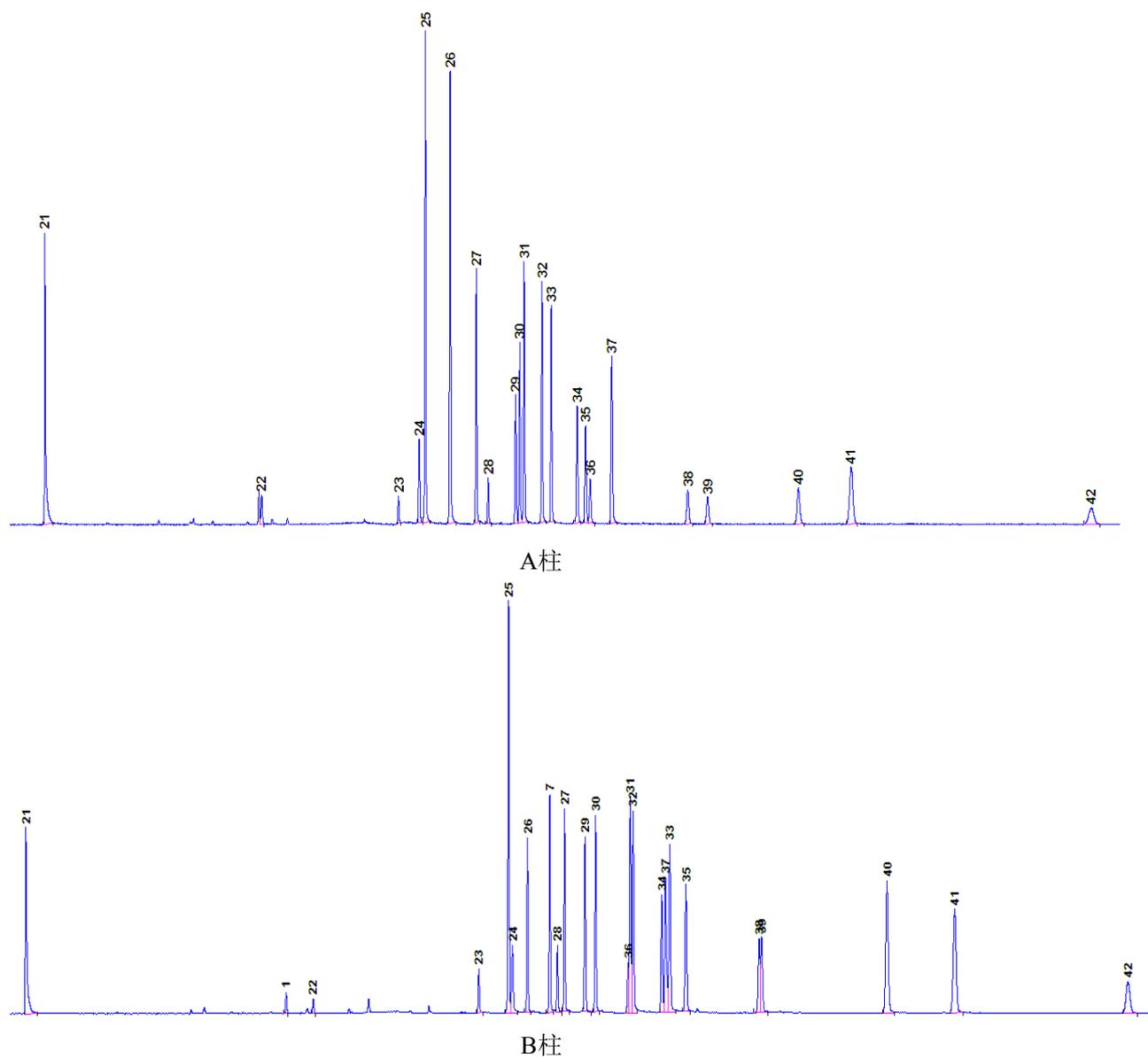
A柱



B柱

说明：1—敌敌畏，2—甲胺磷，3—乙酰甲胺磷，4—灭线磷，5—甲拌磷，6—二嗪磷，7—特丁硫磷，8—氧乐果，9—久效磷，10—甲基毒死蜱，11—乐果，12—甲基嘧啶磷，13—毒死蜱，14—马拉硫磷，15—杀螟硫磷，16—甲基异柳磷，17—水胺硫磷，18—甲拌磷砒，19—丙溴磷，20—三唑磷。

图1 第I组农药标准溶液



说明：21—敌百虫，22—特丁硫磷亚砷，23—内吸磷-S，24—硫线磷，25—治螟磷，26—内吸磷-O，27—氯唑磷，28—磷胺1，29—磷胺2，30—甲基对硫磷，31—倍硫磷，32—对硫磷，33—啶硫磷，34—特丁硫磷砷，35—杀扑磷，36—甲基硫环磷，37—硫环磷，38—倍硫磷亚砷，39—倍硫磷砷，40—亚胺硫磷，41—伏杀硫磷，42—蝇毒磷

图2 第II组农药标准溶液

附录 A
 (资料性附录)
 40 种农药及其代谢物中英文名称、CAS 号和分组

表 A.40 种农药及其代谢物中英文名称、CAS 号、分子式和分组

序号	中文名称	英文名	CAS 号	分子式	分组
1	敌敌畏	Dichlorvos	62-73-7	C ₄ H ₇ Cl ₂ O ₄ P	I
2	甲胺磷	Methamidaphos	10265-92-6	C ₂ H ₈ NO ₂ PS	I
3	乙酰甲胺磷	Acephate	30560-19-1	C ₄ H ₁₀ NO ₃ PS	I
4	灭线磷	Ethoprophos	13194-48-4	C ₈ H ₁₉ O ₂ PS ₂	I
5	甲拌磷	Phorate	298-02-2	C ₇ H ₁₇ O ₂ PS ₃	I
6	二嗪磷	Diazinon	333-41-5	C ₁₂ H ₂₁ N ₂ O ₃ PS	I
7	特丁硫磷	Terbufos	13071-79-9	C ₉ H ₂₁ O ₂ PS ₃	I
8	氧乐果	Omethoate	1113-02-6	C ₅ H ₁₂ NO ₄ PS	I
9	久效磷	Monocrotophos	2157-98-4	C ₇ H ₁₄ NO ₅ P	I
10	甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-methyl	5598-13-0	C ₇ H ₇ Cl ₃ NO ₃ PS	I
11	乐果	Dinmethoate	60-51-5	C ₅ H ₁₂ NO ₃ PS ₂	I
12	甲基嘧啶磷	Pyrimiphos-methyl	29232-93-7	C ₁₁ H ₂₀ N ₃ O ₃ PS	I
13	毒死蜱	Chlorpyrifos	2921-88-2	C ₉ H ₁₁ Cl ₃ NO ₃ PS	I
14	马拉硫磷	Malathion	121-75-5	C ₁₀ H ₁₉ O ₆ PS ₂	I
15	杀螟硫磷	Fenitrothion	122-14-5	C ₉ H ₁₂ NO ₅ PS	I
16	甲基异柳磷	Isofenphos-methyl	99675-03-3	C ₁₄ H ₂₂ NO ₄ PS	I
17	水胺硫磷	Isocarbophos	24353-61-5	C ₁₁ H ₁₆ NO ₄ PS	I
18	甲拌磷砒	Phorate sulfone	2588/4/7	C ₇ H ₁₇ O ₄ PS ₃	I
19	丙溴磷	Profenofos	41198-08-7	C ₁₁ H ₁₅ BrClO ₃ PS	I
20	三唑磷	Triazophos	24017-47-8	C ₁₂ H ₁₆ N ₃ O ₃ PS	I
21	敌百虫	Trichlorfon	52-68-6	C ₄ H ₈ Cl ₃ O ₄ P	II
22	特丁硫磷亚砒	Terbufos sulfoxide	10548-10-4	C ₉ H ₂₁ O ₃ PS ₃	II
23	内吸磷-S	Demeton-S	126-75-0	C ₈ H ₁₉ O ₃ PS ₂	II
24	硫线磷	Cadusafos	95465-99-9	C ₁₀ H ₂₃ O ₂ PS ₂	II
25	治螟磷	Sulfotep	3689-24-5	C ₈ H ₂₀ O ₅ P ₂ S ₂	II
26	内吸磷-O	Demeton-O	298-03-3	C ₈ H ₁₉ O ₃ PS ₂	II

27	氧唑磷	Isazofos	42509-80-8	C ₉ H ₁₇ ClN ₃ O ₃ PS	II
28	磷胺 1	Phosphamidon	13171-21-6	C ₁₀ H ₁₉ ClNO ₅ P	II
29	磷胺 2	Phosphamidon	13171-21-6	C ₁₀ H ₁₉ ClNO ₅ P	II
30	甲基对硫磷	Parathion-methyl	298-00-0	C ₈ H ₁₀ NO ₅ PS	II
31	倍硫磷	Fenthion	55-38-9	C ₁₀ H ₁₅ O ₃ PS ₂	II
32	对硫磷	Parathion	56-38-2	C ₁₀ H ₁₄ NO ₅ PS	II
33	喹硫磷	Quinalphos	13593-03-8	C ₁₂ H ₁₅ N ₂ O ₃ PS	II
34	特丁硫磷砒	Terbufos sulfone	56070-16-7	C ₉ H ₂₁ O ₄ PS ₃	II
35	杀扑磷	Methidathion	950-37-8	C ₆ H ₁₁ N ₂ O ₄ PS ₃	II
36	甲基硫环磷	Phosfolan-methyl	14731-55-2	C ₅ H ₁₀ NO ₃ PS ₂	II
37	硫环磷	Phosfolan	947-02-4	C ₇ H ₁₄ NO ₃ PS ₂	II
38	倍硫磷亚砒	Fenthion sulfoxide	3761-41-9	C ₁₀ H ₁₅ O ₄ PS ₂	II
39	倍硫磷砒	Fenthion sulfone	3761-42-0	C ₁₀ H ₁₅ O ₅ PS ₂	II
40	亚胺硫磷	Phosmet	732-11-6	C ₁₁ H ₁₂ NO ₄ PS ₂	II
41	伏杀硫磷	Phosalone	2310-17-0	C ₁₂ H ₁₅ ClNO ₄ PS ₂	II
42	蝇毒磷	Coumaphos	56-72-4	C ₁₄ H ₁₆ ClO ₅ PS	II

说明：内吸磷包括内吸磷-S 和内吸磷-O，磷胺包括磷胺 1 和磷胺 2。

附录 B
(资料性附录)
40 种农药及其代谢物中英文名称、保留时间和定量限
表 B.40 种农药及其代谢物中英文名称、保留时间和定量限

序号	中文名称	英文名称	保留时间		定量限 mg/kg	分组
			A 柱	B 柱		
1	敌敌畏	Dichlorvos	8.043	8.063	0.01	I
2	甲胺磷	Methamidaphos	9.148	7.847	0.01	I
3	乙酰甲胺磷	Acephate	11.026	9.904	0.02	I
4	灭线磷	Ethoprophos	11.199	11.631	0.01	I
5	甲拌磷	Phorate	11.560	12.106	0.002	I
6	二嗪磷	Diazinon	11.964	12.748	0.01	I
7	特丁硫磷	Terbufos	12.024	12.685	0.002	I
8	氧乐果	Omethoate	12.111	11.329	0.02	I
9	久效磷	Monocrotophos	12.729	11.915	0.03	I
10	甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-methyl	12.830	13.490	0.01	I
11	乐果	Dinmethoate	12.892	12.365	0.01	I
12	甲基嘧啶磷	Pirimiphos-methyl	13.028	13.788	0.01	I
13	毒死蜱	Chlorpyrifos	13.264	14.125	0.01	I
14	马拉硫磷	Malathion	13.517	13.897	0.01	I
15	杀螟硫磷	Fenitrothion	13.694	13.834	0.01	I
16	甲基异柳磷	Isofenphos-methyl	13.912	14.480	0.01	I
17	水胺硫磷	Isocarbophos	14.158	14.227	0.01	I
18	甲拌磷砒	Phorate sulfone	14.373	14.071	0.002	I
19	丙溴磷	Profenofos	14.826	15.554	0.01	I
20	三唑磷	Triazophos	16.840	16.655	0.01	I
21	敌百虫	Trichlorfon	3.569	3.526	0.01	II
22	特丁硫磷亚砒	Terbufos sulfoxide	8.073	8.537	0.004	II
23	内吸磷-S	Demeton-S	10.942	11.443	0.01	II
24	硫线磷	Cadusafos	11.380	12.031	0.005	II
25	治螟磷	Sulfotep	11.502	11.963	0.01	II

26	内吸磷-O	Demeton-O	12.024	12.295	0.01	II
27	氯唑磷	Isazofos	12.568	12.942	0.01	II
28	磷胺 1	Phosphamidon1	12.824	12.819	0.02	II
29	磷胺 2	Phosphamidon2	13.405	13.300	0.02	II
30	甲基对硫磷	Parathion-methyl	13.473	13.484	0.01	II
31	倍硫磷	Fenthion	13.568	14.093	0.01	II
32	对硫磷	Parathion	13.941	14.139	0.01	II
33	喹硫磷	Quinalphos	14.135	14.784	0.01	II
34	特丁硫磷砒	Terbufos sulfone	14.678	14.642	0.002	II
35	杀扑磷	Methidathion	14.855	15.063	0.01	II
36	甲基硫环磷	Phosfolan-methyl	14.999	14.057	0.01	II
37	硫环磷	Phosfolan	15.434	14.706	0.01	II
38	倍硫磷亚砒	Fenthion sulfoxide	17.002	16.344	0.01	II
39	倍硫磷砒	Fenthion sulfone	17.407	16.386	0.01	II
40	亚胺硫磷	Phosmet	19.311	18.577	0.01	II
41	伏杀硫磷	Phosalone	20.398	19.762	0.01	II
42	蝇毒磷	Coumaphos	25.381	22.788	0.03	II

说明：内吸磷包括内吸磷-S 和内吸磷-O，磷胺包括磷胺 1 和磷胺 2。

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。

本文件分为四个部分：

——第1部分 植物性农产品中有机磷类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法；

——第2部分 植物性农产品中有机氯、拟除虫菊酯等多种类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法；

——第3部分 植物性农产品中多种类农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法

——第4部分 植物性农产品中多种类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法

本部分为T/GDNB XXXX—2024第2部分。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广州市农产品质量安全监督所提出，广东省农业标准化协会归口。本文件知识产权归广州市农产品质量安全监督所所有。

本文件起草单位：广州市农产品质量安全监督所、深圳市质量安全检验检测研究院、东莞市农产品质量安全监督检测所、广电计量检测集团股份有限公司、广州南沙明曦检测服务有限公司、广州市增城区农产品推广与质量安全监督所

本文件主要起草人：

第2部分 植物性农产品中有机氯、拟除虫菊酯等多种类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本文件描述了植物性农产品中五氯硝基苯、百菌清、三唑酮等27种农药及其代谢物残留量的气相色谱测定方法。

本文件适用于植物性农产品中27种农药及其代谢物残留量的检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 2763.1 食品安全国家标准 食品中2,4-滴丁酸钠盐等112种农药最大残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 残留物 residue definition

由于使用农药而在食品、农产品和动物饲料中出现的任何特定物质，包括被认为具有毒理学意义的农药衍生物，如农药转化物、代谢物、反应产物及杂质等。

4 原理

试样用乙腈提取，提取液经过浓缩后，采用固相萃取分离、净化，淋洗液经浓缩后，使用带电子捕获检测器(ECD)检测器的气相色谱仪检测，根据双柱色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯的试剂，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈（ CH_3CN ，CAS号：75-05-8）：色谱纯

5.1.2 丙酮（ $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ，CAS号：67-64-1）；

5.1.3 正己烷（ C_6H_{14} ，CAS号：110-54-3）：色谱纯

5.1.4 氯化钠（ NaCl ，CAS号：7647-14-5），140℃烘烤4h。

5.2 溶液配制

5.2.1 丙酮-正己烷溶液（1+9，体积比）：量取100 mL丙酮加入900 mL正己烷中，混匀。

5.3 标准品

27种农药及其代谢物标准品，参见附录C，纯度≥95%。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 标准储备溶液（1000.0 mg/L）：准确称取 10 mg（精确至 0.1 mg）各农药标准品，用正己烷溶解并定容至 10 mL，避光-18℃保存，有效期 1 年。

5.4.2 混合标准溶液（I、II）：详见附录 A，将 27 种有机氯、拟除虫菊酯类农药及其代谢物分成 2 组，分别准确吸取 0.100 mL 农药标准储备溶液（5.3.1）于 10 mL 容量瓶中，用正己烷定容至刻度。可将配制好的混合标准溶液分装于安瓿瓶或其他类似储存容器，分次取出使用，避免反复冻融。混合标准溶液避光-18℃保存，有效期 3 个月。

5.5 材料

5.5.1 固相萃取柱：弗罗里矽柱（Florisil®），1000 mg，容积 6 mL；

5.5.2 微孔滤膜（有机相）：13 mm×0.22μm。

6 仪器

6.1 气相色谱仪：配有双电子捕获检测器（ECD）。

6.2 分析天平：感量 0.01 mg 和 0.01 g。

6.3 离心机：转速不低于 4200 r/min。

6.4 组织捣碎机。

6.5 氮吹仪：可控温。

6.6 涡旋振荡器。

7 试样制备

7.1 试样制备

同第 1 部分方法。

7.2 试样储存

同第 1 部分方法。

8 分析步骤

8.1 提取

同第 1 部分 8.1 方法。

8.2 浓缩净化

从 50 mL 离心管中准确吸取 4 mL 上清液于 10 mL 玻璃离心管中，将玻璃离心管放在 50℃ 水浴中氮吹蒸发近干，加入 2 mL 正己烷复溶，盖上铝箔待净化。

将弗罗里矽柱（5.5.1）依次用 5 mL 丙酮-正己烷溶液（5.2.1）、5 mL 正己烷溶液预淋洗。当溶剂液面到达柱吸附层表面时，立即倒入上述待净化溶液，用 15 mL 刻度离心管接收洗脱液，用 5 mL 丙酮-正己烷溶液（5.2.1）涮洗 10 mL 离心管后淋洗弗罗里矽柱，并重复一次。将盛有淋洗液的离心管置于 50℃ 水浴中氮吹蒸发近干，加入 2 mL 正己烷复溶，过微孔滤膜（5.5.2），待测。

8.3 测定

8.3.1 气相色谱参考条件

a) 色谱柱:

A 柱: (5%-苯基)-甲基聚硅氧烷(DB-5)柱(30 m×0.25 mm i.d.×0.25 μm); 或相当者;

B 柱: (50%-苯基)-甲基聚硅氧烷(HP-50+)柱(30 m×0.32 mm i.d.×0.25 μm); 或相当者;

b) 色谱柱温度: 初温 60℃, 保持 0.5min, 以 10℃/min 升至 200℃, 以 30℃/min 升至 270℃, 保持 17 min;

c) 载气: 氮气, 纯度≥99.999%;

d) 进样口压力: 20 psi;

e) 进样口温度: 250℃;

f) 检测器温度: 320℃;

g) 进样方式: 不分流进样;

h) 进样量: 1μL;

若气相色谱仪配置有双进样口、双 ECD 检测器, 可分别安装(8.3.1a)中 A 柱、B 柱同时对两瓶样品进行测定, 也可以安装两条 A 柱分析不同样品, 对有检出待测农药的样品再用 B 柱分析另一瓶样品; 若仅配置一个进样口和 ECD 检测器, 则先用 A 柱进行测定, 若样品中有检出待测有机氯农药, 更换色谱柱 B 后, 对另一瓶样品进行检测。

8.3.2 基质匹配标准工作曲线

选择与被测样品性质相同或相似的空白样品按照 8.1 部分进行前处理, 得到空白基质溶液。精确吸取一定量的混合标准溶液, 逐级用空白基质溶液稀释成质量浓度为 0.010 mg/L、0.04 mg/L、0.10 mg/L、0.40 mg/L 和 1.00 mg/L 的基质匹配标准工作溶液, 供气相色谱仪测定。以农药色谱峰面积为纵坐标, 相对应的基质匹配标准工作溶液质量浓度为横坐标, 绘制基质匹配标准工作曲线。

8.3.3 定性及定量

8.3.3.1 定性测定

以目标农药的保留时间定性。被测试样中目标农药在 A 柱、B 柱上色谱峰的保留时间与相应标准色谱峰的保留时间相比较, 相对误差应在±0.03 min 之内, 可确认目标农药组分检出。

8.3.3.2 定量测定

若样品中不存在干扰物质, 以 A 柱检测结果进行外标法定量, 若 A 柱检测样品存在干扰物质, 以 B 柱检测结果进行定量。可以使用校准曲线或单浓度点进行定量, 单点定量时, 选用与待测物浓度接近的浓度进行定量。

8.4 试样溶液的测定

将基质匹配标准工作溶液和试样溶液依次注入气相色谱仪中, 保留时间定性, 测得目标农药色谱峰面积, 根据式(1), 得到各农药组分含量。待测样液中农药的响应值应在仪器检测的定量测定线性范围之内, 超过线性范围时应根据测定浓度进行适当倍数稀释后再进行分析。

8.5 平行试验

按以上步骤对同一试样进行平行试验测定。对于检出农药含量在限量值临界值或超标的样品, 要求做平行试验, 结果以平行试验平均值表示。

8.6 空白试验

除不加试样外, 采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

9 结果计算

(1)

试样中被测农药残留量以质量分数 ω 计，单位为毫克每千克（mg/kg）。

$$\omega = \frac{\rho \times V \times V_2}{m \times V_1} \times f$$

式中：

- ω ——试样中农药残留的含量（mg/kg）；
- ρ ——试样中被测物的质量浓度（mg/L）；
- f ——试样待测液稀释或浓缩倍数；
- V ——提取液体积（mL）；
- V_1 ——分取体积（mL）；
- V_2 ——定容体积（mL）；
- m ——试样质量（g）；

计算结果以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示，保留两位有效数字，含量超过 1 mg/kg 时保留三位有效数字。

10 精密度

将 27 种有机氯、拟除虫菊酯类农药混合标准溶液在 0.01 mg/kg、0.05 mg/kg 和 0.20 mg/kg 三个水平添加到植物性农产品中进行方法的精密度试验，方法的添加回收率在 65%~110%之间，变异系数小于 20%。

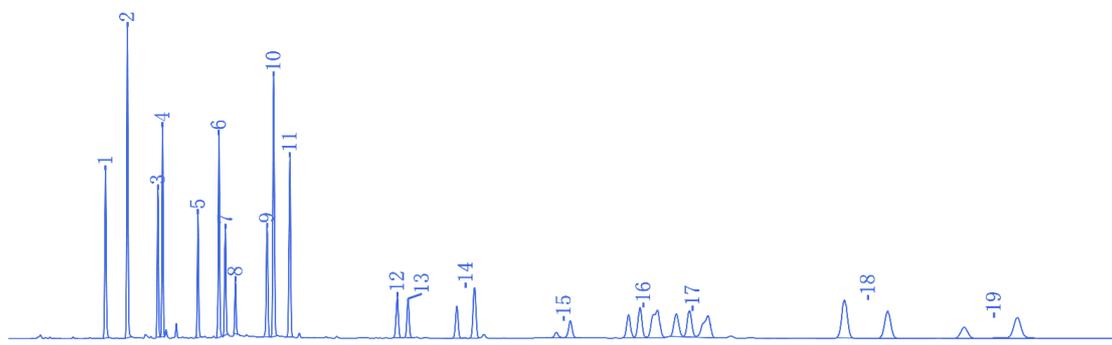
平行试样中样品中含量大于 1mg/kg 时，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%；小于或等于 1 mg/kg 时，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

11 其它

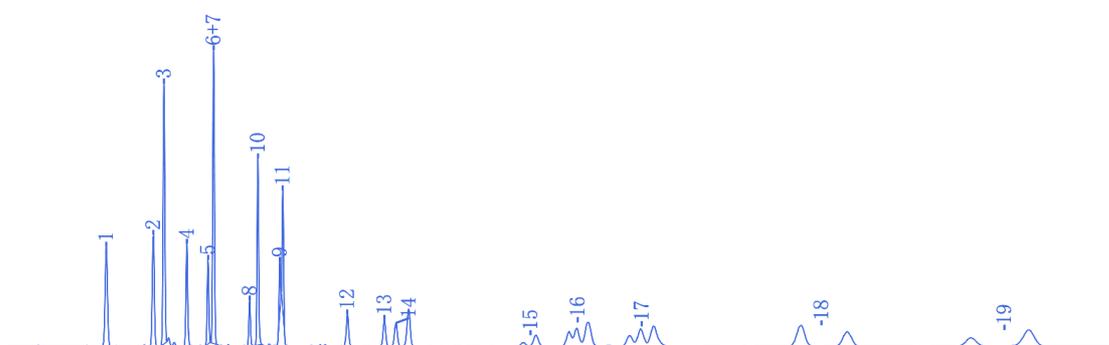
本文件方法对各种化合物的定量限为 0.01mg/kg~0.02mg/kg（见附录 B）。

12 色谱图

色谱图见图3~图4，质量浓度均为0.1~0.2 mg/L标准溶液。



A 柱

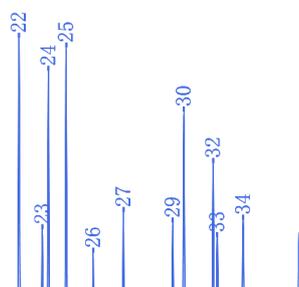


B 柱

- 1——五氯硝基苯；
- 2——百菌清；
- 3——甲基毒死蜱；
- 4——氟甲腈；
- 5——三唑酮；
- 6——氟虫腈硫酸酯；
- 7——氟虫腈；
- 8——腐霉利；
- 9——丙溴磷；
- 10——氟虫腈砒；

- 11——虫螨腈；
- 12——联苯菊酯；
- 13——甲氰菊酯；
- 14——氯氟氰菊酯；
- 15——氯菊酯；
- 16——氟氯氰菊酯；
- 17——氯氰菊酯；
- 18——氰戊菊酯；
- 19——溴氰菊酯。

图1 第I组有机氯、拟除虫菊酯等农药标准溶液



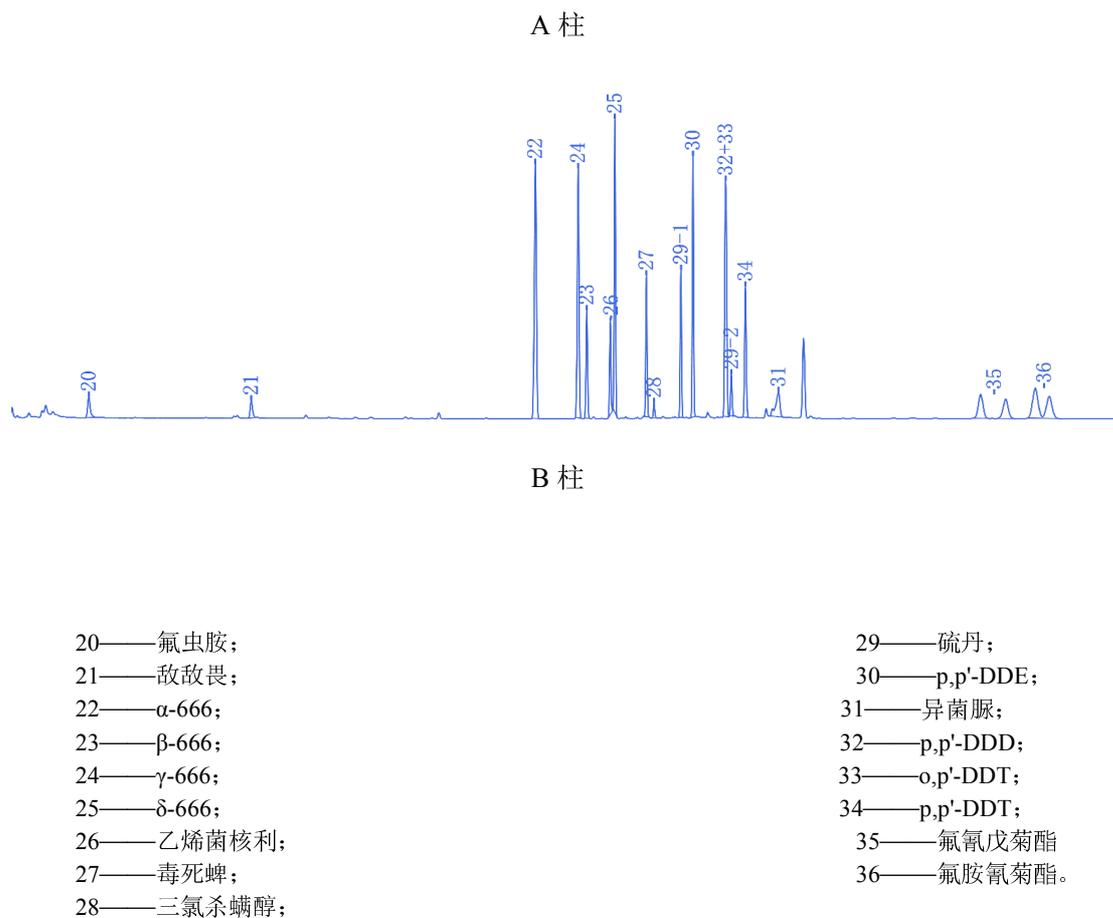


图 2 第 II 组有机氯、拟除虫菊酯等农药标准溶液

附录 A

(资料性附录)

27 种农药及其代谢物中英文名称、CAS 号和分组

表 A.27 种农药及其代谢物中英文名称、CAS 号和分组

序号	中文名	英文名	CAS 号	浓度 (mg/L)	溶剂	组别
----	-----	-----	-------	-----------	----	----

1	五氯硝基苯	Pentachloronitrobenzene	82-68-8	1000	丙酮	I
2	百菌清	Chlorothalonil	1897-45-6	1000	丙酮	I
3	甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-methyl	5598-13-0	1000	丙酮	I
4	三唑酮	Triadimefon	43121-43-3	1000	丙酮	I
5	氟甲腈	Fipronil desulfinyl	205650-65-3	1000	丙酮	I
	氟虫腈硫醚	Fipronil sulfide	120067-83-6	1000	丙酮	I
	氟虫腈	Fipronil	120068-37-3	1000	丙酮	I
	氟虫腈砜	Fipronil sulfone	120068-36-2	1000	丙酮	I
6	腐霉利	Procymidone	32809-16-8	1000	丙酮	I
7	丙溴磷	Profenofos	41198-08-7	1000	丙酮	I
8	虫螨腈	Chlorfenapyr	122453-73-0	1000	丙酮	I
9	联苯菊酯	Bifenthrin	83322-02-5	1000	丙酮	I
10	甲氰菊酯	Fenpropathrin	39515-41-8	1000	丙酮	I
11	氯氟氰菊酯	Lambda-cyhalothrin	91465-08-6	1000	丙酮	I
12	氯菊酯	Permethrin	52645-53-1	1000	丙酮	I
13	氟氯氰菊酯	Cyfluthrin	68359-37-5	1000	丙酮	I
14	氯氰菊酯	Cypermethrin	71697-59-1	1000	丙酮	I
15	氰戊菊酯	Fenvalerate	51630-58-1	1000	丙酮	I
16	溴氰菊酯	Deltamethrin	52820-00-5	1000	丙酮	I
17	氟虫胺	Sulfluramid	4151-50-2	1000	丙酮	I
18	敌敌畏	Dichlorvos	62-73-7	1000	丙酮	I
19	α -666	α -BHC	319-84-6	1000	丙酮	II
	β -666	β -BHC	319-85-7	1000	丙酮	II
	γ -666	γ -EHC	58-89-9	1000	丙酮	II
	δ -666	δ -EHC	319-86-8	1000	丙酮	II
20	乙烯菌核利	Vinclozolin	50471-44-8	1000	丙酮	II
21	毒死蜱	Chlorpyrifos	2921-88-2	1000	丙酮	II
22	三氯杀螨醇	Dicofol	115-32-2	1000	正己烷	II
23	硫丹	Endosulfan	115-29-7	1000	丙酮	II
24	异菌脲	Iprodione	36734-19-7	1000	丙酮	II
25	4,4'-滴滴伊	p,p'-DDE	72-55-9	1000	正己烷	II

	2,4'-滴滴涕	o,p'-DDT	789-02-6	1000	正己烷	II
	4,4'-滴滴涕	p,p'-DDD	72-54-8	1000	正己烷	II
	4,4'-滴滴涕	p,p'-DDT	50-29-3	1000	正己烷	II
26	氟氰戊菊酯	Flucythrinate	70124-77-5	1000	丙酮	II
27	氟胺氰菊酯	Tau-fluvalinate	102851-06-9	1000	丙酮	II

附录 B
(资料性附录)

27 种农药及其代谢物中英文名称、保留时间和定量限

表 B.27 种农药及其代谢物中英文名称、保留时间和定量限

序号	中文名	英文名	保留时间 min		定量限	组别
			A 柱	B 柱	mg/kg	
1	五氯硝基苯	Pentachloronitobenzene	15.633	14.640	0.01	I
2	百菌清	Chlorothalonil	15.991	15.588	0.01	I
3	甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-methyl	16.493	15.965	0.01	I
4	三唑酮	Triadimefon	17.148	16.312	0.01	I
5	氟甲腈	Fipronil desulfinyl	16.569	15.414	0.005	I
	氟虫腈硫酸酯	Fipronil sulfone	17.493	16.404	0.005	
	氟虫腈	Fipronil	17.598	16.404	0.005	
	氟虫腈砒	Fipronil sulfide	18.391	17.133	0.005	
6	腐霉利	Procymidone	17.763	16.998	0.01	I
7	丙溴磷	Profenofos	18.283	17.495	0.01	I
8	虫螨腈	Chlorfenapyr	18.656	17.540	0.01	I
9	联苯菊酯	Bifenthrin	20.417	18.603	0.01	I
10	甲氰菊酯	Fenpropathrin	20.595	19.212	0.01	I
11	氯氟氰菊酯-1	Lambda-cyhalothrin-1	21.406	19.397	0.01	I
	氯氟氰菊酯-2	Lambda-cyhalothrin-2	21.682	19.612		
12	氯菊酯	Permethrin	23.148	21.613	0.01	I
13	氟氯氰菊酯-1	Cyfluthrin-1	24.455	22.391	0.01	I
	氟氯氰菊酯-2	Cyfluthrin-2				
	氟氯氰菊酯-3	Cyfluthrin-3				
	氟氯氰菊酯-4	Cyfluthrin-4				
14	氯氰菊酯-1	Cypermethrin-1	25.26	23.445	0.01	I
	氯氰菊酯-2	Cypermethrin-2				
	氯氰菊酯-3	Cypermethrin-3				
	氯氰菊酯-4	Cypermethrin-4				
15	氰戊菊酯-1	Fenvalerate-1	27.753	26.097	0.02	I
	氰戊菊酯-2	Fenvalerate-2	28.441	26.866		

16	溴氰菊酯-1	Deltamethrin-1	29.737	28.856	0.01	I
	溴氰菊酯-2	Deltamethrin-2	30.608	29.875		
17	氟虫胺	Sulfluramid	8.085	4.663	0.02	II
18	敌敌畏	Dichlorvos	8.740	8.073	0.01	II
19	α -666	α -BHC	14.92	14.040	0.01	II
	β -666	β -BHC	15.408	15.122	0.01	II
	γ -666	γ -EHC	15.536	14.941	0.01	II
	δ -666	δ -EHC	15.906	15.710	0.01	II
20	乙烯菌核利	Vinclozolin	16.471	15.619	0.01	II
21	毒死蜱	Chlorpyrifos	17.104	16.375	0.01	II
22	三氯杀螨醇	Dicofol	17.167	16.535	0.01	II
23	硫丹-1	Endosulfan-1	18.134	17.100	0.01	II
	硫丹-2	Endosulfan-2		18.159		
24	异菌脲	Iprodione	18.892	19.149	0.02	II
25	4,4'-滴滴伊	p,p'-DDE	18.365	17.351	0.01	II
	2,4'-滴滴涕	o,p'-DDT	18.977	18.037	0.01	II
	4,4'-滴滴滴	p,p'-DDD	19.063	18.037	0.01	II
	4,4'-滴滴涕	p,p'-DDT	19.604	18.454	0.01	II
26	氟氰戊菊酯-1	Flucythrinate-1	25.485	23.400	0.02	II
	氟氰戊菊酯-2	Flucythrinate-2	26.044	23.940		
27	氟胺氰菊酯-1	Tau-fluvalinate-1	28.534	24.727	0.02	II
	氟胺氰菊酯-2	Tau-fluvalinate-2				

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。

本文件分为四个部分：

- 第1部分 植物性农产品中有机磷类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法；
 - 第2部分 植物性农产品中有机氯、拟除虫菊酯等多种类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法；
 - 第3部分 植物性农产品中多种类农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法
 - 第4部分 植物性农产品中多种类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法
- 本部分为T/GDNB XXXX—2024第3部分。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广州市农产品质量安全监督所提出，广东省农业标准化协会归口。本文件知识产权归广州市农产品质量安全监督所所有。

本文件起草单位：广州市农产品质量安全监督所、深圳市质量安全检验检测研究院、东莞市农产品质量安全监督检测所、广电计量检测集团股份有限公司、广州南沙明曦检测服务有限公司、广州市增城区农产品推广与质量安全监督所

本文件主要起草人：

第3部分 植物性农产品中多种类农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法

1 范围

本文件描述了植物性农产品中涕灭威砒、涕灭威亚砒、涕灭威、灭多威、3-羟基克百威、克百威、甲萘威、异丙威、甲胺磷、氧乐果、多菌灵、吡虫啉、啉虫脒等132种农药及其代谢物残留量的液相色谱-质谱联用测定方法。

本文件适用于植物性农产品中上述132种农药及其代谢物残留量的检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 2763.1 食品安全国家标准 食品中2,4-滴丁酸钠盐等112种农药最大残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 残留物 residue definition

由于使用农药而在食品、农产品和动物饲料中出现的任何特定物质，包括被认为具有毒理学意义的农药衍生物，如农药转化物、代谢物、反应产物及杂质等。

4 原理

试样用乙腈提取，提取液经分散固相萃取净化，使用液相色谱-质谱联用仪检测。外标法定性、定量。

5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯的试剂，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈（CH₃CN，CAS号：75-05-8）：色谱纯

5.1.2 甲醇（CH₃OH，CAS号：67-56-1）：色谱纯

5.1.2 甲酸（HCOOH，CAS号：64-18-6）：色谱纯

5.1.3 氯化钠（NaCl，CAS号：7647-14-5）

5.1.4 无水硫酸镁（MgSO₄，CAS号：7487-88-9）

5.1.5 乙酸铵（CH₃CO₂NH₄，CAS号：631-61-8）：色谱纯

5.2 溶液配制

5.2.1 乙酸铵-甲酸水溶液（5 mmol/L）：称取 0.3850 g 乙酸铵，用 0.1%甲酸水溶液溶解并稀释至 1000 mL，摇匀。

5.3 标准品

132种农药及其代谢物标准品，参见附录A，纯度≥95%。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 标准储备溶液（1000 mg/L）：准确称取 10 mg（精确至 0.1 mg）各农药标准品，根据标准品的溶解性和测定的需要选乙腈或甲醇等溶剂溶解并定容至 10 mL，避光-18℃保存，有效期 1 年。多菌灵储备液配制浓度为 500 mg/L。

5.4.2 混合标准溶液：吸取一定量的农药标准储备溶液于 50 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度。混合标准溶液避光 0℃~4℃保存，有效期 1 个月。

5.5 材料

5.5.1 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶（PSA）：40μm~60μm。

5.5.2 石墨化炭黑（GCB）：40μm~120 μm。

5.5.3 微孔滤膜（有机相）：13 mm×0.22 μm，或相当者。

6 仪器

6.1 液相色谱-三重四级杆质谱联用仪：配有电喷雾离子源（ESI）。

6.2 分析天平：感量 0.01 mg 和 0.01 g。

6.3 离心机：转速不低于 4000 r/min。

6.4 组织捣碎机。

6.5 涡旋振荡器。

7 试样制备

7.1 试样制备

同第 1 部分 7.1。

7.2 试样储存

同第 1 部分 7.2。

8 分析步骤

8.1 提取

同第 1 部分 8.1

8.2 净化浓缩

定量吸取上清液至内含除水剂和净化材料的塑料离心管中（每毫升提取液使用 150 mg 无水硫酸镁、25 mg PSA）；对于颜色较深的试样，离心管中另加入 GCB（每毫升提取液使用 2.5 mg），涡旋混匀 1 min。4000 r/min 离心 5 min，吸取上清液过微孔滤膜，待测定。

8.3 测定

8.3.1 液相色谱参考条件

a) 色谱柱:

预柱: C18 预柱, 4.6 mm×4.5 cm;

分析柱: C18 柱(4.6×100 mm, 2.6 μm), 或相当者;

b) 流动相: A 相为乙酸铵-甲酸水溶液 (5.2.1), B 相为乙腈; 流动相梯度条件见表 1。

c) 流速: 0.5 mL/min;

d) 柱温: 35 °C;

e) 进样量: 5 μL;

表 1 溶剂梯度与流速

时间 min	A%	B%	流速 mL/min
0.00	30	70	0.5
4.00	5	95	0.5
10.00	5	95	0.5
10.10	70	30	0.5
13.00	0	100	0.5

8.3.2 质谱参考条件

8.3.2.1 正离子模式分析质谱条件

仪器模式: ESI+; 检测模式: 多反应监测 (MRM); 气帘气 (CUR): 40 psi; 雾化气 (GS1): 50 psi; 辅助加热气 (GS2): 55 psi; 碰撞气 (CAD): 9; 电喷雾电压 (IS): 5500 V; 离子源温度 (TEM): 450 °C。

多反应监测 (MRM): 每种农药分别选择至少 2 对离心对。所需检测的离子对按照出峰顺序, 分时段分别检测。每种农药的保留时间、母离子、子离子及离子对质谱参数, 参见附录 B。

8.3.2.2 负离子模式分析质谱条件

仪器模式: ESI-; 检测模式: 多反应监测 (MRM); 气帘气 (CUR): 40 psi; 雾化气 (GS1): 50 psi; 辅助加热气 (GS2): 50 psi; 碰撞气 (CAD): 9; 电喷雾电压 (IS): -4500 V; 离子源温度 (TEM): 450 °C。

多反应监测 (MRM): 每种农药分别选择至少 2 对离心对。每种农药的保留时间、母离子、子离子及离子对质谱参数, 参见附录 B。

8.3.3 基质匹配标准工作曲线

选择与被测样品性质相同或相似的空白样品按照 8.1 部分进行前处理, 得到空白基质溶液。精确吸取一定量的混合标准溶液, 逐级用空白基质溶液稀释成质量浓度为 0.002 mg/L、0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L 的基质匹配标准工作溶液, 供液相色谱-质谱联用仪测定。以农药定量离子对质量色谱图峰面积为纵坐标, 相对应的基质匹配标准工作溶液质量浓度为横坐标, 绘制基质匹配标准工作曲线。

8.3.4 定性及定量

8.3.4.1 保留时间

被测试样中目标农药色谱峰的保留时间与相应标准色谱峰的保留时间相比较，相对误差应在±2.5%之内。

8.3.4.2 离子丰度比

在相同实验条件下进行样品测定时，如果检出的色谱峰的保留时间与标准样品相一致，并且在扣除背景后的样品质谱图中，目标化合物选择的子离子均出现，而且同一检测批次，对同一化合物，样品目标化合物离子丰度比与质量浓度相当的基质标准溶液相比，其允许偏差不超过表 2 规定的范围，则可判断样品中存在目标农药。

表 2 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许相对偏差	±20	±25	±30	±50
注：单位为百分率				

本方法的标准物质总离子流图参见附录 C。多反应监测质量色谱图参见附录 C（内容太多，是否放？）。

8.3.4.3 定量

外标法定量。

8.4 试样溶液的测定

将基质匹配标准工作溶液和试样溶液依次注入液相色谱-质谱联用仪中，保留时间和离子丰度比定性，测得定量用子离子的质量色谱图的峰面积，待测样液中农药的响应值应在仪器检测的定量测定线性范围之内，超过线性范围时应根据测定浓度进行适当倍数稀释后再进行分析。

8.5 平行试验

按以上步骤对同一试样进行平行试验测定。对于检出农药含量在限量值临界值或超标的样品，要求做平行试验，结果以平行试验平均值表示。

8.6 空白试验

除不加试样外，采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

9 结果计算

试样中各农药残留量以质量分数 ω 计，单位为毫克每千克(mg / kg)，按公式(1)计算

$$\omega = \frac{\rho \times V \times V_2}{m \times V_1} \times f \times 10^{-3} \quad (1)$$

式中：

ω ——试样中农药残留的含量（单位：mg/kg）；

ρ ——试样中被测物的质量浓度（单位： $\mu\text{g/L}$ ）；

f ——试样待测液稀释或浓缩倍数；

V ——提取液体积（单位：mL）；

V_1 ——分取体积（单位：mL）；

V_2 ——定容体积（单位：mL）；

m ——试样质量（单位：g）；

计算结果以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示，保留两位有效数字，含量超过 1 mg/kg 时保留三位有效数字。

10 精密度

将以上各种农药混合标准溶液在 0.010 mg/kg、0.050 mg/kg 和 0.100 mg/kg 三个水平添加到植物性农产品试样中进行方法的精密度试验，除灭蝇胺外方法的添加回收率在 70%~120%之间，变异系数小于 20%。其中灭蝇胺农药回收率相对偏低一些，通常在 50%左右。

平行试样中样品中含量大于 1mg/kg 时，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%；小于或等于 1 mg/kg 时，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

11 其它

本文件方法对各种化合物的定量限为 0.005 mg/kg~ 0.01 mg/kg（参见附录 A）。

附录 A
(资料性附录)

132 种农药及其代谢物中英文名称和定量限

表 E.132 种农药及其代谢物中英文名称、方法定量限

序号	农药中文名	农药英文名	CAS 号	分子式	定量限 mg/kg
1	阿维菌素	Avermectin B1a	71751-41-2	C ₄₈ H ₇₂ O ₁₄	0.01
2	乙酰甲胺磷	Acephate	30560-19-1	C ₄ H ₁₀ NO ₃ PS	0.01
3	啉虫脒	Acetamiprid	135410-20-7	C ₁₀ H ₁₁ ClN ₄	0.01
4	涕灭威	Aldicarb	116-06-3	C ₇ H ₁₄ N ₂ O ₂ S	0.01
	涕灭威砒	Aldicarb Sulfone	1646-88-4	C ₇ H ₁₄ N ₂ O ₄ S	0.01
	涕灭威亚砒	Aldicarb sulfoxide	1646-87-3	C ₇ H ₁₄ N ₂ O ₃ S	0.01
5	嘧菌酯	Azoxystrobin	131860-33-8	C ₂₂ H ₁₇ N ₃ O ₅	0.01
6	联苯菊酯	Bifenthrin	83322-02-5	C ₂₃ H ₂₂ ClF ₃ O ₂	0.01
7	联苯三唑醇	Bitertanol	55179-31-2	C ₂₀ H ₂₃ N ₃ O ₂	0.01
8	噻嗪酮	Buprofezin	69327-76-0	C ₁₆ H ₂₃ N ₃ OS	0.01
9	硫线磷	Cadusafos	95465-99-9	C ₁₀ H ₂₃ O ₂ PS ₂	0.005
10	甲萘威	Carbaryl	63-25-2	C ₁₂ H ₁₁ NO ₂	0.01
11	多菌灵	Carbendazim	10605-21-7	C ₉ H ₉ N ₃ O ₂	0.01
12	克百威	Carbofuran	1563-66-2	C ₁₂ H ₁₅ NO ₃	0.01
	3-羟基克百威	3-Hydroxy Carbofuran	16655-82-6	C ₁₂ H ₁₅ NO ₄	0.01
13	氯虫苯甲酰胺	Chlorantraniliprole	500008-45-7	C ₁₈ H ₁₄ BrCl ₂ N ₅ O ₂	0.01

14	灭幼脲	Chlorbenzuron	196791-54-5	C ₁₄ H ₁₀ Cl ₂ N ₂ O ₂	0.01
15	杀虫脒	Chlordimeform	6164-98-3	C ₁₀ H ₁₃ ClN ₂	0.01
16	氟啶脲	Chlorfluazuron	71422-67-8	C ₂₀ H ₉ Cl ₃ F ₅ N ₃ O ₃	0.01
17	毒死蜱	Chlorpyrifos	2921-88-2	C ₉ H ₁₁ Cl ₃ NO ₃ PS	0.01
18	噻虫胺	Clothianidin	210880-92-5	C ₆ H ₈ ClN ₅ O ₂ S	0.01
19	蝇毒磷	Coumaphos	56-72-4	C ₁₄ H ₁₆ ClO ₃ PS	0.01
20	霜脲氰	Cymoxanil	57966-95-7	C ₇ H ₁₀ N ₄ O ₃	0.01
21	溴氰菊酯	Deltamethrin	52820-00-5	C ₂₂ H ₁₉ Br ₂ NO ₃	0.01
22	内吸磷	Demeton	8065-48-3	C ₁₆ H ₃₈ O ₆ P ₂ S ₄	0.01
23	二嗪磷	Diazinon	333-41-5	C ₁₂ H ₂₁ N ₂ O ₃ PS	0.01
24	敌敌畏	Dichlorvos	62-73-7	C ₄ H ₇ Cl ₂ O ₄ P	0.01
25	苯醚甲环唑	Difenoconazole	119446-68-3	C ₁₉ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O ₃	0.01
26	除虫脲	Diflubenzuron	35367-38-5	C ₁₄ H ₉ ClF ₂ N ₂ O ₂	0.01
27	乐果	Dimethoate	60-51-5	C ₅ H ₁₂ NO ₃ PS ₂	0.01
28	烯酰吗啉	Dimethomorph	110488-70-5	C ₂₁ H ₂₂ ClNO ₄	0.01
29	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	Emamectin B1a	155569-91-8	C ₄₉ H ₇₇ NO ₁₃	0.005
30	灭线磷	Ethoprophos	13194-48-4	C ₈ H ₁₉ O ₂ PS ₂	0.01
31	醚菊酯	Etofenprox	80844-07-1	C ₂₅ H ₂₈ O ₃	0.01
32	乙螨唑	Etoxazole	153233-91-1	C ₂₁ H ₂₃ F ₂ NO ₂	0.01
33	腈苯唑	Fenbuconazole	114369-43-6	C ₁₉ H ₁₇ ClN ₄	0.01
34	甲氧菊酯	Fenpropathrin	64257-84-7	C ₂₂ H ₂₃ NO ₃	0.01
35	倍硫磷	Fenthion	55-38-9	C ₁₀ H ₁₅ O ₃ PS ₂	0.01
	倍硫磷砒	Fenthion sulfone	3761-42-0	C ₁₀ H ₁₅ O ₃ PS ₂	0.01
	倍硫磷亚砒	Fenthion sulfoxide	3761-41-9	C ₁₀ H ₁₅ O ₄ PS ₂	0.01
36	氰戊菊酯	Fenvalerate	51630-58-1	C ₂₅ H ₂₂ ClNO ₃	0.01
37	氟虫腈	Fipronil	120068-37-3	C ₁₂ H ₄ Cl ₂ F ₆ N ₄ O S	0.005
	氟甲腈	Fipronil desulfinyl	205650-65-3	C ₁₂ H ₄ Cl ₂ F ₆ N ₄	0.005
	氟虫腈硫化物	Fipronil sulfide	120067-83-6	C ₁₂ H ₄ Cl ₂ F ₆ N ₄ S	0.005
	氟虫腈砒	Fipronil sulfone	120068-36-2	C ₁₂ H ₄ Cl ₂ F ₆ N ₄ O ₂ S	0.005

38	氟氰戊菊酯	Flucythrinate	70124-77-5	C ₂₆ H ₂₃ F ₂ NO ₄	0.01
39	氟硅唑	Flusilazole	85509-19-9	C ₁₆ H ₁₅ F ₂ N ₃ Si	0.01
40	氯吡啶	Forchlorfenuron	68157-60-8	C ₁₂ H ₁₀ ClN ₃ O	0.01
41	己唑醇	Hexaconazole	79983-71-4	C ₁₄ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O	0.01
42	噻嗪酮	Hexythiazox	78587-05-0	C ₁₇ H ₂₁ ClN ₂ O ₂ S	0.01
43	抑霉唑	Imazalil	35554-44-0	C ₁₄ H ₁₄ Cl ₂ N ₂ O	0.01
44	吡虫啉	Imidacloprid	138261-41-3	C ₉ H ₁₀ ClN ₅ O ₂	0.01
45	茚虫威	Indoxacarb	144171-61-9	C ₂₂ H ₁₇ ClF ₃ N ₃ O ₇	0.01
46	异稻瘟净	Iprobenfos	26087-47-8	C ₁₃ H ₂₁ O ₃ PS	0.01
47	异菌脲	Iprodione	36734-19-7	C ₁₃ H ₁₃ Cl ₂ N ₃ O ₃	0.01
48	氯唑磷	Isazofos	42509-80-8	C ₉ H ₁₇ ClN ₃ O ₃ PS	0.01
49	水胺硫磷	Isocarbophos	24353-61-5	C ₁₁ H ₁₆ NO ₄ PS	0.01
50	甲基异柳磷	Isofenphos-methyl	99675-03-3	C ₁₄ H ₂₂ NO ₄ PS	0.01
51	异丙威	Isoprocarb	2631-40-5	C ₁₁ H ₁₅ NO ₂	0.01
52	氯氰菊酯	Cypermethrin	52315-07-8	C ₂₂ H ₁₉ Cl ₂ NO ₃	0.01
53	醚菌酯	Kresoxim-methyl	143390-89-0	C ₁₈ H ₁₉ NO ₄	0.01
54	马拉氧磷	Malaoxon	1634-78-2	C ₁₀ H ₁₉ O ₇ PS	0.01
55	马拉硫磷	Malathion	121-75-5	C ₁₀ H ₁₉ O ₆ PS ₂	0.01
56	甲霜灵	Metalaxyl	57837-19-1	C ₁₅ H ₂₁ NO ₄	0.01
57	甲胺磷	Methamidophos	10265-92-6	C ₂ H ₈ NO ₂ PS	0.01
58	杀扑磷	Methidathion	950-37-8	C ₆ H ₁₁ N ₂ O ₄ PS ₃	0.01
59	灭多威	Methomyl	16752-77-5	C ₅ H ₁₀ N ₂ O ₂ S	0.01
60	甲氧虫酰肼	Methoxyfenozide	161050-58-4	C ₂₂ H ₂₈ N ₂ O ₃	0.01
61	久效磷	Monocrotophos	2157-98-4	C ₇ H ₁₄ NO ₃ P	0.01
62	氧乐果	Omethoate	1113-02-6	C ₅ H ₁₂ NO ₄ PS	0.01
63	多效唑	Paclobutrazol	76738-62-0	C ₁₅ H ₂₀ ClN ₃ O	0.01
64	对硫磷	Parathion	56-38-2	C ₁₀ H ₁₄ NO ₃ PS	0.01
65	二甲戊灵	Pendimethalin	40487-42-1	C ₁₃ H ₁₉ N ₃ O ₄	0.01
66	氯菊酯	Permethrin	52645-53-1	C ₂₁ H ₂₀ Cl ₂ O ₃	0.01
67	稻丰散	Phenthoate	2597/3/7	C ₁₂ H ₁₇ O ₄ PS ₂	0.01
68	甲拌磷	Phorate	298-02-2	C ₇ H ₁₇ O ₂ PS ₃	0.01

	甲拌磷砒	Phorate sulfone	2588/4/7	C ₇ H ₁₇ O ₄ PS ₃	0.01
	甲拌磷亚砒	Phorate sulfoxide	2588/5/8	C ₇ H ₁₇ O ₄ PS ₂	0.01
69	伏杀硫磷	Phosalone	2310-17-0	C ₁₂ H ₁₅ ClNO ₄ PS 2	0.01
70	硫环磷	Phosfolan	947-02-4	C ₇ H ₁₄ NO ₃ PS ₂	0.01
71	甲基硫环磷	Phosfolan-methyl	5120-23-0	C ₅ H ₁₀ NO ₃ PS ₂	0.01
72	亚胺硫磷	Phosmet	732-11-6	C ₁₁ H ₁₂ NO ₄ PS ₂	0.01
	氧亚胺硫磷	Phosmet oxon	3735-33-9	C ₁₁ H ₁₂ NO ₅ PS	0.01
73	磷胺	Phosphamidon	13171-21-6	C ₁₀ H ₁₉ ClNO ₅ P	0.01
74	辛硫磷	Phoxim	14816-18-3	C ₁₂ H ₁₅ N ₂ O ₃ PS	0.01
75	抗蚜威	Pirimicarb	23103-98-2	C ₁₁ H ₁₈ N ₄ O ₂	0.01
	脱甲基甲酰胺基抗蚜威	Pirimicarb-desmethyl-formamido	27218-04-8	C ₁₁ H ₁₆ N ₄ O ₃	0.01
	脱甲基抗蚜威	Pirimicarb-desmethyl	30614-22-3	C ₁₀ H ₁₆ N ₄ O ₂	0.01
76	咪鲜胺	Prochloraz	67747-09-5	C ₁₅ H ₁₆ Cl ₃ N ₃ O ₂	0.01
	咪鲜胺-脱氨基咪唑	Prochloraz metabolite BTS44595	139520-94-8	C ₁₂ H ₁₅ Cl ₃ N ₂ O ₂	0.01
	咪鲜胺-脱咪唑甲酰胺基	Prochloraz metabolite BTS44596	139542-32-8	C ₁₃ H ₁₅ Cl ₃ N ₂ O ₃	0.01
77	腐霉利	Procymidone	32809-16-8	C ₁₃ H ₁₁ Cl ₂ NO ₂	0.02
78	丙溴磷	Profenofos	41198-08-7	C ₁₁ H ₁₅ BrClO ₃ PS S	0.01
79	霜霉威	Propamocarb	24579-73-5	C ₉ H ₂₀ N ₂ O ₂	0.01
80	炔螨特	Propargite	2312-35-8	C ₁₉ H ₂₆ O ₄ S	0.01
81	丙环唑	Propiconazole	60207-90-1	C ₁₅ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O ₂	0.01
82	吡唑醚菌酯	pyraclostrobin	175013-18-0	C ₁₉ H ₁₈ ClN ₃ O ₄	0.01
83	吡螨灵	Pyridaben	96489-71-3	C ₁₉ H ₂₅ ClN ₂ OS	0.01
84	噁霉胺	Pyrimethanil	53112-28-0	C ₁₂ H ₁₃ N ₃	0.01
85	喹硫磷	Quinalphos	13593-03-8	C ₁₂ H ₁₅ N ₂ O ₃ PS	0.01
86	治螟磷	Sulfotep	3689-24-5	C ₈ H ₂₀ O ₅ P ₂ S ₂	0.01
87	氟胺氰菊酯	Tau-fluvalinate	102851-06-9	C ₂₆ H ₂₂ ClF ₃ N ₂ O ₃	0.01

88	戊唑醇	Tebuconazole	80443-41-0	C ₁₆ H ₂₂ ClN ₃ O	0.01
89	虫酰肼	Tebufenozide	112410-23-8	C ₂₂ H ₂₈ N ₂ O ₂	0.01
90	特丁硫磷	Terbufos	13071-79-9	C ₉ H ₂₁ O ₂ PS ₃	0.01
	特丁硫磷砒	Terbufos sulfone	56070-16-7	C ₉ H ₂₁ O ₄ PS ₃	0.01
	特丁硫磷亚砒	Terbufos sulfoxide	10548-10-4	C ₉ H ₂₁ O ₃ PS ₃	0.01
91	噻虫嗪	Thiamethoxam	153719-23-4	C ₈ H ₁₀ ClN ₅ O ₃ S	0.01
92	啉虫酰胺	Tolfenpyrad	129558-76-5	C ₂₁ H ₂₂ ClN ₃ O ₂	0.01
93	三唑酮	Triadimefon	43121-43-3	C ₁₄ H ₁₆ ClN ₃ O ₂	0.01
94	三唑醇	Triadimenol	55219-65-3	C ₁₄ H ₁₈ ClN ₃ O ₂	0.01
95	三唑磷	Triazophos	24017-47-8	C ₁₂ H ₁₆ N ₃ O ₃ PS	0.01
96	敌百虫	Trichlorfon	52-68-6	C ₄ H ₈ Cl ₃ O ₄ P	0.01
97	肟菌酯	Trifloxystrobin	141517-21-7	C ₂₀ H ₁₉ F ₃ N ₂ O ₄	0.01
98	蚜灭磷	Vamidothion	2275-23-2	C ₈ H ₁₈ NO ₄ PS ₂	0.01
99	苯酰菌胺	Zoxamide	156052-68-5	C ₁₄ H ₁₆ Cl ₃ NO ₂	0.01
100	丁硫克百威	Carbosulfan	55285-14-8	C ₂₀ H ₃₂ N ₂ O ₃ S	0.01
101	四聚乙醛	Metaldehyde	108-62-3	C ₈ H ₁₆ O ₄	0.01
102	灭蝇胺	Cyromazine	66215-27-8	C ₆ H ₁₀ N ₆	0.01
103	吡蚜酮	Pymetrozine	123312-89-0	C ₁₀ H ₁₁ N ₅ O	0.01
104	氟铃脲	Hexaflumuron	86479-06-3	C ₁₆ H ₈ C ₁₂ F ₆ N ₂ O ₃	0.01
105	甲基硫菌灵	Thiophanate-methyl	23564-05-8	C ₁₂ H ₁₄ N ₄ O ₄ S ₂	0.01
106	联苯肼酯	Bifenazate	149877-41-8	C ₁₇ H ₂₀ N ₂ O ₃	0.01
107	螺螨酯	Spirodiclofen	148477-71-8	C ₂₁ H ₂₄ Cl ₂ O ₄	0.01
108	氰霜唑	Cyazofamid	120116-88-3	C ₁₃ H ₁₃ ClN ₄ O ₂ S	0.01
109	三环唑	Tricyclazole	41814-78-2	C ₉ H ₇ N ₃ S	0.01
110	烯啶虫胺	Nitenpyram	150824-47-8	C ₁₁ H ₁₅ ClN ₄ O ₂	0.01
111	乙霉威	Diethofencarb	87130-20-9	C ₁₄ H ₂₁ NO ₄	0.01
112	6-苄基腺嘌呤	Benzyladenine	1214-39-7	C ₁₂ H ₁₁ N ₅	0.01
113	溴氰虫酰胺	Cyantraniliprole	736994-63-1	C ₁₉ H ₁₄ BrClN ₆ O 2	0.01
114	呋虫胺	Dinotefuran	165252-70-0	C ₇ H ₁₄ N ₄ O ₃	0.01
115	氟环唑	Epoxiconazole	135319-73-2	C ₁₇ H ₁₃ ClFN ₃ O	0.01

116	氟吗啉	Flumorph	211867-47-9	C ₂₁ H ₂₂ FNO ₄	0.01
117	甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-methyl	5598-13-0	C ₇ H ₇ Cl ₃ NO ₃ PS	0.01
118	甲基嘧啶磷	Pirimiphos-methyl	29232-93-7	C ₁₁ H ₂₀ N ₃ O ₃ PS	0.01
119	腈菌唑	Myclobutanil	88671-89-0	C ₁₅ H ₁₇ ClN ₄	0.01
120	噻虫啉	Thiacloprid	111988-49-9	C ₁₀ H ₉ ClN ₄ S	0.01
121	噻虫磷	Fosthiazate	98886-44-3	C ₉ H ₁₈ NO ₃ PS ₂	0.01
122	戊菌唑	Penconazole	66246-88-6	C ₁₃ H ₁₅ Cl ₂ N ₃	0.01
123	烯唑醇	Diniconazole	76714-88-0	C ₁₅ H ₁₇ C ₁₂ N ₃ O	0.01
124	乙基多杀菌素 J	Spinetoram J	187166-40-1	C ₄₂ H ₆₉ NO ₁₀	0.01
	乙基多杀菌素 L	Spinetoram L	187166-15-0	C ₄₂ H ₆₉ NO ₁₀	0.01
125	莠去津	Atrazine	1912-24-9	C ₈ H ₁₄ ClN ₅	0.01
126	鱼藤酮	Rotenone	83-79-4	C ₂₃ H ₂₂ O ₆	0.01
108	氰霜唑代谢物	Cyazofamid metabolite CCIM	120118-14-1	C ₁₁ H ₈ ClN ₃	0.01
127	多杀菌素 A	Spinosad A	131929-60-7	C ₄₁ H ₆₅ NO ₁₀	0.01
	多杀菌素 D	Spinosad D	131929-63-0	C ₄₂ H ₆₇ NO ₁₀	0.01
128	苯磺隆	Tribenuron-methyl	101200-48-0	C ₁₅ H ₁₇ N ₃ O ₆ S	0.01
129	噻苯隆	Thidiazuron	51707-55-2	C ₉ H ₈ N ₄ OS	0.01
130	氯氟氰菊酯	Cyhalothrin	68085-85-8	C ₂₃ H ₁₉ ClF ₃ NO ₃	0.01
131	氟氯氰菊酯	Cyfluthrin	68359-37-5	C ₂₂ H ₁₈ Cl ₂ FNO ₃	0.01
132	对氯苯氧乙酸	4-Chlorophenoxyacetic acid	122-88-3	C ₈ H ₇ ClO ₃	0.01

附录 B
(资料性附录)

132 种农药及其代谢物的保留时间、定量离子对、定性离子对

序号	农药中文名	农药英文名	电离方式	去簇电压/V	保留时间/min	定量离子对	碰撞能/V	定性离子对	碰撞能/V
1	阿维菌素	Avermectin B1a	正	195	7.59	895.5-751.5	57	895.5-449	64
2	乙酰甲胺磷	Acephate	正	50	1.22	184-143	12	184-125	25
3	啉虫脒	Acetamiprid	正	65	1.87	223-126	28	223-99	60
4	涕灭威	Aldicarb	正	20	2.31	208-116	11	208-89	25
	涕灭威砒	Aldicarb Sulfone	正	30	1.44	240.1-148	17	240.1-166	16
	涕灭威亚砒	Aldicarb sulfoxide	正	55	1.21	207-132	9	207-89	20
5	啞菌酯	Azoxystrobin	正	80	3.89	404.1-372	20	404.1-344.1	34
6	联苯菊酯	Bifenthrin	正	40	8.61	440.3-181.1	22	440.3-166.2	58
7	联苯三唑醇	Bitertanol	正	20	4.33	338.2-269	13	338.2-251	16
8	噻嗪酮	Buprofezin	正	60	7.04	306.2-201.1	17	306.2-116.2	22
9	硫线磷	Cadusafos	正	40	8.54	271-159	19	271-131	31
10	甲萘威	Carbaryl	正	56	2.91	202.1-145	15	202.1-127	40
11	多菌灵	Carbendazim	正	80	1.44	192-160	25	192-132	41
12	克百威	Carbofuran	正	70	2.75	222.1-165	16	222.1-123.1	29
	3-羟基克百威	3-Hydroxy Carbofuran	正	70	1.72	238-181	16	238-163	18
13	氯虫苯甲酰胺	Chlorantraniliprole	正	45	3.36	483.9-452.9	25	483.9-285.9	19
14	灭幼脲	Chlorbenzuron	正	50	4.51	309-156	18	309-139	40
15	杀虫脒	Chlordimeform	正	60	1.47	197.1-117	35	197.1-89	67
16	氟啶脲	Chlorfluzuron	正	70	7.22	540-383	30	542-385	30
17	毒死蜱	Chlorpyrifos	正	75	6.98	350-198	28	350-97	45
18	噻虫胺	Clothianidin	正	35	1.72	250-169.1	17	250-132	21
19	蝇毒磷	Coumaphos	正	100	5.47	363-227	35	363-307	23
20	霜脲氰	Cymoxanil	正	53	4.87	199.1-128	12	199.1-111	24
21	溴氰菊酯	Deltamethrin	正	55	8.01	523-281	23	523-506	16
22	内吸磷	Demeton	正	48	3.29	259-89	22	259-61	45
23	二嗪磷	Diazinon	正	90	5.54	305-169	28	305-153	28
24	敌敌畏	Dichlorvos	正	70	2.52	221-109	23	221-127	27
25	苯醚甲环唑	Difenoconazole	正	105	5.07	406.1-251	35	406.1-337	24
26	除虫脲	Diiflubenzuron	正	45	4.24	311-158	20	311-141.2	49
27	乐果	Dimethoate	正	56	1.87	230-199	13	230-125	29
28	烯酰吗啉	Dimethomorph	正	105	3.42	388.1-301	29	388.1-165	43
29	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	Emamectin B1a	正	50	4.75	886.5-82	110	886.5-158.1	41

30	灭线磷	Ethoprophos	正	67	4.15	243-97	43	243-131	26
31	醚菊酯	Etofenprox	正	30	8.35	394.2-177.1	19	394.2-107.1	59
32	乙螨唑	Etoazole	正	80	7.36	360.2-141	42	360.2-304	25
33	腈苯唑	Fenbuconazole	正	95	4.21	337.1-124.9	42	337.1-70	43
34	甲氧菊酯	Fenpropathrin	正	85	7.03	350.3-125.2	23	350.3-97.2	46
35	倍硫磷	Fenthion	正	78	5.19	279.1-169	23	279.1-247	18
	倍硫磷砒	Fenthion sulfone	正	100	3.26	311-124.8	25	311-278.9	23
	倍硫磷亚砒	Fenthion sulfoxide	正	90	2.62	295-280	25	295-109	45
36	氰戊菊酯	Fenvalerate	正	40	8.03	437-167	19	437-125	59
37	氟虫腈	Fipronil	负	-25	2.13	435-330	-24	435-250	-38
	氟甲腈	Fipronil desulfinyl	负	-30	2.21	387-351	-19	387-282	-47
	氟虫腈硫化物	Fipronil sulfide	负	-20	2.35	419-262	-35	419-383	-22
	氟虫腈砒	Fipronil sulfone	负	-28	2.32	451-415	-26	451-282	-38
38	氟氰戊菊酯	Flucythrinate	正	30	7.49	469-412	17	469-181	50
39	氟硅唑	Flusilazole	正	50	4.22	316-247.1	26	316-165	37
40	氯吡脞	Forchlorfenuron	正	50	2.85	248.1-129	23	248.1-93	47
41	己唑醇	Hexaconazole	正	85	4.36	314.1-70.1	45	314.1-159	40
42	噻螨酮	Hexythiazox	正	56	7.03	353-228	21	353-168	33
43	抑霉唑	Imazalil	正	100	2.36	297.1-159	31	297.1-201	23
44	吡虫啉	Imidacloprid	正	45	1.80	256.1-175	27	256.1-209	22
45	茚虫威	Indoxacarb	正	50	5.83	528-293	18	528-249	23
46	异稻瘟净	Iprobenfos	正	40	4.39	289.1-205	13	289.1-91.2	30
47	异菌脲	Iprodione	正	30	4.33	330.1-245	20	330.1-288	18
48	氯唑磷	Isazofos	正	70	4.85	316-164	23	316-122	35
49	水胺硫磷	Isocarbophos	正	100	3.53	231-121	26	231-109	38
50	甲基异柳磷	Isofenphos-methyl	正	20	5.40	332-121	43	332-231	19
51	异丙威	Isoprocarb	正	57	3.19	194-95	19	194-137	12
52	氯氰菊酯	Cypermethrin	正	41	7.85	433.2-191.0	21	435.1-193.0	20
53	醚菌酯	Kresoxim-methyl	正	60	4.95	314.1-267	9	314.1-222	20
54	马拉氧磷	Malaoxon	正	70	2.59	315-127	16	315-99	31
55	马拉硫磷	Malathion	正	70	4.39	331-127	16	331-99	32
56	甲霜灵	Metalaxyl	正	75	2.94	280.2-220	18	280.2-192.3	24
57	甲胺磷	Methamidophos	正	57	1.20	142-94	19	142-125	18
58	杀扑磷	Methidathion	正	59	3.73	303-145	13	303-85	28
59	灭多威	Methomyl	正	38	1.56	163-88	12	163-106	14
60	甲氧虫酰肼	Methoxyfenozide	正	70	4.25	369.2-149.1	21	369.2-133	15
61	久效磷	Monocrotophos	正	60	1.30	224.1-98	17	224.1-127	21
62	氧乐果	Omethoate	正	60	1.20	214-182.9	16	214-109	36
63	多效唑	Pacllobutrazol	正	90	3.50	294-70	40	294-125	45
64	对硫磷	Parathion	正	73	5.19	292-236	20	292-264	15
65	二甲戊灵	Pendimethalin	正	40	6.98	282.1-212	15	282.1-194	28

66	氯菊酯	Permethrin	正	50	8.50	408.2-183.1	22	408.2-355.2	12
67	稻丰散	Phenthoate	正	51	5.30	321-79	51	321-163.1	17
68	甲拌磷	Phorate	正	51	5.71	261-75	21	261-47	53
	甲拌磷砒	Phorate sulfone	正	65	3.54	293-96.9	50	293-114.7	35
	甲拌磷亚砒	Phorate sulfoxide	正	25	2.81	277-199	13	277-153	19
69	伏杀硫磷	Phosalone	正	76	5.66	368-182	20	368-322	13
70	硫环磷	Phosfolan	正	40	1.93	256.1-140	30	256.1-228	18
71	甲基硫环磷	Phosfolan-methyl	正	30	1.46	228-168	20	228-109	35
72	亚胺硫磷	Phosmet	正	61	3.83	318-160	17	318-133	49
	氧亚胺硫磷	phosmet oxon	正	70	2.17	302.0-160.0	17	302.0-133.0	47
73	磷胺	Phosphamidon	正	75	2.09	300.1-174	19	300.1-127	27
74	辛硫磷	Phoxim	正	55	5.68	299-129	18	299-153	10
75	抗蚜威	Pirimicarb	正	76	2.43	239.2-182	21	239.2-72	36
	脱甲基甲酰 胺基抗蚜威	pirimicarb-desmethyl- formamido	正	40	1.52	253.0-72.0	30	253.0-225.0	15
	脱甲基抗蚜 威	pirimicarb-desmethyl	正	60	2.37	225.1-168.1	19	225.1-180.0	17
76	咪鲜胺	Prochloraz	正	20	4.64	376.2-308	15	376.2-266	22
	咪鲜胺-脱氨 基咪唑	Prochloraz metabolite BTS44595	正	90	3.98	325-282	21	327-284	23
	咪鲜胺-脱咪 唑甲酰胺基	Prochloraz metabolite BTS44596	正	80	4.40	353-308	19	355-310	20
77	腐霉利	Procymidone	正	90	4.49	284-256	24	286-258	24
78	丙溴磷	Profenofos	正	80	6.00	373-302.9	25	373-345.2	18
79	霜霉威	Propamocarb	正	70	1.14	189-102	24	189-74	34
80	炔螨特	Propargite	正	20	7.36	368-231	14	368-175	21
81	丙环唑	Propiconazole	正	70	4.65	342.1-159	43	344.1-161	43
82	吡唑醚菌酯	Pyraclostrobin	正	50	5.38	388.1-194	18	388.1-163	36
83	哒螨灵	Pyridaben	正	77	7.86	365-309	17	365-147	34
84	噻霉胺	Pyrimethanil	正	30	3.67	200-183	33	200-168	40
85	喹硫磷	Quinalphos	正	77	5.10	299-163	31	299-147	29
86	治螟磷	Sulfotep	正	70	5.58	323-171.1	19	323-115	40
87	氟胺氰菊酯	Tau-fluvalinate	正	61	8.21	503.1-208.1	16	503.1-181.1	38
88	戊唑醇	Tebuconazole	正	95	4.14	308-70	49	308-125	47
89	虫酰肼	Tebufenozide	正	35	4.74	353.1-133.1	24	353.1-297.1	11
90	特丁硫磷	Terbufos	正	53	6.73	289.1-103.1	13	289.1-233.2	9
	特丁硫磷砒	Terbufos sulfone	正	75	4.14	321-97	57	321-115	39
	特丁硫磷亚 砒	Terbufos sulfoxide	正	57	3.41	305-187	20	305-131	38
91	噻虫嗪	Thiamethoxam	正	30	1.50	292-211	16	292-181	30
92	唑虫酰胺	Tolfenpyrad	正	40	6.26	384.1-197	35	384.1-171	33
93	三唑酮	Triadimefon	正	70	3.98	294-197	21	294-225	17

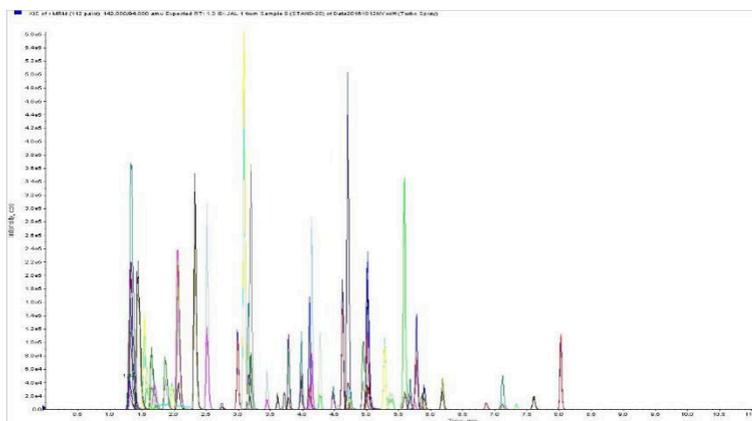
94	三唑醇	Triadimenol	正	15	3.41	296.1-70	40	296.1-227	11
95	三唑磷	Triazophos	正	80	4.43	314-162	24	314-119.1	50
96	敌百虫	Trichlorfon	正	65	1.56	256.9-109	21	256.9-221	16
97	肟菌酯	Trifloxystrobin	正	40	5.97	409.1-186	23	409.1-145	63
98	蚜灭磷	Vamidothion	正	30	1.52	288-146	17	288-118	31
99	苯酰菌胺	Zoxamide	正	90	5.34	336-186.9	31	336-204	23
100	丁硫克百威	Carbosulfan	正	60	8.54	381.1-159.9	21	381.1-118.1	29
101	四聚乙醛	Metaldehyde	正	80	1.56	381.2-118.1	29	381.2-160.1	21
102	灭蝇胺	Cyromazine	正	60	1.08	167.1-125.0	24	167.1-85.0	24
103	吡蚜酮	Pymetroozine	正	70	1.10	218.2-105.0	29	218.2-78.0	58
104	氟铃脲	Hexaflumuron	正	90	5.52	460.9-158	24	460.9-141	59
105	甲基硫菌灵	Thiophanate-methyl	正	60	2.47	343-151	26	343-311	15
106	联苯肼酯	Bifenazate	正	60	4.20	301.2-198.1	15	301.2-170.1	28
107	螺螨酯	Spirodiclofen	正	83	7.93	411.2-313.1	15	411.2-71.1	30
108	氰霜唑	Cyazofamid	正	70	4.90	325-108	20	325-261	15
109	三环唑	Tricyclazole	正	70	1.89	190-163.1	32	190-136	38
110	烯啶虫胺	Nitenpyram	正	40	1.32	271.1-225	16	271.1-99	22
111	乙霉威	Diethofencarb	正	66	3.76	268-226	14	268-180	25
112	6-苄基腺嘌呤	benzyladenine	正	50	1.58	226.1-91.0	35	226.1-148.2	27
113	溴氰虫酰胺	cyantraniliprole	正	30	2.95	475.0-286.0	18	475.0-444.0	27
114	呋虫胺	dinotefuran	正	35	1.31	203.1-129.0	16	203.1-157.0	11
115	氟环唑	epoxiconazole	正	85	3.93	330.0-121.0	55	330.0-101.0	70
116	氟吗啉	flumorph	正	50	2.95	372.1-285.0	27	372.1-165.0	40
117	甲基毒死蜱	chlorpyrifos-methyl	正	65	5.73	322.0-125.1	28	324.0-125.1	28
118	甲基嘧啶磷	pirimiphos-methyl	正	90	5.91	306.1-164.1	29	306.1-108.0	40
119	腈菌唑	myclobutanil	正	80	3.84	289.0-70.0	35	289.0-125.0	46
120	噻虫啉	thiacloprid	正	81	2.13	253.1-126.1	29	253.1-99.1	57
121	噻唑磷	fosthiazate	正	65	2.89	284.0-228.0	14	284.0-104.0	30
122	戊菌唑	penconazole	正	81	4.45	284.0-159.0	39	284.0-70.0	29
123	烯唑醇	diniconazole	正	105	4.64	326.0-70.0	60	326.0-159.0	40
124	乙基多杀菌素 J	spinetoram J	正	40	4.59	748.5-142.1	37	748.5-203.1	42
	乙基多杀菌素 L	spinetoram L	正	80	5.03	760.4-142.0	35	760.4-98.0	100
125	莠去津	atrazine	正	85	3.07	216.1-174.0	23	216.1-104.0	39
126	鱼藤酮	rotenone	正	96	4.51	395.0-213.1	29	395.0-192.0	31
127	多杀霉素 A	spinosad A	正	110	3.87	732.4-142	35	732.4-98.1	95
	多杀霉素 D	spinosad D	正	110	4.33	746.4-142	34	746.4-98	101
128	苯磺隆	tribenuron-methyl	正	30	2.17	396.1-155.0	18	396.1-181.0	27
129	噻苯隆	Thidiazuron	正	30	2.21	221.0-102.0	22	221.0-128.0	22
130	氯氟氰菊酯	Cyhalothrin	正	45	7.91	467.1-225	20	469.1-227	20

131	氟氯氰菊酯	Cyfluthrin	正	40	7.74	451-191	19	453-193	19
132	对氯苯氧乙酸	4-Chlorophenoxyacetic acid	负	-26	1.30	185.0-127.0	-20	185.0-91.0	-40

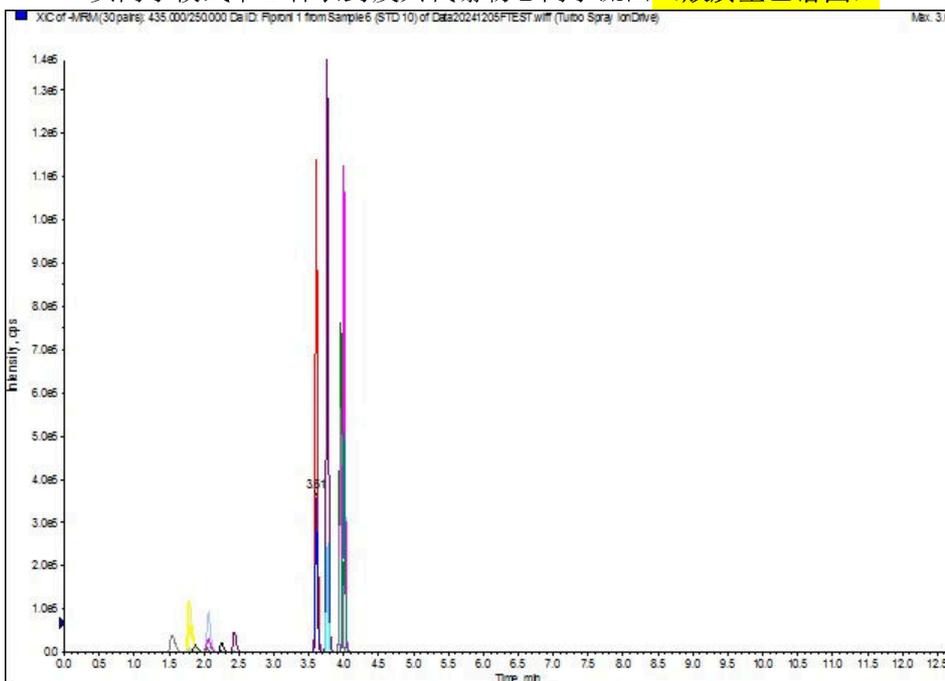
表 F1.132 种农药及其代谢物的保留时间、定量离子对、定性离子对

附录 C
(资料性附录)

正离子模式下 130 种农药及其代谢物总离子流图 (放质量色谱图)



负离子模式下 2 种农药及其代谢物总离子流图 (放质量色谱图)



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。

本文件分为四个部分：

- 第1部分 植物性农产品中有机磷类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法；
 - 第2部分 植物性农产品中有机氯、拟除虫菊酯等多种类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法；
 - 第3部分 植物性农产品中多种类农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法
 - 第4部分 植物性农产品中多种类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法
- 本部分为T/GDNB XXXX—2024第4部分。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广州市农产品质量安全监督所提出，广东省农业标准化协会归口。本文件知识产权归广州市农产品质量安全监督所所有。

本文件起草单位：广州市农产品质量安全监督所、深圳市质量安全检验检测研究院、东莞市农产品质量安全监督检测所、广电计量检测集团股份有限公司、广州南沙明曦检测服务有限公司、广州市增城区农产品推广与质量安全监督所

本文件主要起草人：

第4部分 植物性农产品中多种类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法

1 范围

本文件规定了植物性农产品中甲胺磷、氧乐果、啶虫脒、二甲戊乐灵、甲基异柳磷等118种农药及其代谢物残留量的气相色谱-质谱联用测定方法。

本部分适用于蔬菜和水果中上述118种农药及其代谢物残留量的检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 2763.1 食品安全国家标准 食品中2,4-滴丁酸钠盐等112种农药最大残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

残留物 residue definition

由于使用农药而在食品、农产品和动物饲料中出现的任何特定物质，包括被认为具有毒理学意义的农药衍生物，如农药转化物、代谢物、反应产物及杂质等。

4 原理

试样用乙腈提取，提取液经分散固相萃取净化，使用气相色谱-三重四级杆质谱联用仪检测。外标法定性、定量。

5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯的试剂，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈（ CH_3CN ，CAS号：75-05-8）：色谱纯

5.1.2 丙酮（ $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ，CAS号：67-64-1）：色谱纯

5.1.3 正己烷（ C_6H_{14} ，CAS号：110-54-3）：色谱纯

5.1.4 氯化钠（ NaCl ，CAS号：7647-14-5）。

5.1.5 无水硫酸镁（ MgSO_4 ，CAS号：7487-88-9）

5.2 标准品

118种农药及其代谢物标准品，参见附录A，纯度 $\geq 95\%$ 。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 标准储备溶液（1000 mg/L）：准确称取 10 mg（精确至 0.1 mg）各农药标准品，根据标准品的溶解性和测定的需要选丙酮或正己烷等溶剂溶解并定容至 10 mL，避光-18℃保存，有效期 1 年。

5.3.2 混合标准溶液：吸取一定量的农药标准储备溶液于 50 mL 容量瓶中，用正己烷定容至刻度。混合标准溶液避光 0℃~4℃保存，有效期 1 个月。

5.4 材料

5.4.1 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶（PSA）：40μm~60μm。

5.4.2 石墨化炭黑（GCB）：40μm~120μm。

5.4.3 微孔滤膜（有机相）：13mm×0.22μm。

6 仪器

6.1 气相色谱-三重四级杆质谱联用仪：配有电子轰击源（EI）。

6.2 分析天平：感量 0.01 mg 和 0.01 g。

6.3 离心机：转速不低于 4000 r/min。

6.4 组织捣碎机。

6.5 氮吹仪：可控温。

6.6 涡旋振荡器。

7 试样制备

7.1 试样制备

同第 1 部分 7.1。

7.2 试样储存

同第 1 部分 7.2。

8 分析步骤

8.1 提取

同第 1 部分 8.1。

8.2 净化浓缩

同第 3 部分 8.2。

8.3 测定

8.3.1 气相色谱参考条件

- a) 色谱柱：（5%-苯基）-甲基聚硅氧烷色谱柱（HP-5MSUI）柱；
- b) 色谱柱温度：初温 60℃，保持 1 min，以 40℃/min 升至 170℃，以 10℃/min 升至 310℃，保持 3 min；
- c) 载气：氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ ，流速 0.764 mL/min；
- d) 进样口温度：270℃；
- e) 进样方式：不分流进样；
- f) 进样量：1 μ L；

8.3.2 质谱参考条件

- a) 电子轰击源：70 eV；
- b) 离子源温度：280℃；
- c) 传输线温度：280℃；
- d) 溶剂延迟：3min；
- e) 多反应监测（MRM）：每种农药分别选择至少 2 对离子对。所需检测的离子对按照出峰顺序，分时段分别检测。每种农药的保留时间、定量离子对、定性离子对和离子对质谱参数，参见附录 B。

8.3.3 基质匹配标准工作曲线

选择与被测样品性质相同或相似的空白样品按照 8.1 部分进行前处理，得到空白基质溶液。精确吸取一定量的混合标准溶液，逐级用空白基质溶液稀释成质量浓度为 0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L 和 0.5 mg/L 的基质匹配标准工作溶液，供气相色谱-质谱联用仪测定。以农药定量离子对峰面积为纵坐标，相对应的基质匹配标准工作溶液质量浓度为横坐标，绘制基质匹配标准工作曲线。

8.3.4 定性及定量

8.3.4.1 保留时间

被测试样中目标农药色谱峰的保留时间与相应标准色谱峰的保留时间相比较，相对误差应在 $\pm 2.5\%$ 之内。

8.3.4.2 离子丰度比

在相同实验条件下进行样品测定时，如果检出的色谱峰的保留时间与标准样品相一致，并且在扣除背景后的样品质谱图中，目标化合物选择的定量和定性离子均出现，而且同一检测批次，对同一化合物，样品中目标化合物的定性离子和定量离子的相对丰度比与质量浓度相当的基质标准溶液相比，其允许偏差不超过表 1 规定的范围，则可判断样品中存在目标农药。

表1 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50	20~50	10~20	≤10
允许相对偏差	±20	±25	±30	±50
注：单位为百分率				

本方法的标准物质总离子流图参见附录 C。（GC-MS/MS 多反应监测质量色谱图参见附录 C）。

8.3.4.3 定量

外标法定量。

8.4 试样溶液的测定

将基质匹配标准工作溶液和试样溶液依次注入气相色谱-质谱联用仪中，保留时间和离子丰度比定性，测得定量离子峰面积，待测样液中农药的响应值应在仪器检测的定量测定线性范围之内，超过线性范围时应根据测定浓度进行适当倍数稀释后再进行分析。

8.5 平行试验

按以上步骤对同一试样进行平行试验测定。对于检出农药含量在限量值临界值或超标的样品，要求做平行试验，结果以平行试验平均值表示。

8.6 空白试验

除不加试样外，采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

7 结果计算

试样中各农药残留量以质量分数 ω 计，单位为毫克每千克(mg / kg)，按公式(1)计算

$$\omega = \frac{\rho \times V \times V_2}{m \times V_1} \times f \times 10^{-3} \quad (1)$$

式中：

其中： ω ——试样中农药残留的含量（单位：mg/kg）；

ρ ——试样中被测物的质量浓度（单位： $\mu\text{g/L}$ ）；

f ——试样待测液稀释或浓缩倍数；

V ——提取液体积（单位：mL）；

V_1 ——分取体积（单位：mL）；

V_2 ——定容体积（单位：mL）；

m ——试样质量（单位：g）；

计算结果以重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示，保留两位有效数字，含量超过 1 mg/kg 时保留三位有效数字。

13 精密度

将以上各种农药混合标准溶液在 0.010 mg / kg、0.050mg / kg 和 0.100mg / kg 三个水平添加到植物性农产品试样中进行方法的精密度试验，方法的添加回收率在 60%~120%之间，变异系数小于 20%。

平行试样中样品中含量大于 1mg/kg 时，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%；小于或等于 1 mg/kg 时，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

14 其它

本文件方法对各种化合物的定量限为 0.005 mg/kg~ 0.01 mg/kg（参见附录 A）。

附录 A
 (资料性附录)
 118 种农药及其代谢物中英文名称和定量限
 表 A.118 种农药及其代谢物中英文名称、方法定量限

序号	农药中文名	农药英文名	方法定量限, mg/kg
1	甲胺磷	Methamidophos	0.01
2	敌敌畏	Dichlorvos	0.01
3	乙酰甲胺磷	Acephate	0.01
4	禾草敌	Molinate	0.01
5	氧乐果	Omethoate	0.01
6	内吸磷	Demeton-O	0.01
	内吸磷	Demeton-S	0.01
7	四氯硝基苯	Tecnazene (TCNB)	0.01
8	二苯胺	Diphenylamine	0.01
9	灭线磷	Ethoprophos (Ethoprop)	0.01
10	环草敌	Cycloate	0.01
11	氯苯胺灵	Chlorpropham	0.01
12	乙丁烯氟灵	Ethalfuralin	0.01
13	杀虫脒	Chlordimeform	0.01
14	久效磷	Monocrotophos	0.01
15	治螟磷	Sulfotep	0.01
16	硫线磷	Cadusafos	0.01
17	甲拌磷	Phorate	0.01
	甲拌磷亚砷	Phorate Sulfoxide	0.01
	甲拌磷砷	Phorate sulfone	0.01
18	α -666	BHC-alpha (benzene hexachloride)	0.01
	β -666	BHC-beta	0.01
	γ -666	BHC-gamma (Lindane, gamma HCH)	0.01
	δ -666	BHC-delta	0.01
19	乐果	Dimethoate	0.01
20	克百威	Carbofuran	0.01
21	扑灭津	Propazine	0.01
22	特丁硫磷	Terbufos	0.01
	特丁硫磷砷	Terbufos sulfone	0.01
23	五氯硝基苯	Quintozene	0.01
24	噻霉胺	Pyrimethanil	0.01
25	二嗪磷	Diazinon	0.01
26	磷胺 1	Phosphamidon I	0.01
	磷胺 2	Phosphamidon II	0.01
27	氯唑磷	Isazofos (Miral, Isazophos)	0.01
28	百菌清	Chlorothalonil	0.01
29	噻草酮	Metribuzin	0.01

30	乙烯菌核利	Vinclozolin	0.01
31	甲基对硫磷	Parathion-methyl	0.01
32	莠灭净	Ametryn	0.01
33	氟虫腈	Fipronil	0.005
	氟虫腈砒	Fipronil sulfone	0.005
	氟虫腈硫醚	Fipronil sulfide	0.005
	氟甲腈	Fipronil-desulfinyl	0.005
34	甲基立枯磷	Tolclofos-methyl	0.01
35	甲萘威	Carbaryl	0.01
36	甲草胺	Alachlor	0.01
37	扑草净	Prometryn	0.01
38	甲霜灵	Metalaxyl	0.01
39	三氯杀螨醇	Dicofol	0.01
	o,p'-三氯杀螨醇	o,p'-Dicofol	0.01
40	杀螟硫磷	Fenitrothion	0.01
41	除草定	Bromacil	0.01
42	马拉硫磷	Malathion	0.01
43	异丙甲草胺	Metolachlor	0.01
44	倍硫磷	Fenthion	0.01
	倍硫磷亚砒	Fenthion sulfoxide	0.01
	倍硫磷砒	Fenthion sulfone	0.01
45	艾氏剂	Aldrin	0.01
46	毒死蜱	Chlorpyrifos	0.01
47	对硫磷	Parathion	0.01
48	三唑酮	Triadimefon	0.01
49	四氟醚唑	Tetraconazole	0.01
50	水胺硫磷	Isocarbophos	0.01
51	噁菌环胺	Cyprodinil	0.01
52	甲基异柳磷	Isofenphos-methyl	0.01
53	二甲戊乐灵	Pendimethalin (Penoxaline)	0.01
54	戊菌唑	Penconazole	0.01
55	甲基硫环磷	Phosfolan-methyl	0.01
56	硫环磷	Phosfolan	0.01
57	烯虫酯	Methoprene	0.01
58	三唑醇	Triadimenol	0.01
59	喹硫磷	Quinalphos	0.01
60	腐霉利	Procymidone	0.01
61	杀扑磷	Methidathion	0.01
62	多效唑	Paclobutrazol	0.01
63	α -硫丹	Endosulfan I (alpha isomer)	0.01
	β -硫丹	Endosulfan II (beta isomer)	0.01
	硫丹硫酸酯	Endosulfan sulfate	0.01

64	苯线磷	Fenamiphos	0.01
65	氟酰胺	Flutolanil	0.01
66	敌草胺	Napropamide	0.01
67	抑霉唑	Imazalil	0.01
68	丙硫磷	Prothiofos	0.01
69	丙溴磷	Profenofos	0.01
70	丙草胺	Pretilachlor	0.01
71	脱叶磷	DEF (Tribufos)	0.01
72	4,4'-滴滴伊	p,p'-DDE	0.01
	4,4'-滴滴滴	p,p'-DDD	0.01
	2,4'-滴滴涕	o,p'-DDT	0.01
	4,4'-滴滴涕	p,p'-DDT	0.01
73	三环唑	Tricyclazole	0.01
74	乙氧氟草醚	Oxyfluorfen	0.01
75	狄氏剂	Dieldrin	0.01
76	除草醚	Nitrofen	0.01
77	环丙唑醇	Cyproconazole	0.01
78	虫螨腈	Chlorfenapyr	0.01
79	烯唑醇	Diniconazole	0.01
80	三唑磷	Triazophos	0.01
81	苯霜灵	Benalaxyl	0.01
82	敌瘟磷	Edifenphos	0.01
83	喹氧灵	Quinoxifen	0.01
84	丙环唑	Propiconazole I	0.01
85	肟菌酯	Trifloxystrobin	0.01
86	禾草灵	Diclofop-methyl	0.01
87	戊唑醇	Tebuconazole	0.01
88	炔螨特	Propargite	0.01
89	增效醚	Piperonyl butoxide	0.01
90	异菌脲	Iprodione	0.01
91	啶虫脒	Acetamiprid	0.01
92	亚胺硫磷	Phosmet	0.01
93	联苯菊酯	Bifenthrin	0.01
94	联苯肼酯	Bifenazate	0.01
95	甲氰菊酯	Fenpropathrin	0.01
96	乙螨唑	Etoxazole	0.01
97	咪唑菌酮	Fenamidone	0.01
98	伏杀硫磷	Phosalone	0.01
99	吡丙醚	Pyriproxyfen	0.01
100	氯氟氰菊酯	Cyhalothrin (lambda)	0.01
101	氯苯嘧啶醇	Fenarimol	0.01
102	氯菊酯	Permethrin I	0.01
	氯菊酯	Permethrin II (trans)	0.01
103	螺螨酯	Spirodiclofen	0.01
104	哒螨灵	Pyridaben	0.01

105	蝇毒磷	Coumaphos	0.01
106	咪鲜胺	Prochloraz	0.01
107	腈苯唑	Fenbuconazole	0.01
108	氟氯氰菊酯	Cyfluthrin	0.01
109	氯氰菊酯	Cypermethrin	0.01
110	啶酰菌胺	Boscalid	0.01
111	氟氰戊菊酯 1	Flucythrinate I	0.01
	氟氰戊菊酯 2	Flucythrinate II	0.01
112	醚菊酯	Etofenprox (Ethofenprox)	0.01
113	氰戊菊酯 1	Fenvalerate I	0.01
	氰戊菊酯 2	Fenvalerate II	0.01
114	吡唑醚菌酯	Pyraclostrobin	0.01
115	氟胺氰菊酯	Fluvalinate-tau	0.01
116	苯醚甲环唑 1	Difenoconazole I	0.01
116	苯醚甲环唑 2	Difenoconazole II	0.01
117	溴氰菊酯	Deltamethrin	0.01
118	烯酰吗啉 1	Dimethomorph I	0.01
	烯酰吗啉 2	Dimethomorph II	0.01

附录 B
(资料性附录)

118 种农药及其代谢物的保留时间、定量离子对、定性离子对

表 B.118 种农药及其代谢物的保留时间、定量离子对、定性离子对

序号	农药中文名	农药英文名	保留时间 min	定量离子对	碰撞电压 V	定性离子对	碰撞电压 V
1	甲胺磷	Methamidophos	4.58	141-95	5	95-79	10
2	敌敌畏	Dichlorvos	4.68	184.9-93	10	144.9-109	10
3	乙酰甲胺磷	Acephate	5.66	142-96	5	136-94	10
4	禾草敌	Molinate	6.39	126.2-98.1	5	126.2-83.1	5
5	氧乐果	Omethoate	6.75	155.9-110	5	155.9-79	20
6	内吸磷	Demeton-O	6.85	171-115	10	115-97	10
	内吸磷	Demeton-S	7.72	143-115	5	126-65	10
7	四氯硝基苯	Tecnazene (TCNB)	6.9	260.9-203	10	258.9-201	10
8	二苯胺	Diphenylamine	6.97	169-168.2	15	168-167.2	15
9	灭线磷	Ethoprophos (Ethoprop)	7.02	157.9-114	5	157.9-97	15
10	环草敌	Cycloate	7.05	154.1-83.1	5	154.1-72.1	5
11	氯苯胺灵	Chlorpropham	7.11	153-125.1	10	153-90	25
12	乙丁烯氟灵	Ethalfluralin	7.14	315.9-275.9	10	275.9-248.1	10
13	杀虫脒	Chlordimeform	7.23	195.9-181	5	151.9-117.1	10
14	久效磷	Monocrotophos	7.31	127.1-109	10	127.1-95	15
15	治螟磷	Sulfotep	7.38	321.8-201.9	10	237.8-145.9	10
16	硫线磷	Cadusafos	7.43	158.8-131	5	158.8-97	15
17	甲拌磷	Phorate	7.5	128.9-65	15	121-65	10
	甲拌磷亚砷	Phorate Sulfoxide	9.75	153-96.9	10	124.9-96.9	5
	甲拌磷砷	Phorate sulfone	9.87	199-143	10	153-97	10
18	α -666	BHC-alpha (benzene hexachloride)	7.64	218.9-183	5	216.9-181	5
	β -666	BHC-beta	8.03	218.9-183.1	5	216.9-181.1	5
	γ -666	BHC-gamma (Lindane, gamma HCH)	8.15	218.9-183.1	5	216.9-181.1	5

	δ-666	BHC-delta	8.51	219-183.1	5	217-181.1	5
19	乐果	Dimethoate	7.79	92.9-63	10	86.9-86	5
20	克百威	Carbofuran	7.84	164.2-149.1	10	149.1-121.1	5
21	扑灭津	Propazine	7.95	229.1-214.2	5	229.1-58.1	10
22	特丁硫磷	Terbufos	8.16	230.9-175	10	230.9-129	20
	特丁硫磷砒	Terbufos sulfone	10.55	198.9-143	10	152.9-96.9	10
23	五氯硝基苯	Quintozene	8.23	297-239	20	295-237	20
24	噻霉胺	Pyrimethanil	8.28	198-183.1	20	198-158.1	20
25	二嗪磷	Diazinon	8.29	199.1-93	15	137.1-84	10
26	磷胺 1	Phosphamidon I	8.34	226.9-127	5	192.9-127	5
	磷胺 2	Phosphamidon II	8.95	226.9-127	5	192.9-127	5
27	氯唑磷	Isazofos (Miral, Isazophos)	8.52	256.9-162	5	207.9-165.9	10
28	百菌清	Chlorothalonil	8.59	265.8-231	20	263.8-229	20
29	噻草酮	Metribuzin	9	198-82	15	198-55	30
30	乙烯菌核利	Vinclozolin	9.11	212-172.1	15	197.9-145	15
31	甲基对硫磷	Parathion-methyl	9.14	262.9-109	10	125-79	5
32	莠灭净	Ametryn	9.23	227-170.1	10	227-58.1	10
33	氟虫腓	Fipronil	10.64	366.8-212.8	25	350.8-254.8	15
	氟虫腓砒	Fipronil sulfone	11.73	384.8-256.8	20	382.8-254.9	20
	氟虫腓硫醚	Fipronil sulfide	10.5	420-350.9	10	351-254.9	20
	氟甲腓	Fipronil-desulfinyl	9.23	388-333	20	388-281	35
34	甲基立枯磷	Tolclofos-methyl	9.23	265-250	15	265-93	25
35	甲萘威	Carbaryl	9.23	144-116.1	10	144-115.1	20
36	甲草胺	Alachlor	9.26	188.1-160.2	10	188.1-132.1	15
37	扑草净	Prometryn	9.28	241-184.2	10	226-184.2	10
38	甲霜灵	Metalaxyl	9.33	234-174.1	10	234-146.1	20
39	三氯杀螨醇	Dicofol	10.03	250-139	10	141-113	15
	o,p'-三氯杀螨醇	o,p'-Dicofol	9.52	250-215	5	250-139	15

40	杀螟硫磷	Fenitrothion	9.59	277-260.1	5	125.1-79	5
41	除草定	Bromacil	9.61	207-190	15	205-190	15
42	马拉硫磷	Malathion	9.73	172.9-99	15	157.8-125	5
43	异丙甲草胺	Metolachlor	9.89	240-162.2	10	238-162.2	10
44	倍硫磷	Fenthion	9.91	278-109	15	124.9-79	5
	倍硫磷亚砷	Fenthion sulfoxide	12.26	278-109	15	125-79	5
	倍硫磷砷	Fenthion sulfone	12.36	309.9-105	10	135.9-92	10
45	艾氏剂	Aldrin	9.94	262.9-192.9	35	262.9-190.9	35
46	毒死蜱	Chlorpyrifos	9.95	313.8-285.8	5	313.8-257.8	15
47	对硫磷	Parathion	9.97	290.9-109	10	138.9-109	5
48	三唑酮	Triadimefon	10	208-181.1	5	208-111	20
49	四氟醚唑	Tetraconazole	10.05	336-217.9	20	336-203.8	30
50	水胺硫磷	Isocarbophos	10.07	135.9-108	15	121-65.1	15
51	啞菌环胺	Cyprodinil	10.39	226.2-225.3	10	225.2-224.3	10
52	甲基异柳磷	Isofenphos-methyl	10.4	241-199	10	241-121	20
53	二甲戊乐灵	Pendimethalin (Penoxaline)	10.52	280.8-251.9	5	251.8-162.2	10
54	戊菌唑	Penconazole	10.54	248-192.1	15	248-157.1	25
55	甲基硫环磷	Phosfolan-methyl	10.58	227-168	5	227-140	15
56	硫环磷	Phosfolan	10.61	196-140	10	168-140	5
57	烯虫酯	Methoprene	10.72	190.9-93	15	153-111.1	5
58	三唑醇	Triadimenol	10.73	168-70	10	128-100	10
59	喹硫磷	Quinalphos	10.73	157-129.1	15	157-102	30
60	腐霉利	Procymidone	10.84	284.8-96	10	282.8-96	10
61	杀扑磷	Methidathion	11	144.9-85	5	144.9-58.1	15
62	多效唑	Paclobutrazol	11.09	236-167.1	10	236-125.1	10
63	α -硫丹	Endosulfan I (alpha isomer)	11.26	194.9-160	5	194.9-159	5
	β -硫丹	Endosulfan II (beta isomer)	12.27	206.9-172	15	194.9-158.9	10
	硫丹硫酸酯	Endosulfan sulfate	13.02	273.8-238.9	15	273.8-236.9	15

64	苯线磷	Fenamiphos	11.31	302.9-287.9	10	217-202.1	10
65	氟酰胺	Flutolanil	11.38	280.9-173	10	173-145.1	15
66	敌草胺	Napropamide	11.4	271-72.1	15	128-100.1	10
67	抑霉唑	Imazalil	11.48	216.8-175	5	214.9-173	5
68	丙硫磷	Prothiofos	11.49	308.9-238.9	15	266.9-239	5
69	丙溴磷	Profenofos	11.53	338.8-268.7	15	296.8-268.7	5
70	丙草胺	Pretilachlor	11.57	262-202.2	5	162.1-147.2	10
71	脱叶磷	DEF (Tribufos)	11.58	202-147	10	202-113	15
72	4,4'-滴滴伊	p,p'-DDE	11.61	317.8-246	15	315.8-246	15
	4,4'-滴滴滴	p,p'-DDD	12.36	236.9-165.2	20	234.9-199.1	15
	2,4'-滴滴涕	o,p'-DDT	12.44	237-165.2	20	235-199.1	15
	4,4'-滴滴涕	p,p'-DDT	13.02	237-165.2	20	235-199.2	15
73	三环唑	Tricyclazole	11.62	189-162.1	10	189-161.1	15
74	乙氧氟草醚	Oxyfluorfen	11.71	299.9-222.8	15	252-196	20
75	狄氏剂	Dieldrin	11.72	277-241	5	262.9-193	35
76	除草醚	Nitrofen	12	282.9-253	10	282.9-202	10
77	环丙唑醇	Cyproconazole	12.03	222-125.1	15	222-82.1	10
78	虫螨腈	Chlorfenapyr	12.04	327.8-246.8	15	246.9-227	15
79	烯唑醇	Diniconazole	12.31	269.9-233.9	10	269.9-232	10
80	三唑磷	Triazophos	12.64	161.2-134.2	5	161.2-106.1	10
81	苯霜灵	Benalaxyl	12.87	266-148.1	5	148-105.1	20
82	敌瘟磷	Edifenphos	12.92	201-109	10	172.9-109	5
83	喹氧灵	Quinoxifen	12.92	306.8-237	20	271.9-237.1	10
84	丙环唑	Propiconazole I	12.93	172.9-145	15	172.9-109	30
85	肟菌酯	Trifloxystrobin	12.94	116-89	15	172-145.1	15
86	禾草灵	Diclofop-methyl	13.26	339.9-252.9	10	280.8-119.9	10
87	戊唑醇	Tebuconazole	13.27	250-125	20	125-99	20
88	炔螨特	Propargite	13.32	149.9-135.1	5	135-107.1	10

89	增效醚	Piperonyl butoxide	13.36	176.1-131.1	15	176.1-117.1	20
90	异菌脲	Iprodione	13.69	315.7-55.8	20	313.8-244.9	10
91	啉虫脒	Acetamiprid	13.86	152-116.1	15	126-99	10
92	亚胺硫磷	Phosmet	13.9	160-133.1	10	160-105	15
93	联苯菊酯	Bifenthrin	13.91	181.2-166.2	10	181.2-165.2	25
94	联苯肼酯	Bifenazate	13.94	199-184.2	10	184-169.2	10
95	甲氰菊酯	Fenpropathrin	14.04	207.9-181	5	181.1-152.1	25
96	乙螨唑	Etoxazole	14.07	204-176.1	10	141-113	15
97	咪唑菌酮	Fenamidone	14.14	268-180.2	20	268-77.1	35
98	伏杀硫磷	Phosalone	14.58	182-111	15	182-102.1	15
99	吡丙醚	Pyriproxyfen	14.61	321-222	10	136.1-96	15
100	氯氟氰菊酯 1	Cyhalothrin (lambda) I	14.74	208-181	5	197-141	10
	氯氟氰菊酯 2	Cyhalothrin (lambda) II	14.93	208-181	5	197-141	10
101	氯苯嘧啶醇	Fenarimol	15.08	329.7-138.8	5	251-139.1	10
102	氯菊酯	Permethrin I	15.52	183.1-168.1	10	183.1-165.1	10
102	氯菊酯	Permethrin II (trans)	15.65	182.9-168.1	10	182.9-155.1	10
103	螺螨酯	Spirodiclofen	15.66	312.1-108.9	15	109.1-81.1	10
104	哒螨灵	Pyridaben	15.77	147.2-132.2	10	147.2-117.1	20
105	蝇毒磷	Coumaphos	15.85	361.9-109	15	225.9-163.1	15
106	咪鲜胺	Prochloraz	15.91	195.9-96.9	30	180-138	10
107	腈苯唑	Fenbuconazole	16.21	197.9-129	5	128.9-102.1	15
108	氟氰菊酯	Cyfluthrin	16.25	206-176.9	25	206-150	40
109	氯氰菊酯	Cypermethrin	16.57	165.1-91.1	15	163.1-127.1	5
110	啉酰菌胺	Boscalid	16.58	140-112	10	140-76	25
111	氟氰戊菊酯 1	Flucythrinate I	16.69	198.9-157	10	198.9-107	25
	氟氰戊菊酯 2	Flucythrinate II	16.87	198.9-157	10	198.9-107	25
112	醚菊酯	Etofenprox (Ethofenprox)	16.78	163-135.1	10	163-107.1	20

113	氰戊菊酯 1	Fenvalerate I	17.41	224.9-119	15	208.9-77	25
	氰戊菊酯 2	Fenvalerate II	17.59	224.9-119	15	208.9-77	25
114	吡唑醚菌酯	Pyraclostrobin	17.46	164-132.1	10	132-104	15
115	氟胺氰菊酯	Fluvalinate-tau	17.56	252.1-209.9	40	252.1-55	40
116	苯醚甲环唑 1	Difenoconazole I	17.8	324.8-266.8	15	322.8-264.8	15
	苯醚甲环唑 2	Difenoconazole II	17.87	324.8-266.8	15	322.8-264.8	15
117	溴氰菊酯 1	Deltamethrin I	17.96	252.9-93	15	250.7-172	5
	溴氰菊酯 2	Deltamethrin II	18.12	252.9-93	15	250.7-172	5
118	烯酰吗啉 1	Dimethomorph I	18.46	386.8-300.9	10	302.9-164.9	10
	烯酰吗啉 2	Dimethomorph II	18.77	386.8-300.9	10	302.9-164.9	10

附录 C
(资料性附录)
118 种农药及其代谢物总离子流图

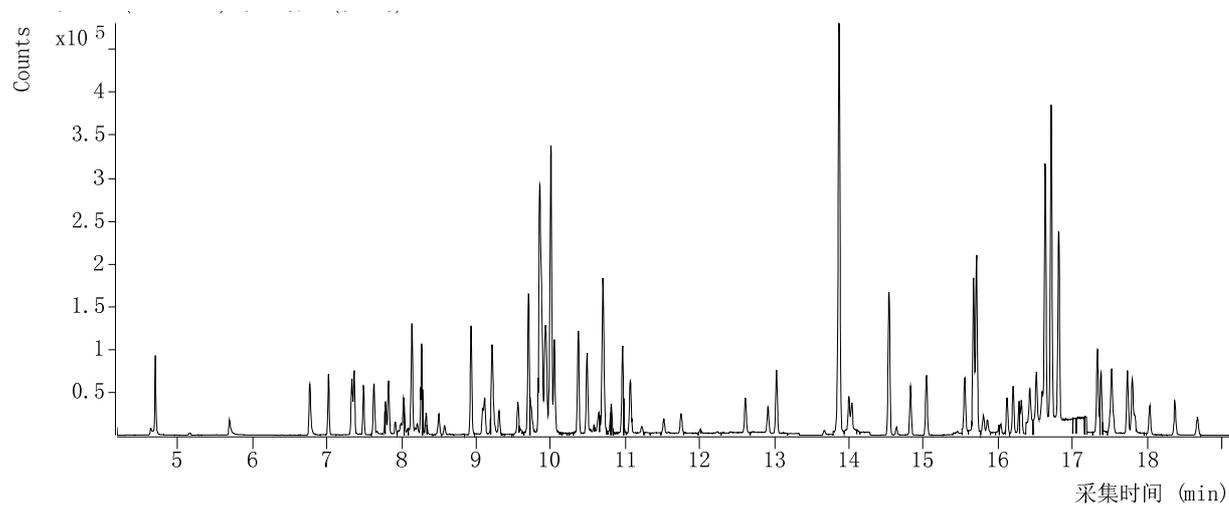


图 C.118 种农药及其代谢物总离子流图