

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4871—2025

土壤中200种农药及其代谢物
残留量的测定

Determination of 200 pesticides and metabolites residues in soil

2025-12-09 发布

2026-05-01 实施

中华人民共和国农业农村部 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。

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。

本文件由农业农村部科学技术司提出。

本文件由农业农村部农业资源环境标准化技术委员会归口。

本文件分为五个部分：

- 第 1 部分：土壤中 17 种有机磷类农药及其代谢物残留量的 F 测定 气相色谱法；
- 第 2 部分：土壤中 10 种有机氯类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法；
- 第 3 部分：土壤中 7 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-柱后衍生法；
- 第 4 部分：土壤中 93 种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法；
- 第 5 部分：土壤中 147 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法；

本文件起草单位：农业农村部环境保护科研监测所。

本文件主要起草人：贺泽英、蒋治国、王璐、徐亚平、刘潇威、史小萌、王策、何沛侨、张珊、谷静。

土壤中 200 种农药及其代谢物残留量的测定

第 1 部分：土壤中 17 种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

本部分规定了土壤中甲胺磷、灭线磷、硫线磷、甲拌磷(包括甲拌磷、甲拌磷砒和甲拌磷亚砒)、氧乐果、特丁硫磷、二嗪磷、乐果、甲基毒死蜱、毒死蜱、水胺硫磷、噻唑磷、丙溴磷、硫环磷、三唑磷、莎稗磷和亚胺硫磷 17 种有机磷类农药及代谢物(见附录 A)的气相色谱检测方法。

本部分适用于土壤中上述 17 种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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T52 土壤水分测定法

NY/T 395 农田土壤环境质量监测技术规范

3 原理

试样中有机磷类农药用乙腈提取,提取溶液经净化、浓缩后,用丙酮定容,农药组分经毛细管色谱柱分离,火焰光度检测器(磷滤光片)检测。保留时间定性,外标法定量。

4 试剂与材料

除另有说明外,均使用分析纯试剂,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 乙腈(CH_3CN ,CAS 号:75-05-8)。

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

4.1.3 氯化钠(NaCl ,CAS 号:7647-14-5)。

4.1.4 无水硫酸镁(MgSO_4 ,CAS 号:7487-88-9)。

4.1.5 柠檬酸钠二水合物($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,CAS 号:6132-04-3)。

4.1.6 柠檬酸二钠盐倍半水合物($\text{C}_6\text{H}_6\text{Na}_2\text{O}_7 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$,CAS 号:6132-05-4)。

4.2 标准品

17 种有机磷类农药及其代谢物标准品,见附录 A,纯度 $\geq 95\%$ 。

4.3 标准溶液配制

4.3.1 标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取约 10 mg(精确至 0.1 mg)有机磷类农药及其代谢物标准品,用丙酮溶解并分别定容至 10 mL,避光 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 及以下条件保存,有效期 1 年。

4.3.2 混合标准储备溶液(50 mg/L):吸取一定量的农药标准储备溶液于容量瓶中,用丙酮定容至刻度,避光 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 及以下条件保存,有效期 6 个月。

4.3.3 混合标准溶液(5 mg/L):吸取一定量的混合标准储备溶液于容量瓶中,用丙酮定容至刻度,避光 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 及以下条件保存,有效期 1 个月。

4.4 材料

4.4.1 陶瓷均质子:2 cm(长) \times 1 cm(外径),或相当者。

- 4.4.2 十八烷基硅烷键合硅胶(C₁₈):粒径 40 μm~60 μm。
- 4.4.3 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(PSA):粒径 40 μm~60 μm。
- 4.4.4 微孔滤膜(有机相):13 mm×0.22 μm,或相当者。

5 仪器设备

- 5.1 气相色谱仪:配有火焰光度检测器(磷滤光片),分流/不分流进样口。
- 5.2 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.01 g。
- 5.3 离心机:转速不低于 4 000 r/min。
- 5.4 涡旋混合器。
- 5.5 氮吹仪:可控温。

6 分析步骤

6.1 试样制备与储存

按照 NY/T 395 的要求采集新鲜土壤样品,去除石子、植物根茎等杂质后混合均匀,不风干,放入聚乙烯瓶或袋中。将样品按照测试和备用分别存放,于-20℃及以下条件保存。按照 NY/T 52 测定样品含水量。

6.2 提取和净化

称取 5 g 试样(精确至 0.01 g)于 50 mL 塑料离心管中,加入 10 mL 水涡旋混合均匀,静置 30 min。加入 10 mL 乙腈及 1 颗陶瓷均质子,涡旋振荡 3 min 后,加入提取盐包(4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠二水合物、0.5 g 柠檬酸二钠盐倍半水合物),涡旋振荡 1 min 后,4 000 r/min 离心 5 min。吸取 6 mL 上清液加到内含 900 mg 硫酸镁、150 mg C₁₈ 和 150 mg PSA 的 15 mL 塑料离心管中,涡旋混匀 1 min。4 000 r/min 离心 5 min,准确吸取 4 mL 上清液于 10 mL 试管中,40℃水浴中氮气吹至近干。加入 1 mL 丙酮复溶,过微孔滤膜,用于测定。

6.3 测定

6.3.1 仪器参考条件

- a) 色谱柱:50%聚苯基甲基硅氧烷石英毛细管柱,30 m×0.53 mm(内径)×1.0 μm,或相当者;
- b) 色谱柱温度:150℃保持 2 min,然后以 8℃/min 程序升温至 210℃,再以 5℃/min 升温至 250℃,保持 15 min;
- c) 载气:氮气,纯度≥99.999%,流速为 8.4 mL/min;
- d) 进样口温度:250℃;
- e) 检测器温度:300℃;
- f) 进样量:1 μL;
- g) 进样方式:不分流进样;
- h) 吹扫时间:0.75 min;
- i) 燃气:氢气,纯度≥99.999%,流速为 80 mL/min。
- j) 助燃气:空气,流速为 110 mL/min。

6.3.2 基质匹配标准工作曲线

空白土壤样品按照 6.2 进行前处理,得到空白基质溶液。准确吸取一定量的混合标准溶液,逐级用丙酮释成质量浓度为 0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L 和 0.5 mg/L 的系列标准工作溶液。取 4 mL 空白基质溶液氮气至近干,分别加入 1 mL 上述标准工作溶液复溶,过微孔滤膜配制成系列基质混合标准工作溶液,参考色谱条件测定。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。

6.3.3 定性及定量

6.3.3.1 定性测定

以目标农药的保留时间定性。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。

本方法 17 种有机磷农药及其代谢物标准溶液的色谱图见附录 B。

6.3.3.2 定量测定

外标法定量。

6.3.4 试样溶液的测定

将系列基质匹配混合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,待测试样溶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,超过线性范围时应稀释到线性范围内后再进行分析。

6.4 平行测定

按以上步骤对同一试样进行 2 次平行试验测定。

6.5 空白试验

除不加试料外,按照 6.2~6.4 的规定进行平行操作。

7 结果计算

试样中被测农药残留量以质量分数 ω 计,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)或公式(2)计算。

$$\omega = \frac{A \times V_1 \times V_3 \times \rho_1}{A_s \times V_2 \times m \times (1 - \theta_m)} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (1)$$

$$\omega = \frac{V_1 \times V_3 \times \rho_2}{V_2 \times m \times (1 - \theta_m)} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_1 ——基质匹配标准工作溶液中农药质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_2 ——从基质匹配标准工作曲线中得到的试样溶液中农药质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

A ——样品溶液中被测农药的峰面积;

A_s ——基质匹配标准工作溶液中被测农药的峰面积;

V_1 ——提取溶剂总体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取的提取溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_3 ——样品溶液定容体积,单位为毫升(mL);

m ——新鲜土壤试样质量的数值,单位为克(g);

θ_m ——新鲜土壤试样的质量含水量。

计算结果保留 2 位有效数字。当含量超 1 mg/kg 时,保留 3 位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下,获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不得超过重复性限(r),见附录 C。

在再现性条件下,获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不得超过再现性限(R),见附录 C。

9 其他

本文件方法定量限为 0.01 mg/kg(见附录 A)。

附 录 A

(规范性)

17 种有机磷类农药及其代谢物中英文名称、分子式、CAS 号和方法定量限

17 种有机磷类农药及其代谢物中英文名称、分子式、CAS 号和方法定量限,见表 A.1。

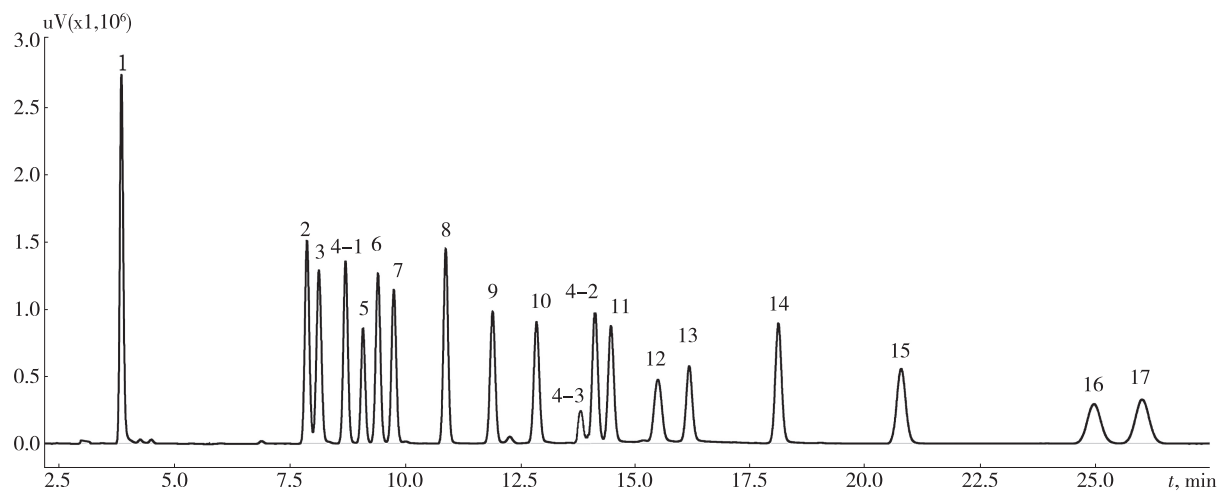
表 A.1 17 种有机磷类农药及其代谢物中英文名称、分子式、CAS 号和方法定量限

序号	中文名称	英文名称	分子式	CAS 号	方法定量限 mg/kg
1	甲胺磷	methamidophos	$C_2 H_8 NO_2 PS$	10265-92-6	0.01
2	灭线磷	ethoprophos	$C_8 H_{19} O_2 PS_2$	13194-48-4	0.01
3	硫线磷	cadusafos	$C_{10} H_{23} O_2 PS_2$	95465-99-9	0.01
4-1	甲拌磷	phorate	$C_7 H_{17} O_2 PS_3$	298-02-2	0.01
5	氧乐果	omethoate	$C_5 H_{12} NO_4 PS$	1113-02-6	0.01
6	特丁硫磷	terbufos	$C_9 H_{21} O_2 PS_3$	13071-79-9	0.01
7	二嗪磷	diazinon	$C_{12} H_{21} N_2 O_3 PS$	333-41-5	0.01
8	乐果	dimethoate	$C_5 H_{12} NO_3 PS_2$	60-51-5	0.01
9	甲基毒死蜱	chlorpyrifos-methyl	$C_7 H_7 Cl_3 NO_3 PS$	5598-13-0	0.01
10	毒死蜱	chlorpyrifos	$C_9 H_{11} Cl_3 NO_3 PS$	2921-88-2	0.01
4-2	甲拌磷砒	phorate sulfone	$C_7 H_{17} O_4 PS_3$	2588-04-7	0.01
4-3	甲拌磷亚砒	phorate sulfoxide	$C_7 H_{17} O_3 PS_3$	2588-03-6	0.01
11	水胺硫磷	isocarbophos	$C_{11} H_{16} NO_4 PS$	24353-61-5	0.01
12	噻唑磷	fosthiazate	$C_9 H_{18} NO_3 PS_2$	98886-44-3	0.01
13	丙溴磷	profenofos	$C_{11} H_{15} BrClO_3 PS$	41198-08-7	0.01
14	硫环磷	phosfolan	$C_7 H_{14} NO_3 PS_2$	947-02-4	0.01
15	三唑磷	triazophos	$C_{12} H_{16} N_3 O_3 PS$	24017-47-8	0.01
16	莎稗磷	anilofos	$C_{13} H_{19} ClNO_3 PS_2$	64249-01-0	0.01
17	亚胺硫磷	phosmet	$C_{11} H_{12} NO_4 PS_2$	732-11-6	0.01

附录 B
(资料性)

17 种有机磷类农药及其代谢物标准溶液的色谱图

17 种有机磷类农药及其代谢物标准溶液的色谱图见图 B.1。



标引序号说明：

- | | |
|---------------|-------------|
| 1 —— 甲胺磷； | 9 —— 甲基毒死蜱； |
| 2 —— 灭线磷； | 10 —— 毒死蜱； |
| 3 —— 硫线磷； | 11 —— 水胺硫磷； |
| 4-1 —— 甲拌磷； | 12 —— 噻啉磷； |
| 4-2 —— 甲拌磷砒； | 13 —— 丙溴磷； |
| 4-3 —— 甲拌磷亚砒； | 14 —— 硫环磷； |
| 5 —— 氧乐果； | 15 —— 三唑磷； |
| 6 —— 特丁硫磷； | 16 —— 莎稗磷； |
| 7 —— 二嗪磷； | 17 —— 亚胺硫磷； |
| 8 —— 乐果； | |

图 B.1 17 种有机磷类农药及其代谢物标准溶液的色谱图

附 录 C

(资料性)

17 种有机磷类农药精密度数据

重复性限(r)要求见表 C.1,再现性(R)要求见表 C.2。

表 C.1 17 种有机磷农药及其代谢物的重复性限(r)

序号	中文名称	英文名称	重复性限(r)		
			0.01 mg/kg	0.1 mg/kg	0.5 mg/kg
1	甲胺磷	methamidophos	0.000 9	0.009	0.053
2	灭线磷	ethoprophos	0.001 3	0.013	0.061
3	硫线磷	cadusafos	0.001 3	0.011	0.057
4-1	甲拌磷	phorate	0.001 4	0.017	0.086
4-2	甲拌磷砒	phorate sulfone	0.001 0	0.009	0.053
4-3	甲拌磷亚砒	phorate sulfoxide	0.001 3	0.012	0.082
5	氧乐果	omethoate	0.001 5	0.010	0.079
6	特丁硫磷	terbufos	0.002 6	0.018	0.050
7	二嗪磷	diazinon	0.001 9	0.012	0.049
8	乐果	dimethoate	0.002 0	0.010	0.055
9	甲基毒死蜱	chlorpyrifos-methyl	0.001 6	0.014	0.045
10	毒死蜱	chlorpyrifos	0.001 4	0.015	0.060
11	水胺硫磷	isocarbophos	0.001 3	0.012	0.053
12	噻唑磷	fosthiazate	0.002 1	0.018	0.075
13	丙溴磷	profenofos	0.001 5	0.009	0.068
14	硫环磷	phosfolan	0.001 5	0.010	0.047
15	三唑磷	triazophos	0.001 9	0.015	0.060
16	莎稗磷	anilofos	0.001 3	0.013	0.067
17	亚胺硫磷	phosmet	0.001 5	0.012	0.064

表 C.2 17 种有机磷农药及其代谢物的再现性限(R)

序号	中文名称	英文名称	再现性限(R)		
			0.01 mg/kg	0.1 mg/kg	0.5 mg/kg
1	甲胺磷	methamidophos	0.002 5	0.045	0.14
2	灭线磷	ethoprophos	0.002 2	0.035	0.18
3	硫线磷	cadusafos	0.001 8	0.045	0.20
4-1	甲拌磷	phorate	0.002 8	0.054	0.19
4-2	甲拌磷砒	phorate sulfone	0.004 5	0.041	0.17
4-3	甲拌磷亚砒	phorate sulfoxide	0.001 5	0.027	0.14
5	氧乐果	omethoate	0.004 0	0.028	0.19

表 C.2 (续)

序号	中文名称	英文名称	再现性限(R)		
			0.01 mg/kg	0.1 mg/kg	0.5 mg/kg
6	特丁硫磷	terbufos	0.004 1	0.047	0.22
7	二嗪磷	diazinon	0.003 4	0.044	0.18
8	乐果	dimethoate	0.003 1	0.028	0.15
9	甲基毒死蜱	chlorpyrifos-methyl	0.002 3	0.033	0.10
10	毒死蜱	chlorpyrifos	0.001 9	0.038	0.17
11	水胺硫磷	isocarbophos	0.001 4	0.044	0.14
12	噻唑膦	fosthiazate	0.002 0	0.050	0.16
13	丙溴磷	profenofos	0.002 0	0.019	0.19
14	硫环磷	phosfolan	0.001 8	0.025	0.14
15	三唑磷	triazophos	0.003 3	0.037	0.18
16	莎稗磷	anilofos	0.002 3	0.035	0.19
17	亚胺硫磷	phosmet	0.003 8	0.018	0.12

土壤中 200 种农药及其代谢物残留量的测定

第 2 部分：土壤中 10 种有机氯类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本部分规定了土壤中六六六(包括 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六)、滴滴涕(包括 2,4'-滴滴涕、4,4'-滴滴涕、2,4'-滴滴伊、4,4'-滴滴伊、2,4'-滴滴涕、4,4'-滴滴涕)、六氯苯、五氯硝基苯、百菌清、乙草胺、艾氏剂、硫丹(包括 α -硫丹、 β -硫丹)、丁草胺和三氯杀螨醇 10 种有机氯类农药及其代谢物(见附录 A)多残留气相色谱检测方法。

本部分适用于土壤中上述 10 种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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T52 土壤水分测定法

NY/T 395 农田土壤环境监测技术规范

3 原理

试样中有机氯类农药用乙腈提取,提取溶液经净化、浓缩后,农药组分经毛细管色谱柱分离,电子捕获检测器(ECD)检测。保留时间定性,外标法定量。

4 试剂与材料

除另有说明外,均使用分析纯试剂,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 乙腈(CH_3CN ,CAS 号:75-05-8)。

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

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

4.1.4 氯化钠(NaCl ,CAS 号:7647-14-5)。

4.1.5 无水硫酸镁(MgSO_4 ,CAS 号:7487-88-9)。

4.1.6 柠檬酸钠二水合物($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,CAS 号:6132-04-3)。

4.1.7 柠檬酸二钠盐倍半水合物($\text{C}_6\text{H}_6\text{Na}_2\text{O}_7 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$,CAS 号:6132-05-4)。

4.2 溶液配制

丙酮-正己烷溶液(10+90):量取 10 mL 丙酮加入 90 mL 正己烷中,混匀。

4.3 标准品

10 种有机氯类农药及其代谢物标准品,见附录 A,纯度 $\geq 95\%$ 。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取约 10 mg(精确至 0.1 mg)有机氯类农药及其代谢物标准品,用正己烷溶解并分别定容至 10 mL,避光-20 °C 及以下条件保存,有效期 1 年。

4.4.2 混合标准储备溶液(50 mg/L):吸取一定量的农药标准储备溶液于容量瓶中,用正己烷定容至刻度,避光-20 °C 及以下条件保存,有效期 6 个月。

4.4.3 混合标准溶液(5 mg/L):吸取一定量的混合标准储备溶液于容量瓶中,用正己烷定容至刻度,避光-20℃及以下条件保存,有效期1个月。

4.5 材料

4.5.1 陶瓷均质子:2 cm(长)×1 cm(外径),或相当者。

4.5.2 固相萃取柱:弗罗里硅土柱,1 000 mg,容积6 mL。

4.5.3 微孔滤膜(有机相):13 mm×0.22 μm,或相当者。

5 仪器设备

5.1 气相色谱仪:配有电子捕获检测器(ECD),分流/不分流进样口。

5.2 分析天平:感量0.1 mg和0.01 g。

5.3 离心机:转速不低于4 000 r/min。

5.4 涡旋混合器。

5.5 旋转蒸发仪:可控温。

5.6 氮吹仪:可控温。

6 分析步骤

6.1 试样制备与储存

按照 NY/T 395 的要求采集新鲜土壤样品,去除石子、植物根茎等杂质后混合均匀,不风干,放入聚乙烯瓶或袋中。将样品按照测试和备用分别存放,于-20℃及以下条件保存。按照 NY/T 52 测定样品含水量。

6.2 提取

称取5 g试样(精确至0.01 g)于50 mL塑料离心管中,加入10 mL水涡旋混合均匀,静置30 min。加入10 mL乙腈及1颗陶瓷均质子,涡旋振荡3 min后,加入提取盐包(4 g无水硫酸镁、1 g氯化钠、1 g柠檬酸钠二水合物、0.5 g柠檬酸二钠盐倍半水合物),涡旋振荡1 min后,4 000 r/min离心5 min。准确吸取4 mL上清液于100 mL鸡心瓶中,40℃水浴旋转蒸发至近干,加入2.0 mL正己烷,待净化。

6.3 净化

将弗罗里硅土柱依次用5.0 mL丙酮-正己烷溶液(4.2)、5.0 mL正己烷预淋洗,弃去淋洗液。当溶剂液面到达上层筛板表面时,立即倒入上述待净化溶液,用15 mL刻度试管接收洗脱液,用5 mL丙酮-正己烷溶液(4.2)冲洗鸡心瓶后淋洗弗罗里硅土柱,并重复1次。将盛有淋洗液的刻度离心管置于氮吹仪上,在水浴温度40℃条件下,氮吹蒸发至低于2 mL,加入正己烷定容至2 mL,涡旋混匀,过微孔滤膜,用于测定。

6.4 测定

6.4.1 仪器参考条件

- a) 色谱柱:100%聚苯基甲基硅氧烷石英毛细管柱,30 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm,或相当者;
- b) 色谱柱温度:100℃保持2 min,然后以6℃/min程序升温至270℃,保持8 min;
- c) 进样口温度:200℃;
- d) 检测器温度:300℃;
- e) 进样量:1 μL;
- f) 进样方式:分流进样,分流比10:1。
- g) 载气:氮气,纯度≥99.999%,流速为1 mL/min。
- h) 辅助气:氮气,纯度≥99.999%,流速为60 mL/min。

6.4.2 标准工作曲线

将混合标准溶液用正己烷稀释成质量浓度为0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L和

0.5 mg/L 的系列标准工作溶液,参考色谱条件测定。以农药色谱峰面积为纵坐标、相对应的标准工作溶液质量浓度为横坐标,绘制标准工作曲线。

6.4.3 定性及定量

6.4.3.1 定性测定

以目标农药的保留时间定性。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。

本方法 10 种有机氯类农药及其代谢物的色谱图见附录 B。

6.4.3.2 定量测定

外标法定量。

6.4.4 试样溶液的测定

将混合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,待测试样溶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,超过线性范围时应稀释到线性范围内后再进行分析。

6.5 平行测定

按以上步骤对同一试样进行 2 次平行试验测定。

6.6 空白试验

除不加试料外,按照 6.2~6.5 的规定进行平行操作。

7 结果计算

试样中被测农药残留量以质量分数 ω 计,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)或公式(2)计算。

$$\omega = \frac{A \times V_1 \times V_3 \times \rho_1}{A_s \times V_2 \times m \times (1 - \theta_m)} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (1)$$

$$\omega = \frac{V_1 \times V_3 \times \rho_2}{V_2 \times m \times (1 - \theta_m)} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- ρ_1 ——标准溶液中农药质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);
- ρ_2 ——从标准工作曲线中得到的试样溶液中农药质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);
- A ——样品溶液中被测农药的峰面积;
- A_s ——农药标准溶液中被测农药的峰面积;
- V_1 ——提取溶剂总体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——分取的提取溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_3 ——样品溶液定容体积的数值,单位为毫升(mL);
- m ——新鲜土壤试样质量的数值,单位为克(g);
- θ_m ——新鲜土壤试样的质量含水量。

计算结果保留 2 位有效数字。当含量超 1 mg/kg 时,保留 3 位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下,获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不得超过重复性限(r),见附录 C。
在再现性条件下,获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不得超过再现性限(R),见附录 C。

9 其他

本文件方法定量限为 0.01 mg/kg(见附录 A)。

附录 A

(规范性)

10 种有机氯类农药及其代谢物中英文名称、分子式、CAS 号和方法定量限

10 种有机氯类农药及其代谢物中英文名称、分子式、CAS 号和方法定量限,见表 A.1。

表 A.1 10 种有机氯类农药及其代谢物中英文名称、分子式、CAS 号和方法定量限

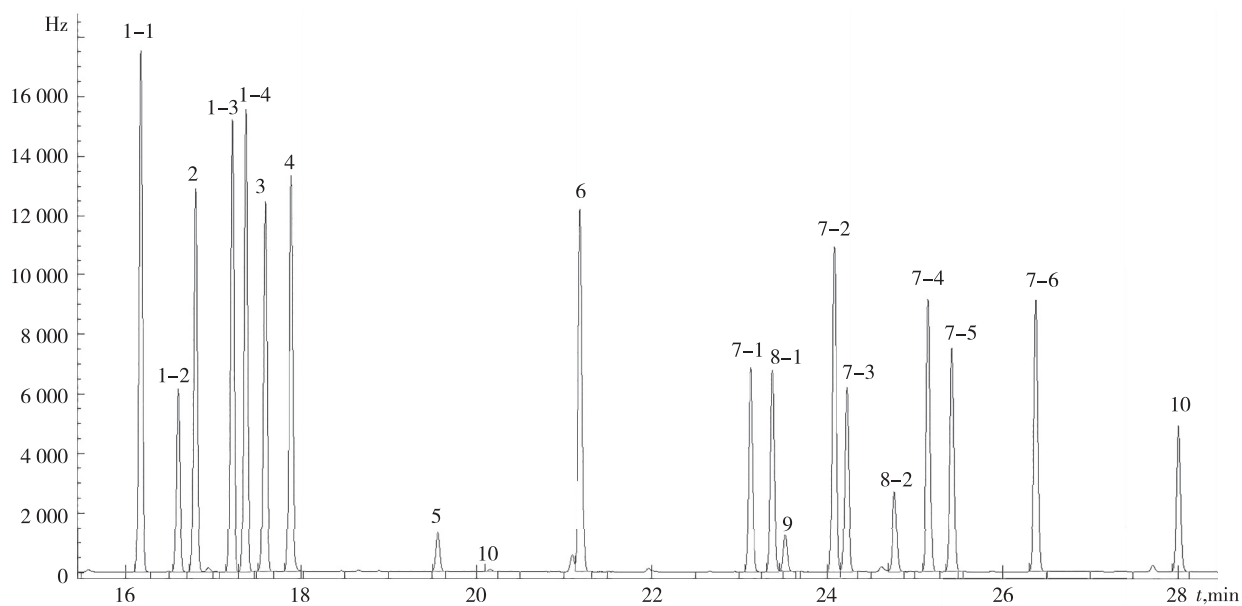
序号	中文名称	英文名称	分子式	CAS 号	方法定量限 mg/kg
1-1	α -六六六	α -BHC	$C_6H_6Cl_6$	319-84-6	0.01
1-2	β -六六六	β -BHC	$C_6H_6Cl_6$	319-85-7	0.01
1-3	γ -六六六	γ -BHC	$C_6H_6Cl_6$	58-89-9	0.01
1-4	δ -六六六	δ -BHC	$C_6H_6Cl_6$	319-86-8	0.01
2	六氯苯	hexachlorobenzene	C_6Cl_6	118-74-1	0.01
3	五氯硝基苯	pentachloronitrobenzene	$C_6Cl_5NO_2$	82-68-8	0.01
4	百菌清	chlorothalonil	$C_8Cl_4N_2$	1897-45-6	0.01
5	乙草胺	acetochlor	$C_{14}H_{20}ClNO_2$	34256-82-1	0.01
6	艾氏剂	aldrin	$C_{12}H_8Cl_6$	309-00-2	0.01
7-1	2,4'-滴滴伊	<i>o,p'</i> -DDE	$C_{14}H_8Cl_4$	3424-82-6	0.01
8-1	α -硫丹	α -endosulfan	$C_6H_5Cl_6$	959-98-8	0.01
7-2	4,4'-滴滴伊	<i>p,p'</i> -DDE	$C_{14}H_8Cl_4$	72-55-9	0.01
7-3	2,4'-滴滴滴	<i>o,p'</i> -DDD	$C_{14}H_{10}Cl_4$	53-19-0	0.01
8-2	β -硫丹	β -endosulfan	$C_9H_6Cl_6O_3S$	33213-65-9	0.01
7-4	4,4'-滴滴滴	<i>p,p'</i> -DDD	$C_{14}H_{10}Cl_4$	72-54-8	0.01
7-5	2,4'-滴滴涕	<i>o,p'</i> -DDT	$C_{14}H_9Cl_5$	789-02-6	0.01
7-6	4,4'-滴滴涕	<i>p,p'</i> -DDT	$C_{14}H_9Cl_5$	50-29-3	0.01
9	丁草胺	butachlor	$C_{17}H_{26}ClNO_2$	23184-66-9	0.01
10	三氯杀螨醇	dicofol	$C_{14}H_9Cl_3O$	115-32-2	0.01

附录 A

(资料性)

10种有机氯类及其代谢物农药标准溶液的色谱图

10种有机氯类及其代谢物农药标准溶液的色谱图见图 B.1。



标引序号说明：

- | | |
|----------------------|--------------------------------------|
| 1-1—— α -六六六； | 7-2——4,4'-滴滴伊； |
| 1-2—— β -六六六； | 7-3——2,4'-滴滴滴； |
| 1-3—— γ -六六六； | 7-4——4,4'-滴滴滴； |
| 1-4—— δ -六六六； | 7-5——2,4'-滴滴涕； |
| 2——六氯苯； | 7-6——4,4'-滴滴涕； |
| 3——五氯硝基苯； | 8-1—— α -硫丹； |
| 4——百菌清； | 8-2—— β -硫丹； |
| 5——乙草胺； | 9——丁草胺； |
| 6——艾氏剂； | 10——三氯杀螨醇,前 4,4'-三氯杀螨醇,后 2,4'-三氯杀螨醇。 |
| 7-1——2,4'-滴滴伊 | |

图 B.1 10种有机氯类及其代谢物农药标准溶液的色谱图

附 录 C

(资料性)

10 种有机氯农药及其代谢物精密度数据

重复性限(r)要求见表 C.1,再现性(R)要求见表 C.2。

表 C.1 10 种有机氯农药及其代谢物的重复性限(r)

序号	中文名称	英文名称	重复性限(r)		
			0.01 mg/kg	0.1 mg/kg	0.5 mg/kg
1-1	α -六六六	α -BHC	0.002 2	0.018	0.105
1-2	β -六六六	β -BHC	0.002 6	0.017	0.085
1-3	γ -六六六	γ -BHC	0.003 0	0.018	0.093
1-4	δ -六六六	δ -BHC	0.002 7	0.019	0.084
2	六氯苯	hexachlorobenzene	0.002 8	0.014	0.096
3	五氯硝基苯	pentachloronitrobenzene	0.002 7	0.018	0.095
4	百菌清	chlorothalonil	0.001 9	0.008	0.066
5	乙草胺	acetochlor	0.002 3	0.017	0.080
6	艾氏剂	aldrin	0.002 9	0.013	0.087
7-1	2,4'-滴滴伊	o,p' -DDE	0.001 5	0.019	0.076
8-1	α -硫丹	α -endosulfan	0.002 2	0.019	0.083
7-2	4,4'-滴滴伊	p,p' -DDE	0.002 7	0.012	0.078
7-3	2,4'-滴滴滴	o,p' -DDD	0.002 2	0.011	0.088
8-2	β -硫丹	β -endosulfan	0.000 8	0.013	0.103
7-4	4,4'-滴滴滴	p,p' -DDD	0.002 2	0.016	0.084
7-5	2,4'-滴滴涕	o,p' -DDT	0.002 2	0.018	0.080
7-6	4,4'-滴滴涕	p,p' -DDT	0.001 8	0.017	0.079
9	丁草胺	butachlor	0.002 4	0.009	0.078
10	三氯杀螨醇	dicofol	0.001 6	0.017	0.120

表 C.2 10 种有机氯农药及其代谢物的再现性限(R)

序号	中文名称	英文名称	再现性限(R)		
			0.01 mg/kg	0.1 mg/kg	0.5 mg/kg
1-1	α -六六六	α -BHC	0.002 2	0.036	0.17
1-2	β -六六六	β -BHC	0.003 8	0.029	0.18
1-3	γ -六六六	γ -BHC	0.005 4	0.042	0.20
1-4	δ -六六六	δ -BHC	0.004 7	0.036	0.20
2	六氯苯	hexachlorobenzene	0.003 2	0.047	0.16
3	五氯硝基苯	pentachloronitrobenzene	0.004 6	0.061	0.19
4	百菌清	chlorothalonil	0.002 2	0.013	0.22

表 C.2 (续)

序号	中文名称	英文名称	再现性限(R)		
			0.01 mg/kg	0.1 mg/kg	0.5 mg/kg
5	乙草胺	acetochlor	0.002 4	0.027	0.16
6	艾氏剂	aldrin	0.003 1	0.039	0.18
7-1	2,4'-滴滴伊	<i>o,p'</i> -DDE	0.001 5	0.030	0.18
8-1	α -硫丹	α -endosulfan	0.002 1	0.020	0.19
7-2	4,4'-滴滴伊	<i>p,p'</i> -DDE	0.004 5	0.017	0.18
7-3	2,4'-滴滴滴	<i>o,p'</i> -DDD	0.004 2	0.015	0.18
8-2	β -硫丹	β -endosulfan	0.003 0	0.029	0.14
7-4	4,4'-滴滴滴	<i>p,p'</i> -DDD	0.004 0	0.025	0.18
7-5	2,4'-滴滴涕	<i>o,p'</i> -DDT	0.004 2	0.028	0.18
7-6	4,4'-滴滴涕	<i>p,p'</i> -DDT	0.003 8	0.038	0.20
9	丁草胺	butachlor	0.003 7	0.018	0.21
10	三氯杀螨醇	dicofol	0.004 3	0.030	0.16

土壤中 200 种农药及其代谢物残留量的测定

第 3 部分：土壤中 7 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-柱后衍生法

1 范围

本部分规定了土壤中涕灭威(包括涕灭威、涕灭威砒和涕灭威亚砒)、克百威(包括克百威和 3-羟基克百威)、速灭威、甲萘威、异丙威、仲丁威和灭多威 7 种氨基甲酸酯类农药(见附录 A)液相色谱检测方法。

本部分适用于土壤中上述 7 种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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T52 土壤水分测定法

NY/T 395 农田土壤环境质量监测技术规范

3 原理

试样中氨基甲酸酯类农药用乙腈提取,提取溶液经净化、浓缩后,农药组分使用带荧光检测器和柱后衍生系统的高效液相色谱进行检测。保留时间定性,外标法定量。

4 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。

4.1 试剂

- 4.1.1 乙腈(CH_3CN ,CAS 号:75-05-8)。
- 4.1.2 甲醇(CH_3OH ,CAS 号:67-56-1),色谱纯。
- 4.1.3 二氯甲烷(CH_2Cl_2 ,CAS 号:75-09-2),色谱纯。
- 4.1.4 氯化钠(NaCl ,CAS 号:7647-14-5)。
- 4.1.5 无水硫酸镁(MgSO_4 ,CAS 号:7487-88-9)。
- 4.1.6 柠檬酸钠二水合物($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,CAS 号:6132-04-3)。
- 4.1.7 柠檬酸二钠盐倍半水合物($\text{C}_6\text{H}_6\text{Na}_2\text{O}_7 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$,CAS 号:6132-05-4)。
- 4.1.8 邻苯二甲醛($\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_2$,CAS 号:643-79-8)。
- 4.1.9 2-二甲氨基乙硫醇盐酸盐($\text{C}_4\text{H}_{12}\text{ClNS}$,CAS 号:13242-44-9)。
- 4.1.10 氢氧化钠(NaOH ,CAS 号:1310-73-2)。
- 4.1.11 十水四硼酸钠($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$,CAS 号:1303-96-4)。

4.2 溶液配制

- 4.2.1 氢氧化钠溶液(0.05 mol/L):称取 2.0 g 氢氧化钠,用水溶解并定容至 1 000 mL,混匀。
- 4.2.2 十水四硼酸钠溶液(4 g/L):称取 4.0 g 十水四硼酸钠,用水溶解并定容至 1 000 mL,混匀。
- 4.2.3 甲醇-二氯甲烷溶液(1+99):量取 1 mL 甲醇加入 99 mL 二氯甲烷中,混匀。
- 4.2.4 邻苯二甲醛溶剂(OPA 试剂):称取 50.0 mg 邻苯二甲醛,溶于 5 mL 甲醇中,混匀;再称取 1.0 g 2-二甲氨基乙硫醇盐酸盐,溶于 5 mL 十水四硼酸钠溶液(4.2.2),混匀;将上述两种溶液倒入 490 mL 十

水四硼酸钠溶液(4.2.2),混匀。

4.3 标准品

7种农药及其代谢物标准品,见附录A,纯度 $\geq 95\%$ 。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取约10 mg(精确至0.1 mg)各农药标准品,用甲醇溶解并分别定容至10 mL。避光 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 及以下条件保存,有效期1年。

4.4.2 混合标准储备溶液(50 mg/L):吸取一定量的农药标准储备溶液于容量瓶中,用甲醇定容至刻度,避光 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 及以下条件保存,有效期3个月。

4.4.3 混合标准溶液(5 mg/L):吸取一定量的混合标准储备溶液于容量瓶中,用甲醇定容至刻度,避光 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 及以下条件保存,有效期1个月。

4.5 材料

4.5.1 陶瓷均质子:2 cm(长) \times 1 cm(外径),或相当者。

4.5.2 固相萃取柱:氨基柱,1 000 mg,容积6 mL。

4.5.3 微孔滤膜(有机相):13 mm \times 0.22 μm ,或相当者。

5 仪器设备

5.1 液相色谱仪:配有柱后衍生反应装置和荧光检测器(FLD)。

5.2 分析天平:感量0.1 mg和0.01 g。

5.3 旋转蒸发仪:可控温。

5.4 离心机:转速不低于4 000 r/min。

5.5 氮吹仪:可控温。

5.6 涡旋混合器。

6 分析步骤

6.1 试样制备与储存

按照NY/T 395的要求采集新鲜土壤样品,去除石子、植物根茎等杂质后混合均匀,不风干,放入聚乙烯瓶或袋中。将样品按照测试和备用分别存放,于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 及以下条件保存。按照NY/T 52测定样品含水量。

6.2 提取

称取5 g试样(精确至0.01 g)于50 mL塑料离心管中,加入10 mL水涡旋混合均匀,静置30 min。加入10 mL乙腈及1颗陶瓷均质子(4.5.1),涡旋振荡3 min后,加入提取盐包(4 g无水硫酸镁、1 g氯化钠、1 g柠檬酸钠二水合物、0.5 g柠檬酸二钠盐倍半水合物),涡旋振荡1 min后,4 000 r/min离心5 min。准确吸取4 mL上清液于100 mL鸡心瓶中,40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴旋转蒸发至近干,加入2.0 mL甲醇-二氯甲烷溶液(4.2.3)溶解残余物,待净化。

6.3 净化

将氨基柱(4.5.2)用4 mL甲醇-二氯甲烷溶液(4.2.3)预淋洗,当液面到达柱筛板顶部时,立即加入上述待净化溶液,用10 mL离心管收集洗脱液,用2 mL甲醇-二氯甲烷溶液(4.2.3)涮洗鸡心瓶后过柱,并重复1次,收集的洗脱液于40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中氮吹蒸发近干,准确加入1 mL甲醇,涡旋混匀,用微孔滤膜过滤(4.5.3),用于测定。

6.4 测定

6.4.1 仪器参考条件

a) 色谱柱: C_{18} 柱,250 mm(柱长) \times 4.6 mm(内径) \times 5 μm (粒径),或相当者;

b) 柱温:40 $^{\circ}\text{C}$;

- c) 流速:1 mL/min;
 d) 荧光检测器: $\lambda_{\text{ex}}=330\text{ nm}$, $\lambda_{\text{em}}=465\text{ nm}$;
 e) 流动相:A 为水,B 为甲醇,流动相梯度洗脱条件见表 1;

表 1 流动相及其梯度条件(V_A+V_B)

时间 min	V_A %	V_B %
0.0	85	15
1.0	85	15
3.0	75	25
7.5	75	25
11.5	60	40
14.0	60	40
19.0	20	80
21.0	20	80
21.1	0	100
24.5	0	100
24.6	85	15
26.0	85	15

- f) 柱后衍生:0.05 mol/L 氢氧化钠溶液,流速 0.3 mL/min;OPA 试剂,流速 0.3 mL/min;水解温度,100 °C;衍生温度,室温;
 g) 进样体积:20 μL 。

6.4.2 标准工作曲线

将混合标准溶液用甲醇稀释成质量浓度为 0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.5 mg/L 和 1 mg/L 的系列标准工作溶液,参考色谱条件测定。以农药色谱峰面积为纵坐标、相对应的标准工作溶液质量浓度为横坐标,绘制标准工作曲线。

6.4.3 定性及定量

6.4.3.1 定性测定

以目标农药的保留时间定性。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。

本方法 7 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物的色谱图见附录 B。

6.4.3.2 定量测定

外标法定量。

6.4.4 试样溶液的测定

将混合标准工作溶液和试样溶液依次注入液相色谱仪中,保留时间定性,测得目标农药色谱峰面积,待测试样溶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,超过线性范围时应稀释到线性范围内后再进行分析。

6.5 平行测定

按以上步骤对同一试样进行 2 次平行试验测定。

6.6 空白试验

除不加试料外,按照 6.2~6.5 的规定进行平行操作。

7 结果计算

试样中被测农药残留量以质量分数 ω 计,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)或公式(2)

计算。

$$\omega = \frac{A \times V_1 \times V_3 \times \rho_1}{A_s \times V_2 \times m \times (1 - \theta_m)} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (1)$$

$$\omega = \frac{V_1 \times V_3 \times \rho_2}{V_2 \times m \times (1 - \theta_m)} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- ρ_1 ——标准溶液中农药质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L)；
- ρ_2 ——从标准工作曲线中得到的试样溶液中农药质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L)；
- A ——样品溶液中被测农药的峰面积；
- A_s ——标准溶液中被测农药的峰面积；
- V_1 ——提取溶剂总体积的数值,单位为毫升(mL)；
- V_2 ——分取的提取溶液体积的数值,单位为毫升(mL)；
- V_3 ——样品溶液定容体积的数值,单位为毫升(mL)；
- m ——新鲜土壤试样质量的数值,单位为克(g)；
- θ_m ——新鲜土壤试样的质量含水量。

计算结果保留 2 位有效数字。当含量超 1 mg/kg 时,保留 3 位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下,获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不得超过重复性限(r),见附录 C。

在再现性条件下,获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不得超过再现性限(R),见附录 C。

9 其他

本文件方法定量限为 0.01 mg/kg(见附录 A)。

附 录 A
(规范性)

7 种氨基甲酸酯类农药及代谢物中英文名称、分子式、CAS 号和方法定量限

7 种氨基甲酸酯类农药及代谢物中英文名称、分子式、CAS 号和方法定量限,见表 A. 1。

表 A. 1 7 种氨基甲酸酯类农药及代谢物中英文名称、分子式、CAS 号和方法定量限

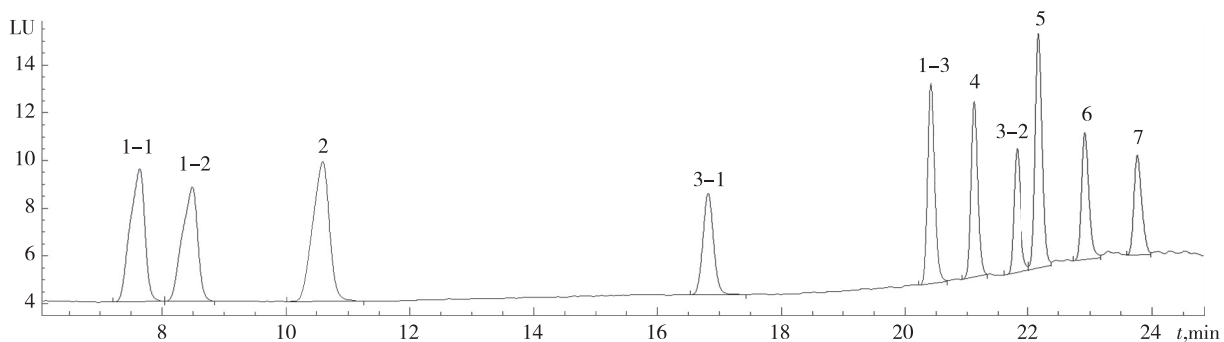
序号	中文名称	英文名称	分子式	CAS 号	方法定量限 mg/kg
1-1	涕灭威亚砷	aldicarb sulfoxide	C ₇ H ₁₄ N ₂ O ₃ S	1646-87-3	0.01
1-2	涕灭威砷	aldicarbsulfone	C ₇ H ₁₄ N ₂ O ₄ S	1646-88-4	0.01
1-3	涕灭威	aldicarb	C ₇ H ₁₄ N ₂ O ₂ S	116-06-3	0.01
2	灭多威	methomyl	C ₅ H ₁₀ N ₂ O ₂ S	16752-77-5	0.01
3-1	3-羟基克百威	3-hydroxy carbofuran	C ₁₂ H ₁₅ NO ₄	16655-82-6	0.01
3-2	克百威	carbofuran	C ₁₂ H ₁₅ NO ₃	1563-66-2	0.01
4	速灭威	metolcarb	C ₉ H ₁₁ NO ₂	1129-41-5	0.01
5	甲萘威	carbaryl	C ₁₂ H ₁₁ NO ₂	63-25-2	0.01
6	异丙威	isopricarb	C ₁₁ H ₁₅ NO ₂	2631-40-5	0.01
7	仲丁威	fenobucarb	C ₁₂ H ₁₇ NO ₂	3766-81-2	0.01

附 录 B

(资料性)

7 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物标准溶液的色谱图

7 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物标准溶液的色谱图见图 B.1。



标引序号说明：

- | | |
|---------------|-----------|
| 1-1——涕灭威亚砷； | 3-2——克百威； |
| 1-2——涕灭威砷； | 4 ——速灭威； |
| 1-3——涕灭威； | 5 ——甲萘威； |
| 2 ——灭多威； | 6 ——异丙威； |
| 3-1——3-羟基克百威； | 7 ——仲丁威； |

图 B.1 7 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物标准溶液的色谱图

附 录 C

(资料性)

7 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物精密度数据

重复性限(r)要求见表 C.1,再现性(R)要求见表 C.2。

表 C.1 7 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物的重复性限(r)

序号	中文名称	英文名称	重复性限(r)		
			0.01 mg/kg	0.1 mg/kg	0.5 mg/kg
1-1	涕灭威亚砷	aldicarb sulfoxide	0.002 1	0.018	0.036
1-2	涕灭威砷	aldicarb sulfone	0.002 4	0.015	0.047
1-3	涕灭威	aldicarb	0.002 5	0.009	0.071
2	灭多威	methomyl	0.002 4	0.018	0.140
3-1	3-羟基克百威	3-hydroxy carbofuran	0.002 5	0.021	0.076
3-2	克百威	carbofuran	0.002 1	0.011	0.080
4	速灭威	metolcarb	0.001 4	0.015	0.075
5	甲萘威	carbaryl	0.003 1	0.022	0.058
6	异丙威	isopricarb	0.002 4	0.034	0.110
7	仲丁威	fenobucarb	0.003 0	0.024	0.087

表 C.2 7 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物的再现性限(R)

序号	中文名称	英文名称	再现性限(R)		
			0.01 mg/kg	0.1 mg/kg	0.5 mg/kg
1-1	涕灭威亚砷	aldicarb sulfoxide	0.003 1	0.040	0.13
1-2	涕灭威砷	aldicarb sulfone	0.002 5	0.024	0.05
1-3	涕灭威	aldicarb	0.003 0	0.020	0.09
2	灭多威	methomyl	0.002 9	0.029	0.15
3-1	3-羟基克百威	3-hydroxy carbofuran	0.003 6	0.036	0.10
3-2	克百威	carbofuran	0.002 8	0.036	0.16
4	速灭威	metolcarb	0.002 8	0.026	0.09
5	甲萘威	carbaryl	0.003 1	0.031	0.09
6	异丙威	isopricarb	0.004 9	0.040	0.11
7	仲丁威	fenobucarb	0.003 4	0.036	0.10

土壤中 200 种农药及其代谢物残留量的测定

第 4 部分：土壤中 93 种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

本部分规定了土壤中 93 种农药及其代谢物(见附录 A)的气相色谱-质谱联用检测方法。
本部分适用于土壤中上述 93 种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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T 52 土壤水分测定法

NY/T 395 农田土壤环境监测技术规范

3 原理

试样中农药用乙腈提取,提取液经分散固相萃取净化,气相色谱-质谱联用仪检测,内标法或外标法定量。

4 试剂与材料

除另有说明外,均使用分析纯试剂,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 乙腈(CH_3CN ,CAS 号:75-05-8)。

4.1.2 乙酸乙酯($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$,CAS 号:141-78-6),色谱纯。

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

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

4.1.5 氯化钠(NaCl ,CAS 号:7647-14-5)。

4.1.6 无水硫酸镁(MgSO_4 ,CAS 号:7487-88-9)。

4.1.7 柠檬酸钠二水合物($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,CAS 号:6132-04-3)。

4.1.8 柠檬酸二钠盐倍半水合物($\text{C}_6\text{H}_6\text{Na}_2\text{O}_7 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$,CAS 号:6132-05-4)。

4.2 标准品

环氧七氯 B 内标和 93 种农药及其代谢物标准品,见附录 A,纯度 $\geq 95\%$ 。

4.3 标准溶液配制

4.3.1 标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取约 10 mg(精确至 0.1 mg)农药及其代谢物标准品,根据标准品的溶解性和测定的需求用丙酮、正己烷或乙酸乙酯等溶剂溶解并分别定容至 10 mL,避光 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 及以下条件保存,有效期 1 年。

4.3.2 混合标准储备溶液(50 mg/L):吸取一定量的农药标准储备溶液于容量瓶中,用乙酸乙酯定容至刻度,避光 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 及以下条件保存,有效期 6 个月。

4.3.3 混合标准溶液(5 mg/L):吸取一定量的混合标准储备溶液于容量瓶中,用乙酸乙酯定容至刻度,避光 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 及以下条件保存,有效期 1 个月。

4.3.4 内标溶液:准确称取约 10 mg 环氧七氯 B(精确至 0.1 mg)用乙酸乙酯溶解后转移至 10 mL 容量瓶中,定容混匀为内标储备液。内标储备溶液用乙酸乙酯稀释至 1 mg/L 为内标溶液。

4.4 材料

4.4.1 陶瓷均质子:2 cm(长)×1 cm(外径),或相当者。

4.4.2 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(PSA):粒径 40 μm~60 μm。

4.4.3 十八烷基硅烷键合硅胶(C₁₈):粒径 40 μm~60 μm。

4.4.4 微孔滤膜(有机相):13 mm×0.22 μm,或相当者。

5 仪器设备

5.1 气相色谱-三重四极杆质谱联用仪;配有电子轰击源(EI)。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.01 g。

5.3 离心机:转速不低于 4 000 r/min。

5.4 涡旋混合器。

5.5 氮吹仪:可控温。

6 分析步骤

6.1 试样制备与储存

按照 NY/T 395 的要求采集新鲜土壤样品,去除石子、植物根茎等杂质后混合均匀,不风干,放入聚乙烯瓶或袋中。将样品按照测试和备用分别存放,于-20℃及以下条件保存。按照 NY/T 52 测定样品含水量。

6.2 提取和净化

称取 5 g 试样(精确至 0.01 g)于 50 mL 塑料离心管中,加入 10 mL 水涡旋混合均匀,静置 30 min。加入 10 mL 乙腈及 1 颗陶瓷均质子(4.4.1),涡旋振荡 3 min 后,加入提取盐包(4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠二水合物、0.5 g 柠檬酸二钠盐倍半水合物),涡旋振荡 1 min 后,4 000 r/min 离心 5 min。准确吸取 6 mL 上清液加到内含 900 mg 硫酸镁、150 mg C₁₈ 和 150 mg PSA 的 15 mL 塑料离心管中,涡旋混匀 1 min。4 000 r/min 离心 5 min,准确吸取 2 mL 上清液于 10 mL 试管中,40℃水浴中氮气吹至近干。加入 50 μL 的内标溶液,加入 1 mL 乙酸乙酯复溶,过微孔滤膜(4.4.4),用于测定。

6.3 测定

6.3.1 仪器参考条件

- a) 色谱柱:5%苯基-95%二甲基聚硅氧烷石英毛细管柱,30 m(柱长)×0.25 mm(内径)×0.25 μm(膜厚),或相当者;
- b) 色谱柱温度:60℃保持 1 min,然后以 40℃/min 程序升温至 120℃,再以 5℃/min 升温至 310℃;
- c) 载气:氦气,纯度≥99.999%,流速 1.0 mL/min;
- d) 进样口温度:280℃;
- e) 进样量:1 μL;
- f) 进样方式:不分流进样;
- g) 吹扫时间:0.75 min;
- h) 电子轰击源:70 eV;
- i) 离子源温度:280℃;
- j) 传输线温度:280℃;
- k) 溶剂延迟:3 min;
- l) 多反应监测:每种农药分别选择 1 对定量离子、1 对定性离子。每组所有需要检测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、定性离子对和碰撞电压,见附录 B。

6.3.2 基质匹配标准工作曲线

空白土壤样品按照 6.2 进行前处理,得到空白基质溶液。准确吸取一定量的混合标准溶液,逐级用乙酸乙酯释成质量浓度为 0.002 mg/L、0.01 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L 和 0.5 mg/L 的系列标准工作溶液。取 2 mL 空白基质溶液氮气吹干,加入 50 μL 内标溶液,分别加入 1 mL 上述标准工作溶液复溶,过微孔滤膜配制系列基质混合标准工作溶液,供气相色谱-质谱联用仪测定。

内标法以农药定量离子峰面积和内标物定量离子峰面积的比值为纵坐标、农药标准溶液质量浓度和内标物质量浓度的比值为横坐标,绘制基质匹配标准工作曲线。

外标法以农药定量离子峰面积为纵坐标、农药标准溶液质量浓度为横坐标,绘制基质匹配标准工作曲线。

6.3.3 定性及定量

6.3.3.1 定性测定

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。

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,样品中目标化合物的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 1 规定的范围,则可判断样品中存在目标农药。

表 1 定性时离子丰度比的最大允许偏差

离子丰度比,%	>50	>20 至 50(含)	>10 至 20(含)	≤10
允许相对偏差,%	±20	±25	±30	±50

本方法的标准物质 GC-MS/MS 多反应监测质量色谱图参见附录 C。

6.3.3.2 定量测定

内标法或外标法定量。

6.3.4 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,测得定量离子的质量色谱峰面积,待测试样溶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,超过线性范围时应稀释到线性范围内后再进行分析。

6.4 平行测定

按以上步骤对同一试样进行 2 次平行试验测定。

6.5 空白试验

除不加试料外,按照 6.2~6.4 的规定进行平行操作。

7 结果计算

试样中被测农药残留量以质量分数 ω 计,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,外标法按公式(1)或公式(2)计算,内标法按公式(3)或公式(4)计算。

$$\omega = \frac{A \times V_1 \times V_3 \times \rho_1}{A_s \times V_2 \times m \times (1 - \theta_m)} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (1)$$

$$\omega = \frac{V_1 \times V_3 \times \rho_2}{V_2 \times m \times (1 - \theta_m)} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (2)$$

$$\omega = \frac{A \times A_{si} \times V_1 \times V_3 \times \rho_1}{A_s \times A_i \times V_2 \times m \times (1 - \theta_m)} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (3)$$

$$\omega = \frac{V_1 \times A_{si} \times V_3 \times \rho_2}{V_2 \times A_i \times m \times (1 - \theta_m)} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ρ₁——基质匹配标准工作溶液中农药质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_2 ——从基质匹配标准工作曲线中得到的试样溶液中农药质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

A ——样品溶液中被测农药的峰面积;

A_s ——基质匹配标准工作溶液中被测农药的峰面积;

A_{Si} ——基质匹配标准工作溶液中内标物的峰面积;

A_i ——试样溶液中内标物的峰面积;

V_1 ——提取溶剂总体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取的提取溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_3 ——样品溶液定容体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——新鲜土壤试样质量的数值,单位为克(g);

θ_m ——新鲜土壤试样的质量含水量。

计算结果保留 2 位有效数字。当含量超 1 mg/kg 时,保留 3 位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下,获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不得超过重复性限(r),见附录 D。

在再现性条件下,获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不得超过再现性限(R),见附录 D。

9 其他

本文件方法定量限为 0.002 mg/kg(见附录 A)。

附录 A

(规范性)

93 种农药及其代谢物中英文名称、分子式、CAS 号和方法定量限

93 种农药及其代谢物中英文名称、分子式、CAS 号和方法定量限,见表 A.1。

表 A.1 93 种农药及其代谢物中英文名称、分子式、CAS 号和方法定量限

序号	中文名称	英文名称	分子式	CAS 号	方法定量限 mg/kg
1	乙草胺	acetochlor	C ₁₄ H ₂₀ ClNO ₂	34256-82-1	0.002
2	甲草胺	alachlor	C ₁₄ H ₂₀ ClNO ₂	15972-60-8	0.002
3	艾氏剂	aldrin	C ₁₂ H ₈ Cl ₆	309-00-2	0.002
4	莠灭净	ametryn	C ₉ H ₁₇ N ₅ S	834-12-8	0.002
5	莠去津	atrazine	C ₈ H ₁₄ ClN ₅	1912-24-9	0.002
	脱乙基莠去津	atrazine-desethyl	C ₆ H ₁₀ ClN ₅	6190-65-4	0.002
6	益棉磷	azinphos-ethyl	C ₁₂ H ₁₆ N ₃ O ₃ PS ₂	2642-71-9	0.002
7	苯霜灵	benalaxyl	C ₂₀ H ₂₃ NO ₃	71626-11-4	0.002
8	α-六六六	α-BHC	C ₆ H ₆ Cl ₆	319-84-6	0.002
	β-六六六	β-BHC	C ₆ H ₆ Cl ₆	319-85-7	0.002
	δ-六六六	δ-BHC	C ₆ H ₆ Cl ₆	319-86-8	0.002
	γ-六六六	γ-BHC	C ₆ H ₆ Cl ₆	58-89-9	0.002
9	联苯菊酯	bifenthrin	C ₂₃ H ₂₂ ClF ₃ O ₂	82657-04-3	0.002
10	啶酰菌胺	boscalid	C ₁₈ H ₁₂ Cl ₂ N ₂ O	188425-85-6	0.002
11	除草定	bromacil	C ₉ H ₁₃ BrN ₂ O ₂	314-40-9	0.002
12	丁草胺	butachlor	C ₁₇ H ₂₆ ClNO ₂	23184-66-9	0.002
13	顺式氯丹	cis-chlordane	C ₁₀ H ₆ Cl ₈	5103-71-9	0.002
	反式氯丹	trans-chlordane	C ₁₀ H ₆ Cl ₈	5103-74-2	0.002
14	毒死蜱	chlorpyrifos	C ₉ H ₁₁ Cl ₃ NO ₃ PS	2921-88-2	0.002
15	甲基毒死蜱	chlorpyrifos-methyl	C ₇ H ₇ Cl ₃ NO ₃ PS	5598-13-0	0.002
16	氟氯氰菊酯	cyfluthrin	C ₂₂ H ₁₈ Cl ₂ FNO ₃	68359-37-5	0.002
17	氯氰菊酯	cypermethrin	C ₂₂ H ₁₉ Cl ₂ NO ₃	52315-07-8	0.002
18	环丙唑醇	cyproconazole	C ₁₅ H ₁₈ ClN ₅ O	94361-06-5	0.002
19	噻菌环胺	cyprodinil	C ₁₄ H ₁₅ N ₃	121552-61-2	0.002
20	2,4'-滴滴滴	<i>o,p'</i> -DDD	C ₁₄ H ₁₀ Cl ₄	53-19-0	0.002
	4,4'-滴滴滴	<i>p,p'</i> -DDD	C ₁₄ H ₁₀ Cl ₄	72-54-8	0.002
	2,4'-滴滴伊	<i>o,p'</i> -DDE	C ₁₄ H ₈ Cl ₄	3424-82-6	0.002
	4,4'-滴滴伊	<i>p,p'</i> -DDE	C ₁₄ H ₈ Cl ₄	72-55-9	0.002
	2,4'-滴滴涕	<i>o,p'</i> -DDT	C ₁₄ H ₉ Cl ₅	789-02-6	0.002
	4,4'-滴滴涕	<i>p,p'</i> -DDT	C ₁₄ H ₉ Cl ₅	50-29-3	0.002
21	溴氰菊酯	deltamethrin	C ₂₂ H ₁₉ Br ₂ NO ₃	52918-63-5	0.002
22	二嗪磷	diazinon	C ₁₂ H ₂₁ N ₂ O ₃ PS	333-41-5	0.002
23	除线磷	dichlofenthion	C ₁₀ H ₁₃ Cl ₂ O ₃ PS	97-17-6	0.002

表 A.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	分子式	CAS号	方法定量限 mg/kg
24	禾草灵	diclofop-methyl	C ₁₆ H ₁₁ Cl ₂ O ₄	51338-27-3	0.002
25	三氯杀螨醇	dicofol	C ₁₄ H ₉ Cl ₅ O	115-32-2	0.002
26	百治磷	dicrotophos	C ₈ H ₁₆ NO ₅ P	141-66-2	0.002
27	狄氏剂	dieldrin	C ₁₂ H ₈ Cl ₆ O	60-57-1	0.002
28	苯醚甲环唑	difenoconazole	C ₁₉ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O ₃	119446-68-3	0.002
29	烯唑醇	diniconazole	C ₁₅ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O	83657-24-3	0.002
30	敌瘟磷	edifenphos	C ₁₄ H ₁₅ O ₂ PS ₂	17109-49-8	0.002
31	α-硫丹	α-endosulfan	C ₆ H ₆ Cl ₆	959-98-8	0.002
	β-硫丹	β-endosulfan	C ₉ H ₆ Cl ₆ O ₃ S	33213-65-9	0.002
32	异狄氏剂	endrin	C ₁₂ H ₈ Cl ₆ O	72-20-8	0.002
33	苯硫磷	EPN	C ₁₄ H ₁₄ NO ₄ PS	2104-64-5	0.002
34	氟环唑	epoxiconazole	C ₁₇ H ₁₃ C ₁ FN ₃ O	133855-98-8	0.002
35	灭线磷	ethoprophos	C ₈ H ₁₉ O ₂ PS ₂	13194-48-4	0.002
36	腈苯唑	fenbuconazole	C ₁₉ H ₁₇ ClN ₄	114369-43-6	0.002
37	杀螟硫磷	fenitrothion	C ₉ H ₁₂ NO ₅ PS	122-14-5	0.002
38	仲丁威	fenobucarb	C ₁₂ H ₁₇ NO ₂	3766-81-2	0.002
39	苯硫威	fenothiocarb	C ₁₃ H ₁₉ NO ₂ S	62850-32-2	0.002
40	甲氰菊酯	fenpropathrin	C ₂₂ H ₂₃ NO ₃	39515-41-8	0.002
41	倍硫磷	fenthion	C ₁₀ H ₁₅ O ₃ PS ₂	55-38-9	0.002
	倍硫磷砒	fenthion sulfone	C ₁₀ H ₁₅ O ₃ PS ₂	3761-42-0	0.002
	倍硫磷亚砒	fenthion sulfoxide	C ₁₀ H ₁₅ O ₄ PS ₂	3761-41-9	0.002
42	氰戊菊酯	fenvalerate	C ₂₃ H ₂₂ ClNO ₃	51630-58-1	0.002
43	吡氟禾草灵	fluazifop-butyl	C ₁₉ H ₂₀ F ₃ NO ₄	69806-50-4	0.002
44	氟氰戊菊酯	flucythrinate	C ₂₆ H ₂₃ F ₂ NO ₄	70124-77-5	0.002
45	咯菌腈	fludioxonil	C ₁₂ H ₆ F ₂ N ₂ O ₂	131341-86-1	0.002
46	氟胺氰菊酯	tau-fluvalinate	C ₂₆ H ₂₂ ClF ₃ N ₂ O ₃	102851-06-9	0.002
47	地虫硫磷	fonofos	C ₁₀ H ₁₅ OPS ₂	944-22-9	0.002
48	噻唑磷	fosthiazate	C ₉ H ₁₈ NO ₃ PS ₂	98886-44-3	0.002
49	六氯苯	hexachlorobenzene	C ₆ Cl ₆	118-74-1	0.002
50	己唑醇	hexaconazole	C ₁₄ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O	79983-71-4	0.002
51	异菌脲	iprodione	C ₁₃ H ₁₃ Cl ₂ N ₃ O ₃	36734-19-7	0.002
52	氯唑磷	isazofos	C ₉ H ₁₇ ClN ₃ O ₃ PS	42509-80-8	0.002
53	水胺硫磷	isocarbophos	C ₁₁ H ₁₆ NO ₄ PS	24353-61-5	0.002
54	甲基异柳磷	isofenphos-methyl	C ₁₄ H ₂₂ NO ₄ PS	99675-03-3	0.002
55	异丙威	isoprocarb	C ₁₁ H ₁₅ NO ₂	2631-40-5	0.002
56	高效氯氟氰菊酯	lambda-cyhalothrin	C ₂₃ H ₁₉ ClF ₃ NO ₃	91465-08-6	0.002
57	马拉硫磷	malathion	C ₁₀ H ₁₈ O ₆ PS ₂	121-75-5	0.002
58	地胺磷	mephosfolan	C ₈ H ₁₆ NO ₃ PS ₂	950-10-7	0.002

表 A.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	分子式	CAS号	方法定量限 mg/kg
59	甲霜灵	metalaxyl	C ₁₅ H ₂₁ NO ₄	57837-19-1	0.002
60	甲氧滴滴涕	methoxychlor	C ₁₆ H ₁₅ Cl ₃ O ₂	72-43-5	0.002
61	噻草酮	metribuzin	C ₈ H ₁₄ N ₄ OS	21087-64-9	0.002
62	速灭磷	mevinphos	C ₇ H ₁₃ O ₆ P	7786-34-7	0.002
63	绿谷隆	monolinuron	C ₉ H ₁₁ ClN ₂ O ₂	1746-81-2	0.002
64	腈菌唑	myclobutanil	C ₁₅ H ₁₇ ClN ₄	88671-89-0	0.002
65	多效唑	paclobutrazol	C ₁₅ H ₂₀ ClN ₅ O	76738-62-0	0.002
66	对硫磷	parathion	C ₁₀ H ₁₄ NO ₅ PS	56-38-2	0.002
67	甲基对硫磷	parathion-methyl	C ₈ H ₁₀ NO ₅ PS	298-00-0	0.002
68	戊菌唑	penconazole	C ₁₃ H ₁₅ Cl ₂ N ₃	66246-88-6	0.002
69	二甲戊灵	pendimethalin	C ₁₃ H ₁₉ N ₃ O ₄	40487-42-1	0.002
70	五氯硝基苯	pentachloronitrobenzene	C ₆ Cl ₅ NO ₂	82-68-8	0.002
71	氯菊酯	permethrin	C ₂₁ H ₂₀ Cl ₂ O ₃	51877-74-8	0.002
72	伏杀硫磷	phosalone	C ₁₂ H ₁₅ ClNO ₄ PS ₂	2310-17-0	0.002
73	亚胺硫磷	phosmet	C ₁₁ H ₁₂ NO ₄ PS ₂	732-11-6	0.002
74	抗蚜威	pirimicarb	C ₁₁ H ₁₈ N ₄ O ₂	23103-98-2	0.002
75	丙草胺	pretilachlor	C ₁₇ H ₂₆ ClNO ₂	51218-49-6	0.002
76	腐霉利	procymidone	C ₁₃ H ₁₁ Cl ₂ NO ₂	32809-16-8	0.002
77	扑草净	prometryn	C ₁₀ H ₁₉ N ₅ S	7287-19-6	0.002
78	敌稗	propanil	C ₉ H ₉ Cl ₂ NO	709-98-8	0.002
79	丙环唑	propiconazole	C ₁₅ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O ₂	60207-90-1	0.002
80	残杀威	propoxur	C ₁₁ H ₁₅ NO ₃	114-26-1	0.002
81	吡螨灵	pyridaben	C ₁₉ H ₂₅ ClN ₂ OS	96489-71-3	0.002
82	噻霉胺	pyrimethanil	C ₁₂ H ₁₃ N ₃	53112-28-0	0.002
83	西玛津	simazine	C ₇ H ₁₂ ClN ₅	122-34-9	0.002
84	治螟磷	sulfotep	C ₈ H ₂₀ O ₅ P ₂ S ₂	3689-24-5	0.002
85	戊唑醇	tebuconazole	C ₁₆ H ₂₂ ClN ₃ O	107534-96-3	0.002
86	特丁津	terbuthylazine	C ₉ H ₁₆ ClN ₅	5915-41-3	0.002
87	特丁净	terbutryn	C ₁₀ H ₁₉ N ₅ S	886-50-0	0.002
88	杀虫畏	tetrachlorvinphos	C ₁₀ H ₉ Cl ₄ O ₄ P	961-11-5	0.002
89	三唑酮	triadimefon	C ₁₄ H ₁₆ ClN ₃ O ₂	43121-43-3	0.002
90	三唑醇	triadimenol	C ₁₄ H ₁₈ ClN ₃ O ₂	55219-65-3	0.002
91	三唑磷	triazophos	C ₁₂ H ₁₆ N ₃ O ₃ PS	24017-47-8	0.002
92	毒壤磷	trichloronat	C ₁₀ H ₁₂ Cl ₃ O ₂ PS	327-98-0	0.002
93	乙炔菌核利	vinclozolin	C ₁₂ H ₉ Cl ₂ NO ₃	50471-44-8	0.002

附录 B

(资料性)

93 种农药及其代谢物和内标化合物的保留时间、母离子、子离子及离子对质谱参数

93 种农药及其代谢物和内标化合物的保留时间、母离子、子离子及离子对质谱参数,见表 B.1。

表 B.1 93 种农药及其代谢物和内标化合物的保留时间、母离子、子离子及离子对质谱参数

序号	中文名称	英文名称	保留时间 min	离子对 I m/z	碰撞能 eV	离子对 II m/z	碰撞能 eV
1	乙草胺	acetochlor	18.06	222.9-132.2	20	222.9-147.2	5
2	甲草胺	alachlor	18.43	188.1-160.2	10	160-132.1	10
3	艾氏剂	aldrin	19.59	262.9-192.9	35	254.9-220	20
4	莠灭净	ametryn	18.47	227-58.1	10	227-170.1	10
5	莠去津	atrazine	15.31	214.9-200.2	5	214.9-58.1	10
	脱乙基莠去津	atrazine-desethyl	13.49	187-172	5	172-94	15
6	益棉磷	azinphos-ethyl	30.65	132-77.1	15	160-77.1	20
7	苯霜灵	benalaxyl	26.01	148-77	35	148-105.1	20
8	β -六六六	β -BHC	15.36	216.9-181	5	181-145	15
	γ -六六六	γ -BHC	15.57	216.9-181	5	181-145	15
	δ -六六六	δ -BHC	16.51	217-181.1	5	181.1-145.1	15
	α -六六六	α -BHC	14.31	218.9-183	5	216.9-181	5
9	联苯菊酯	bifenthrin	28.35	181.2-165.2	25	181.2-166.2	10
10	啶酰菌胺	boscalid	33.40	140-112	10	140-76	25
11	除草定	bromacil	19.26	207-190	15	205-188	15
12	丁草胺	butachlor	22.72	188.1-160.2	10	236.9-160.2	5
13	顺式氯丹	<i>cis</i> -chlordane	22.00	271.9-236.9	15	372.9-265.9	20
	反式氯丹	<i>trans</i> -chlordane	22.56	372.8-265.8	15	271.7-236.9	15
14	毒死蜱	chlorpyrifos	20.00	198.9-171	15	196.9-169	15
15	甲基毒死蜱	chlorpyrifos- methyl	18.11	285.9-92.9	20	287.9-92.9	20
16	氟氯氰菊酯	cyfluthrin	32.82/33.00/ 33.15/33.23	226-206	15	198.9-170.1	25
17	氯氰菊酯	cypermethrin	33.36/33.56/ 33.70/33.78	163-91	10	163-127	5
18	环丙唑醇	cyproconazole	24.22	222-125.1	15	139-111	15
19	嘧菌环胺	cyprodinil	20.91	225.2-224.3	10	224.2-208.2	20
20	4,4'-滴滴滴	<i>p,p'</i> -DDD	24.99	234.9-165.1	20	236.9-165.2	20
	2,4'-滴滴滴	<i>o,p'</i> -DDD	23.73	235-165.2	20	237-165.2	20
	2,4'-滴滴涕	<i>o,p'</i> -DDE	24.99	235-165.2	20	237-165.2	20
	4,4'-滴滴涕	<i>p,p'</i> -DDE	26.29	235-165.2	20	237-165.2	20
	2,4'-滴滴伊	<i>o,p'</i> -DDT	22.26	246-176.2	30	248-176.2	30
	4,4'-滴滴伊	<i>p,p'</i> -DDT	23.43	246.1-176.2	30	315.8-246	15
21	溴氰菊酯	deltamethrin	36.56	252.9-93	15	250.7-172	5
22	二嗪磷	diazinon	16.42	137.1-84	10	137.1-54	20
23	除线磷	dichlofenthion	17.78	278.9-222.9	15	222.9-204.9	15

表 A.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	保留时间 min	离子对 I m/z	碰撞能 eV	离子对 II m/z	碰撞能 eV
24	禾草灵	diclofop-methyl	26.96	253-162.1	15	339.9-252.9	10
5	2,4'-三氯杀螨醇	dicofol- <i>o, p'</i>	18.89	139-111	15	139-75	30
	4,4'-三氯杀螨醇	dicofol- <i>p, p'</i>	20.01	139-111	15	139-75	30
26	百治磷	dicrotophos	13.76	127-109	15	127-95	15
27	狄氏剂	dieldrin	23.40	262.9-193	35	277-241	5
28	苯醚甲环唑	difenoconazole	35.77/35.90	322.8-264.8	15	264.9-202	20
29	烯唑醇	diniconazole	24.84	267.9-232.1	10	269.9-232	10
30	敌瘟磷	edifenphos	26.04	172.9-109	5	201-109	10
31	α -硫丹	endosulfan-alpha	22.44	194.9-159	5	194.9-125	20
	β -硫丹	endosulfan-beta	24.53	206.9-172	15	194.9-124.9	25
32	异狄氏剂	endrin	24.18	262.8-193	35	244.8-173	30
33	苯硫磷	EPN	28.16	169-141.1	5	169-77.1	25
34	氟环唑	epoxiconazole	25.95/27.42	192-138.1	10	192-111	25
35	灭线磷	ethoprophos	13.00	157.9-97	15	157.9-114	5
36	腈苯唑	fenbuconazole	32.70	197.9-129	5	128.9-102.1	15
37	杀螟硫磷	fenitrothion	19.18	277-260	5	277-109	20
38	仲丁威	fenobucarb	12.49	121-77	20	121-103.1	15
39	苯硫威	fenothiocarb	22.36	160.1-106.1	10	160.1-72.1	10
40	甲氰菊酯	fenpropathrin	28.54	264.9-210	10	207.9-181	5
41	倍硫磷	fenthion	19.92	278-109	15	278-169	15
	倍硫磷亚砷	fenthion sulfoxide	24.80	278-109	15	278-169	15
	倍硫磷砷	fenthion sulfone	25.02	309.9-105	10	135.9-92	10
42	氰戊菊酯	fenvalerate	35.17/35.60	167-125.1	5	224.9-119	15
43	吡氟禾草灵	fluazifop-butyl	24.48	281.9-238	20	281.9-91	20
44	氟氰戊菊酯	flucythrinate	33.82/34.20	156.9-107.1	15	198.9-157	10
45	咯菌腈	fludioxonil	23.41	248-154.1	20	248-182.1	10
46	氟胺氰菊酯	tau-fluvalinate	35.57/35.70	250-55	20	250-200	20
47	地虫硫磷	fonofos	15.95	136.9-109	5	245.9-137	5
48	噻唑磷	fosthiazate	20.61/20.70	195-103	5	195-60	20
49	六氯苯	hexachlorobenzene	14.57	283.8-213.9	30	283.8-248.8	15
50	己唑醇	hexaconazole	23.03	231-175	10	256-82.1	10
51	异菌脲	iprodione	27.83	313.8-244.9	10	313.8-55.9	20
52	氯唑磷	isazofos	16.89	161-119.1	5	161-146	5
53	水胺硫磷	isocarbophos	20.26	135.9-108	15	135.9-69	30
54	甲基异柳磷	isofenphos-methyl	21.01	199-121	10	241.1-199.1	10
55	异丙威	isoprocarb	11.11	121-77.1	20	136-121.1	10
56	高效氯氟氰菊酯	lambda-cyhalothrin	29.97/30.32	197-141	10	197-161	5
57	马拉硫磷	malathion	19.66	126.9-99	5	172.9-99	15
58	地胺磷	mephosfolan	21.47	196-139.9	15	168-139.9	5
59	甲霜灵	metalaxyl	18.65	234-146.1	20	220-192.1	5

表 A.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	保留时间 min	离子对 I <i>m/z</i>	碰撞能 eV	离子对 II <i>m/z</i>	碰撞能 eV
60	甲氧滴滴涕	methoxychlor	28.39	227-212.1	15	227-169.1	25
61	噻草酮	metribuzin	17.84	198-82	15	198-55	30
62	速灭磷	mevinphos	9.04	127-109	10	127-95	15
63	绿谷隆	monolinuron	15.27	126-99	15	214-61	10
64	腈菌唑	myclobutanil	23.74	179-125.1	10	179-90	30
65	多效唑	paclobutrazol	22.30	236-125.1	10	236-167	10
66	对硫磷	parathion	20.03	290.9-109	10	138.9-109	5
67	甲基对硫磷	parathion-methyl	18.10	262.9-109	10	232.9-109	10
68	戊菌唑	penconazole	21.23	248-157.1	25	248-192.1	15
69	二甲戊灵	pendimethalin	21.21	251.8-162.2	10	251.8-161.1	15
70	五氯硝基苯	pentachloroni- trobenezene	15.77	295-237	20	236.9-142.9	30
71	氯菊酯	permethrin	31.61/31.86	183.1-168.1	10	183.1-153	15
72	伏杀硫磷	phosalone	29.41	182-111	15	182-102.1	15
73	亚胺硫磷	phosmet	27.99	160-77.1	20	160-133.1	10
74	抗蚜威	pirimicarb	17.39	166-55.1	20	238-166.2	10
75	丙草胺	pretilachlor	23.47	162.1-132.2	20	262-202	5
76	腐霉利	procymidone	21.85	284.8-96	10	282.8-96	10
77	扑草净	prometryn	18.63	226-184.2	10	199-184.1	5
78	敌稗	propanil	17.72	161-99	30	161-90	25
79	丙环唑	propiconazole	26.18/26.41	172.9-145	15	172.9-74	45
80	残杀威	propoxur	12.56	110-63	25	110-64	15
81	吡蚜灵	pyridaben	31.83	147.2-117.1	20	147.2-132.2	10
82	嘧霉胺	pyrimethanil	16.16	198-118	35	198-183.1	15
83	西玛津	simazine	15.07	201.1-173.1	5	201.1-186.2	5
84	治螟磷	sulfotep	14.10	201.8-145.9	10	237.8-145.9	10
85	戊唑醇	tebuconazole	26.77	250-125	20	250-153	10
86	特丁津	terbutylazine	15.87	228.9-173.1	5	172.9-172	5
87	特丁净	terbutryn	19.09	185-170.1	5	241.1-170.2	15
88	杀虫畏	tetrachlorvinphos	22.55	330.9-109	15	328.9-109	15
89	三唑酮	triadimefon	20.11	208-181.1	5	208-111	20
90	三唑醇	triadimenol	21.64	168-70	10	128-65	25
91	三唑磷	triazophos	25.67	161.2-134.2	5	161.2-106.1	10
92	毒壤磷	trichloronat	20.44	296.8-268.9	10	298.8-270.9	10
93	乙烯菌核利	vinclozolin	18.13	187-124	20	197.9-145	15
内标	环氧七氯 B	heptachlor-ep- oxide B	21.12	354.8-264.9	15	352.8-262.9	15

附录 C

(资料性)

93 种农药及其代谢物和内标化合物的多反应监测(MRM)质量色谱图

93 种农药及其代谢物和内标化合物的多反应监测(MRM)质量色谱图见图 C.1。

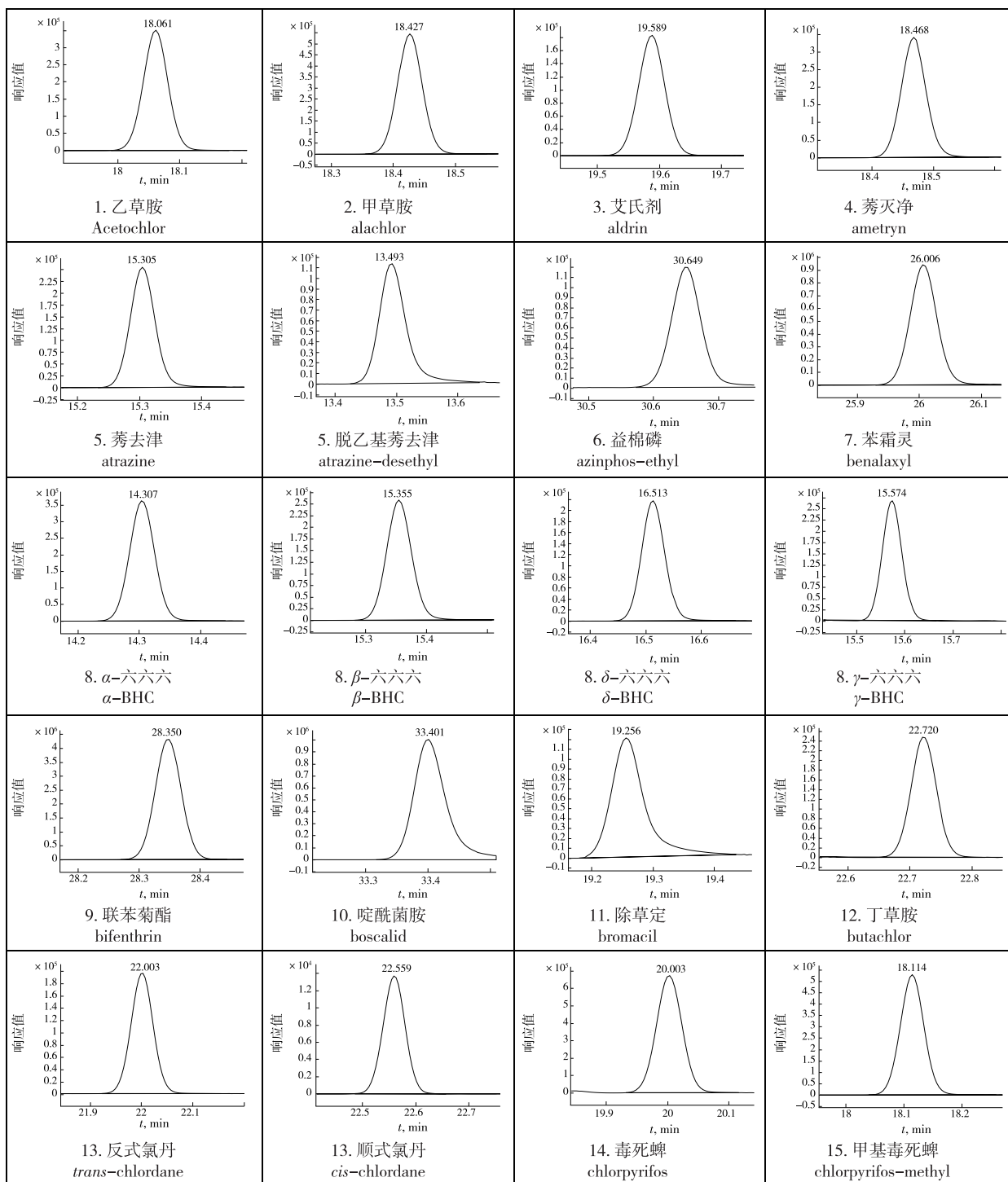


图 C.1 93 种农药及其代谢物和内标化合物的多反应监测(MRM)质量色谱图

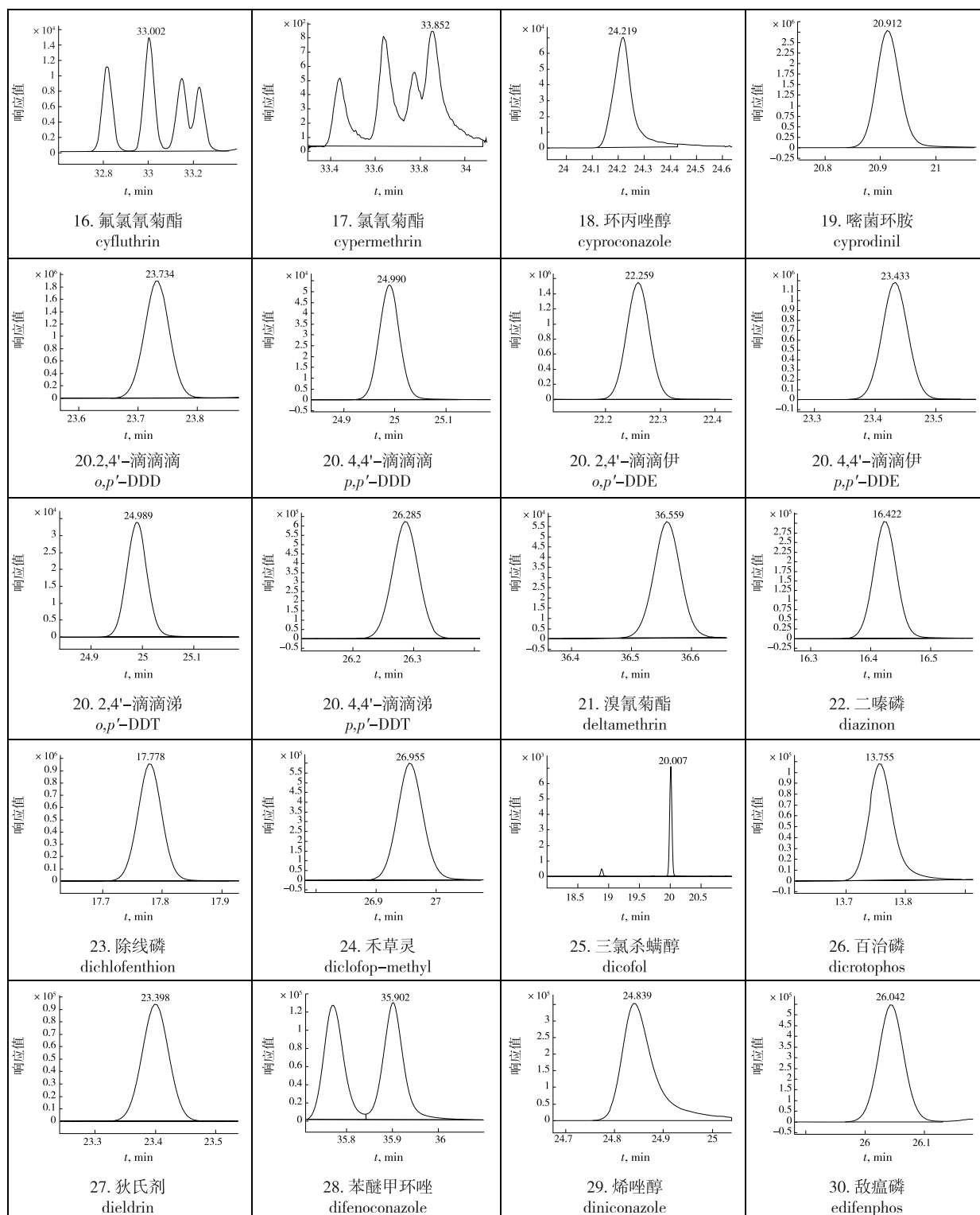


图 C.1 (续)

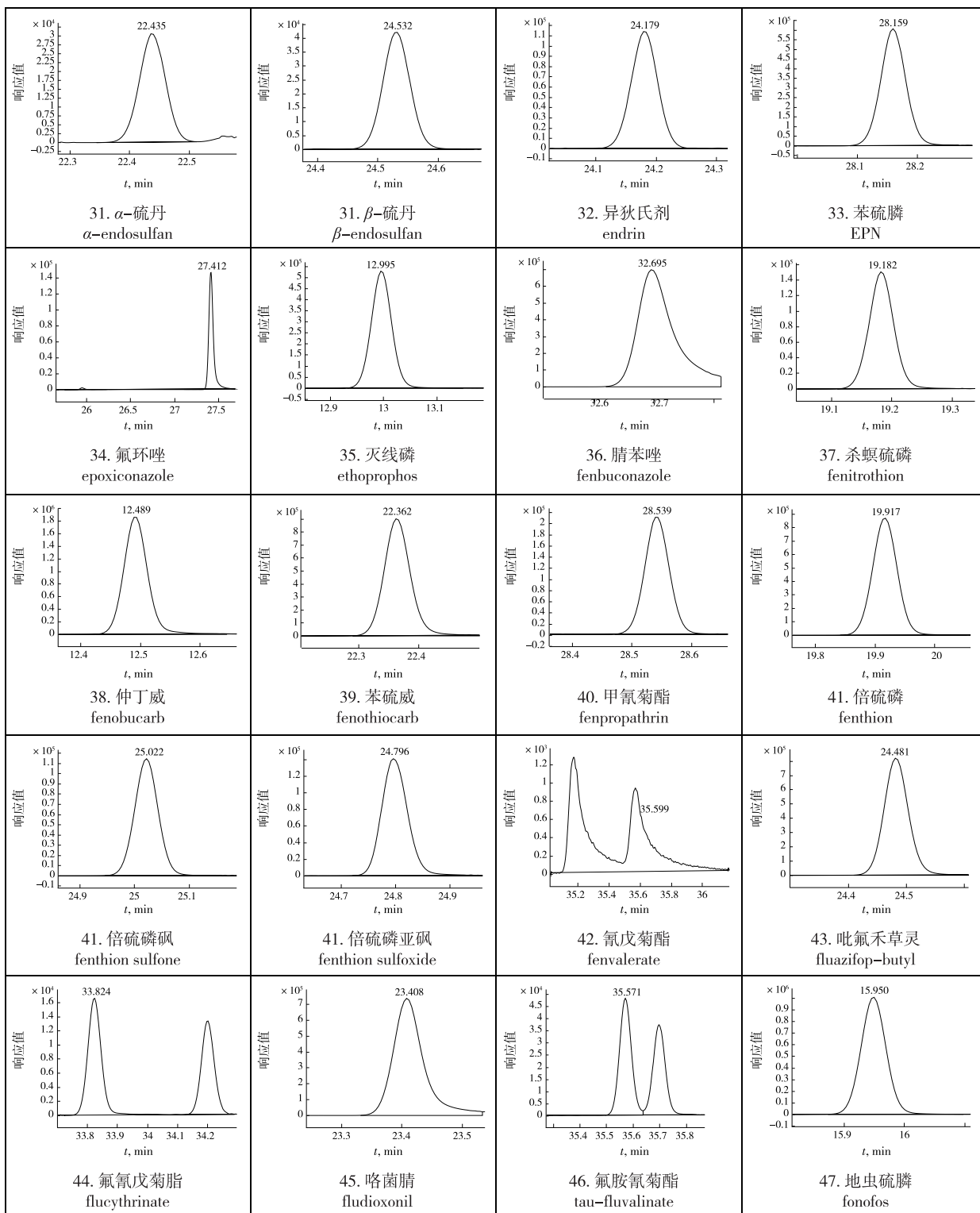


图 C. 1 (续)

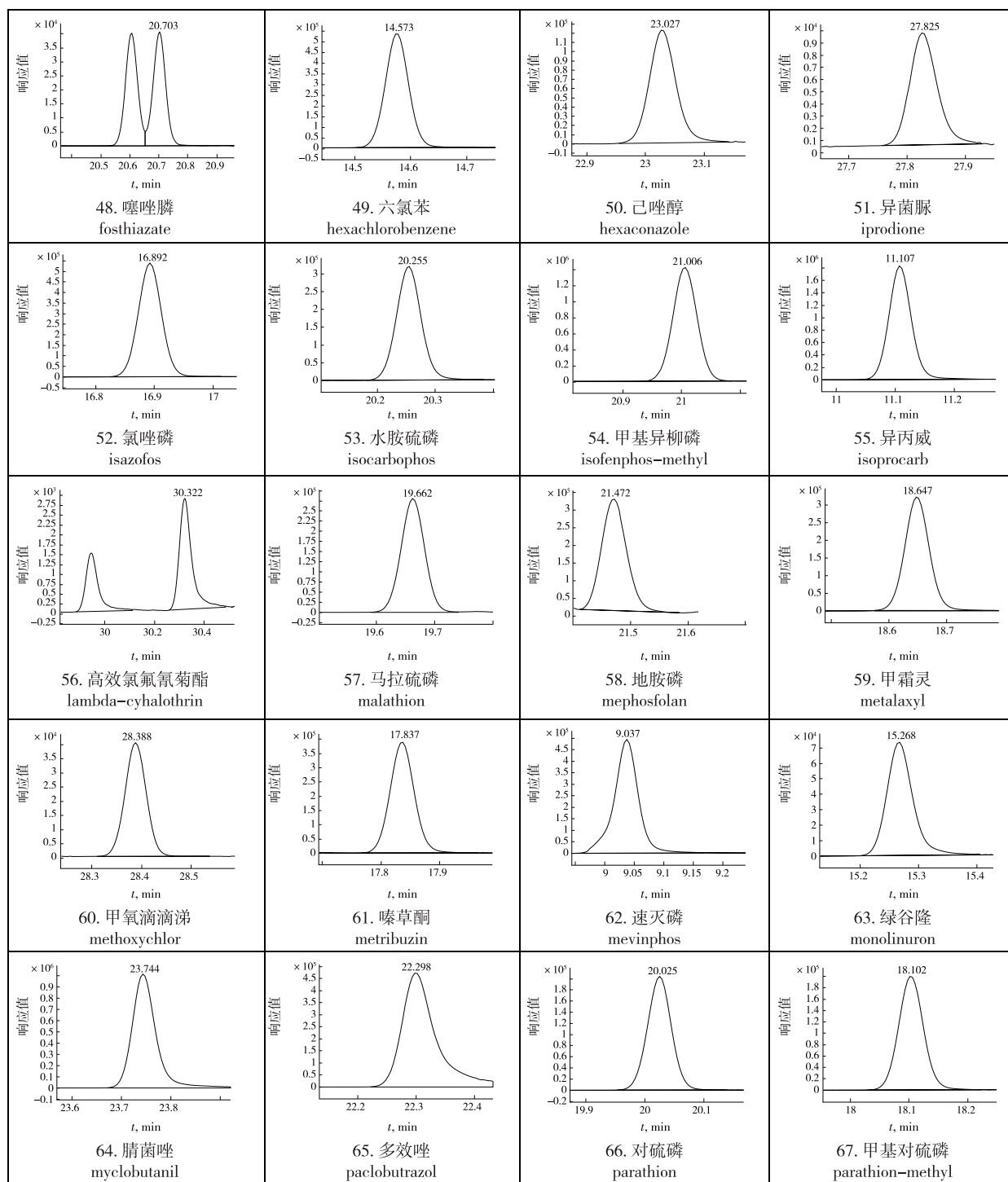


图 C.1 (续)

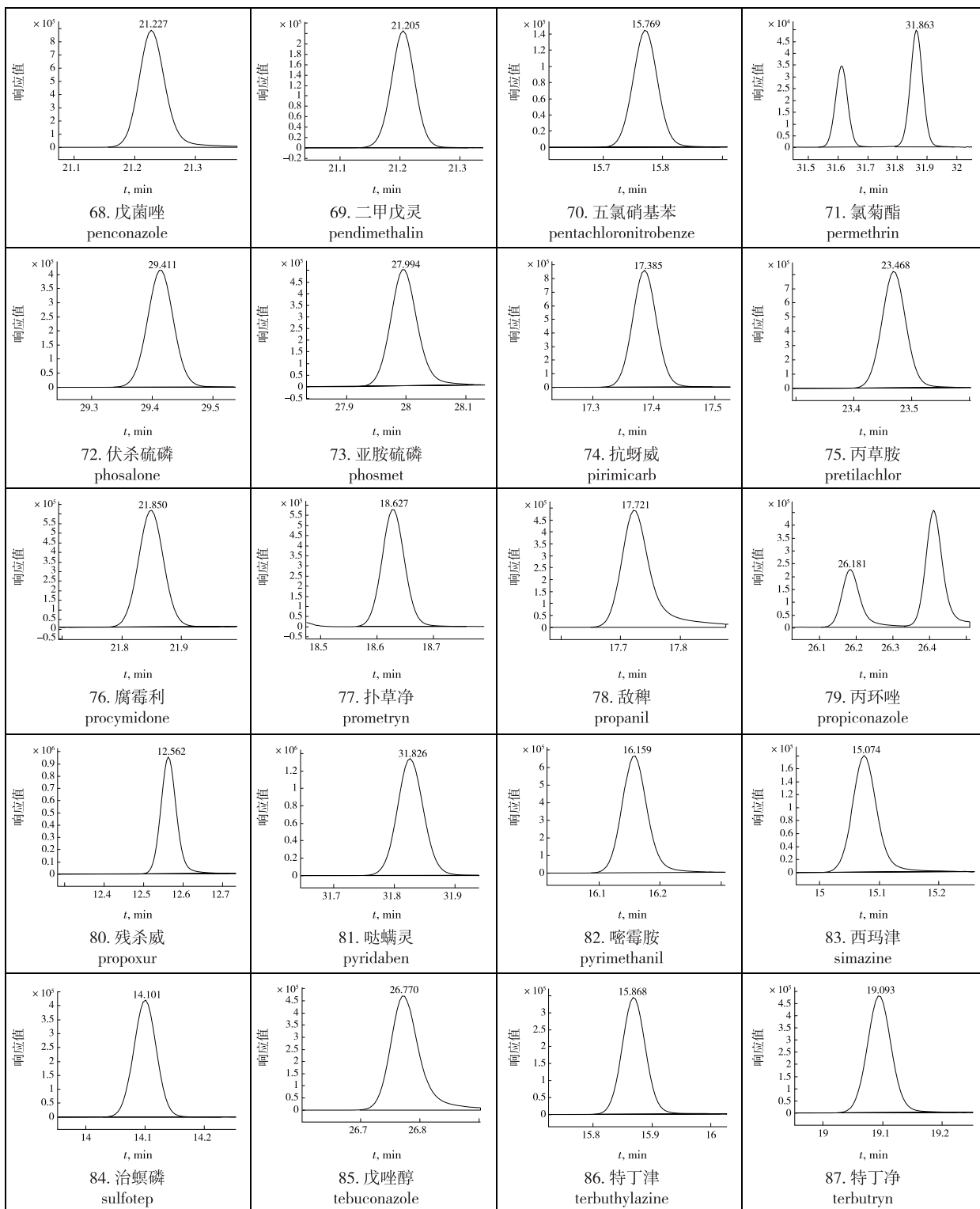


图 C.1 (续)

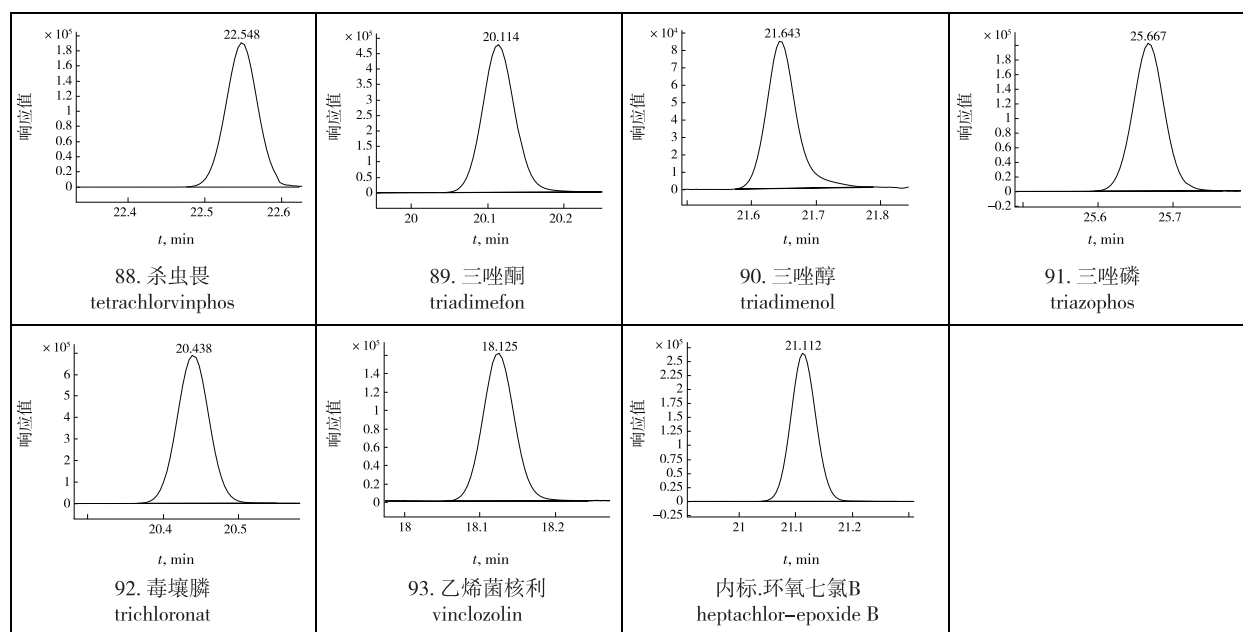


图 C. 1 (续)

附 录 D

(资料性)

93 种农药及其代谢物精密度数据

重复性限(r)要求见表 D.1,再现性限(R)要求见表 D.2。表 D.1 93 种农药及其代谢物的重复性限(r)

序号	中文名称	英文名称	重复性限(r)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
1	乙草胺	acetochlor	0.000 4	0.003 4	0.035
2	甲草胺	alachlor	0.000 5	0.004 6	0.055
3	艾氏剂	aldrin	0.000 4	0.004 5	0.037
4	莠灭净	ametryn	0.000 6	0.005 1	0.041
5	莠去津	atrazine	0.000 4	0.004 0	0.036
	脱乙基莠去津	atrazine-desethyl	0.000 6	0.003 2	0.041
6	益棉磷	azinphos-ethyl	0.000 3	0.005 1	0.058
7	苯霜灵	benalaxyl	0.000 5	0.003 8	0.027
8	α -六六六	α -BHC	0.000 4	0.003 9	0.030
	β -六六六	β -BHC	0.000 4	0.003 1	0.021
	δ -六六六	δ -BHC	0.000 4	0.003 3	0.039
	γ -六六六	γ -BHC	0.000 4	0.004 8	0.028
9	联苯菊酯	bifenthrin	0.000 3	0.003 7	0.041
10	啶酰菌胺	boscalid	0.000 2	0.007 2	0.056
11	除草定	bromacil	0.000 5	0.005 8	0.044
12	丁草胺	butachlor	0.000 3	0.004 0	0.053
13	顺式氯丹	<i>cis</i> -chlordane	0.000 5	0.005 8	0.032
	反式氯丹	<i>trans</i> -chlordane	0.000 4	0.004 3	0.036
14	毒死蜱	chlorpyrifos	0.000 3	0.002 8	0.027
15	甲基毒死蜱	chlorpyrifos-methyl	0.000 3	0.005 1	0.028
16	氟氯氰菊酯	cyfluthrin	0.000 4	0.004 1	0.062
17	氯氰菊酯	cypermethrin	0.000 8	0.003 1	0.059
18	环丙唑醇	cyproconazole	0.000 3	0.004 3	0.046
19	啞菌环胺	cyprodinil	0.000 4	0.003 5	0.035
20	2,4'-滴滴滴	<i>o,p'</i> -DDD	0.000 4	0.003 7	0.041
	4,4'-滴滴滴	<i>p,p'</i> -DDD	0.000 2	0.004 3	0.045
	2,4'-滴滴伊	<i>o,p'</i> -DDE	0.000 4	0.004 0	0.020
	4,4'-滴滴伊	<i>p,p'</i> -DDE	0.000 4	0.003 2	0.029
	2,4'-滴滴涕	<i>o,p'</i> -DDT	0.000 4	0.003 7	0.038
	4,4'-滴滴涕	<i>p,p'</i> -DDT	0.000 5	0.002 9	0.040
21	溴氰菊酯	deltamethrin	0.000 4	0.005 6	0.032
22	二嗪磷	diazinon	0.000 2	0.003 0	0.033
23	除线磷	dichlofenthion	0.000 3	0.003 8	0.032

表 D.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	重复性限(<i>r</i>)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
24	禾草灵	diclofop-methyl	0.000 3	0.004 8	0.018
25	三氯杀螨醇	dicofol	0.000 4	0.003 1	0.040
26	百治磷	dicrotophos	0.000 4	0.004 5	0.061
27	狄氏剂	dieldrin	0.000 3	0.004 6	0.033
28	苯醚甲环唑	difenoconazole	0.001 0	0.004 1	0.083
29	烯唑醇	diniconazole	0.000 6	0.004 4	0.050
30	敌瘟磷	edifenphos	0.000 6	0.006 7	0.057
31	α-硫丹	endosulfan-alpha	0.000 3	0.002 9	0.026
	β-硫丹	endosulfan-beta	0.000 8	0.007 1	0.036
32	异狄氏剂	endrin	0.000 4	0.006 0	0.039
33	苯硫磷	EPN	0.000 7	0.005 0	0.048
34	氟环唑	epoxiconazole	0.000 4	0.003 8	0.049
35	灭线磷	ethoprophos	0.000 7	0.003 8	0.037
36	腈苯唑	fenbuconazole	0.000 5	0.003 7	0.066
37	杀螟硫磷	fenitrothion	0.000 3	0.003 8	0.043
38	仲丁威	fenobucarb	0.000 3	0.003 1	0.030
39	苯硫威	fenothiocarb	0.000 3	0.003 8	0.033
40	甲氧菊酯	fenpropathrin	0.000 6	0.004 0	0.053
41	倍硫磷	fenthion	0.000 5	0.003 2	0.031
	倍硫磷砒	fenthion sulfone	0.000 5	0.002 6	0.054
	倍硫磷亚砒	fenthion sulfoxide	0.000 7	0.004 1	0.064
42	氰戊菊酯	fenvalerate	0.000 5	0.003 8	0.067
43	吡氟禾草灵	fluazifop-butyl	0.000 4	0.005 4	0.041
44	氟氰戊菊酯	flucythrinate	0.000 3	0.003 6	0.069
45	咯菌腈	fludioxonil	0.000 4	0.004 8	0.041
46	氟胺氰菊酯	tau-fluvalinate	0.000 2	0.004 7	0.033
47	地虫硫磷	fonofos	0.000 4	0.003 5	0.029
48	噻唑磷	fosthiazate	0.000 3	0.003 6	0.053
49	六氯苯	hexachlorobenzene	0.000 3	0.001 9	0.024
50	己唑醇	hexaconazole	0.000 7	0.005 0	0.044
51	异菌脲	iprodione	0.000 6	0.005 1	0.034
52	氯唑磷	isazofos	0.000 5	0.003 9	0.031
53	水胺硫磷	isocarbophos	0.000 3	0.003 3	0.040
54	甲基异柳磷	isofenphos-methyl	0.000 3	0.003 9	0.037
55	异丙威	isoprocarb	0.000 8	0.004 3	0.031
56	高效氯氟氰菊酯	lambda-cyhalothrin	0.000 6	0.005 0	0.061
57	马拉硫磷	malathion	0.000 5	0.002 3	0.044
58	地胺磷	mephosfolan	0.000 5	0.003 7	0.054

表 D.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	重复性限(<i>r</i>)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
59	甲霜灵	metalaxyl	0.000 5	0.004 6	0.038
60	甲氧滴滴涕	methoxychlor	0.000 6	0.002 5	0.058
61	噻草酮	metribuzin	0.000 4	0.004 2	0.031
62	速灭磷	mevinphos	0.000 7	0.004 9	0.051
63	绿谷隆	monolinuron	0.000 4	0.003 3	0.048
64	腈菌唑	myclobutanil	0.000 5	0.004 1	0.042
65	多效唑	paclobutrazol	0.000 2	0.004 5	0.054
66	对硫磷	parathion	0.000 6	0.006 2	0.037
67	甲基对硫磷	parathion-methyl	0.000 4	0.004 1	0.028
68	戊菌唑	penconazole	0.000 4	0.003 9	0.035
69	二甲戊灵	pendimethalin	0.000 2	0.002 8	0.036
70	五氯硝基苯	pentachloronitrobenzene	0.000 4	0.004 1	0.035
71	氯菊酯	permethrin	0.000 4	0.004 5	0.044
72	伏杀硫磷	phosalone	0.000 6	0.003 4	0.053
73	亚胺硫磷	phosmet	0.000 1	0.003 5	0.057
74	抗蚜威	pirimicarb	0.000 3	0.003 0	0.028
75	丙草胺	pretilachlor	0.000 4	0.003 9	0.038
76	腐霉利	procymidone	0.000 3	0.002 4	0.016
77	扑草净	prometryn	0.000 3	0.003 6	0.017
78	敌稗	propanil	0.000 2	0.003 7	0.037
79	丙环唑	propiconazole	0.000 5	0.003 8	0.050
80	残杀威	propoxur	0.000 3	0.002 3	0.035
81	吡螨灵	pyridaben	0.000 3	0.003 0	0.053
82	嘧霉胺	pyrimethanil	0.000 4	0.003 6	0.037
83	西玛津	simazine	0.000 3	0.003 2	0.037
84	治螟磷	sulfotep	0.000 2	0.003 3	0.025
85	戊唑醇	tebuconazole	0.000 4	0.005 5	0.048
86	特丁津	terbuthylazine	0.000 3	0.003 8	0.039
87	特丁净	terbutryn	0.000 4	0.003 8	0.030
88	杀虫畏	tetrachlorvinphos	0.000 6	0.003 4	0.048
89	三唑酮	triadimefon	0.000 9	0.004 3	0.018
90	三唑醇	triadimenol	0.000 4	0.003 6	0.042
91	三唑磷	triazophos	0.000 2	0.003 7	0.048
92	毒壤磷	trichloronat	0.000 3	0.003 7	0.036
93	乙烯菌核利	vinclazolin	0.000 3	0.002 6	0.032

表 D.2 93 种农药及其代谢物的再现性限(R)

序号	中文名称	英文名称	再现性限(R)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
1	乙草胺	acetochlor	0.000 5	0.010 2	0.063
2	甲草胺	alachlor	0.000 5	0.007 2	0.137
3	艾氏剂	aldrin	0.000 9	0.007 4	0.061
4	莠灭净	ametryn	0.000 7	0.008 5	0.088
5	莠去津	atrazine	0.000 5	0.008 2	0.062
	脱乙基莠去津	atrazine-desethyl	0.000 9	0.010 3	0.064
6	益棉磷	azinphos-ethyl	0.000 3	0.006 1	0.119
7	苯霜灵	benalaxyl	0.001 0	0.007 6	0.059
8	α -六六六	α -BHC	0.000 6	0.007 9	0.055
	β -六六六	β -BHC	0.000 7	0.006 8	0.041
	δ -六六六	δ -BHC	0.000 7	0.006 8	0.063
	γ -六六六	γ -BHC	0.000 6	0.005 1	0.041
9	联苯菊酯	bifenthrin	0.000 3	0.005 4	0.052
10	啶酰菌胺	boscalid	0.000 4	0.009 0	0.099
11	除草定	bromacil	0.000 5	0.007 0	0.097
12	丁草胺	butachlor	0.000 6	0.010 7	0.144
13	顺式氯丹	<i>cis</i> -chlordane	0.000 7	0.008 6	0.057
	反式氯丹	<i>trans</i> -chlordane	0.000 5	0.004 3	0.043
14	毒死蜱	chlorpyrifos	0.000 8	0.007 5	0.065
15	甲基毒死蜱	chlorpyrifos-methyl	0.000 4	0.008 1	0.038
16	氟氯氰菊酯	cyfluthrin	0.000 4	0.005 0	0.092
17	氯氰菊酯	cypermethrin	0.001 0	0.005 3	0.117
18	环丙唑醇	cyproconazole	0.000 8	0.009 5	0.067
19	啞菌环胺	cyprodinil	0.000 7	0.007 4	0.069
20	2,4'-滴滴滴	<i>o, p'</i> -DDD	0.000 5	0.008 4	0.079
	4,4'-滴滴滴	<i>p, p'</i> -DDD	0.000 2	0.005 8	0.060
	2,4'-滴滴伊	<i>o, p'</i> -DDE	0.000 4	0.007 3	0.058
	4,4'-滴滴伊	<i>p, p'</i> -DDE	0.000 5	0.010 5	0.096
	2,4'-滴滴涕	<i>o, p'</i> -DDT	0.000 4	0.007 2	0.045
	4,4'-滴滴涕	<i>p, p'</i> -DDT	0.000 7	0.007 6	0.054
21	溴氰菊酯	deltamethrin	0.000 7	0.007 9	0.056
22	二嗪磷	diazinon	0.001 0	0.010 4	0.060
23	除线磷	dichlofenthion	0.000 8	0.006 5	0.036
24	禾草灵	diclofop-methyl	0.000 8	0.009 9	0.059
25	三氯杀螨醇	dicofol	0.000 6	0.004 4	0.084
26	百治磷	dicrotophos	0.001 0	0.006 3	0.090
27	狄氏剂	dieldrin	0.000 5	0.011 0	0.108
28	苯醚甲环唑	difenoconazole	0.001 1	0.010 0	0.206
29	烯唑醇	diniconazole	0.001 0	0.005 8	0.081
30	敌瘟磷	edifenphos	0.001 0	0.007 6	0.079

表 D.2 (续)

序号	中文名称	英文名称	再现性限(R)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
31	α -硫丹	endosulfan-alpha	0.000 6	0.005 7	0.050
	β -硫丹	endosulfan-beta	0.000 8	0.011 1	0.047
32	异狄氏剂	endrin	0.000 6	0.008 1	0.099
33	苯硫磷	EPN	0.000 6	0.008 6	0.080
34	氟环唑	epoxiconazole	0.000 7	0.008 9	0.077
35	灭线磷	ethoprophos	0.000 7	0.010 0	0.084
36	腈苯唑	fenbuconazole	0.000 9	0.006 6	0.097
37	杀螟硫磷	fenitrothion	0.000 6	0.007 9	0.059
38	仲丁威	fenobucarb	0.000 6	0.008 6	0.054
39	苯硫威	fenothiocarb	0.000 3	0.007 5	0.079
40	甲氰菊酯	fenpropathrin	0.000 9	0.005 2	0.063
41	倍硫磷	fenthion	0.000 5	0.004 3	0.151
	倍硫磷砒	fenthion sulfone	0.000 5	0.003 9	0.166
	倍硫磷亚砒	fenthion sulfoxide	0.000 7	0.006 1	0.204
42	氰戊菊酯	fenvalerate	0.000 6	0.010 7	0.165
43	吡氟禾草灵	fluazifop-butyl	0.000 5	0.012 9	0.134
44	氟氰戊菊酯	flucythrinate	0.000 6	0.012 9	0.216
45	咯菌腈	fludioxonil	0.001 2	0.010 2	0.133
46	氟胺氰菊酯	tau-fluvalinate	0.000 2	0.011 3	0.155
47	地虫硫磷	fonofos	0.001 0	0.011 2	0.114
48	噻唑磷	fosthiazate	0.000 6	0.004 8	0.208
49	六氯苯	hexachlorobenzene	0.000 5	0.008 7	0.079
50	己唑醇	hexaconazole	0.000 7	0.012 4	0.116
51	异菌脲	iprodione	0.000 6	0.008 0	0.068
52	氯唑磷	isazofos	0.000 5	0.013 1	0.146
53	水胺硫磷	isocarbophos	0.000 4	0.014 4	0.170
54	甲基异柳磷	isofenphos-methyl	0.001 1	0.014 6	0.161
55	异丙威	isoprocarb	0.000 7	0.007 4	0.063
56	高效氯氟氰菊酯	lambda-cyhalothrin	0.000 7	0.006 9	0.131
57	马拉硫磷	malathion	0.001 1	0.008 4	0.095
58	地胺磷	mephosfolan	0.000 6	0.009 8	0.137
59	甲霜灵	metalaxyl	0.000 7	0.005 2	0.107
60	甲氧滴滴涕	methoxychlor	0.000 9	0.008 5	0.132
61	噻草酮	metribuzin	0.000 9	0.012 4	0.143
62	速灭磷	mevinphos	0.001 3	0.007 5	0.065
63	绿谷隆	monolinuron	0.000 7	0.003 9	0.089
64	腈菌唑	myclobutanil	0.001 0	0.008 9	0.094
65	多效唑	paclobutrazol	0.001 2	0.006 0	0.075
66	对硫磷	parathion	0.000 7	0.010 3	0.061

表 D.2 (续)

序号	中文名称	英文名称	再现性限(R)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
67	甲基对硫磷	parathion-methyl	0.000 5	0.006 2	0.055
68	戊菌唑	penconazole	0.000 7	0.010 7	0.063
69	二甲戊灵	pendimethalin	0.000 3	0.009 9	0.048
70	五氯硝基苯	pentachloronitrobenzene	0.001 1	0.008 8	0.071
71	氯菊酯	permethrin	0.000 5	0.007 1	0.080
72	伏杀硫磷	phosalone	0.000 9	0.005 2	0.090
73	亚胺硫磷	phosmet	0.000 5	0.006 1	0.102
74	抗蚜威	pirimicarb	0.000 9	0.006 8	0.048
75	丙草胺	pretilachlor	0.000 6	0.008 3	0.069
76	腐霉利	procymidone	0.000 6	0.008 8	0.057
77	扑草净	prometryn	0.000 3	0.008 0	0.053
78	敌稗	propanil	0.000 4	0.009 0	0.069
79	丙环唑	propiconazole	0.001 1	0.011 8	0.079
80	残杀威	propoxur	0.000 5	0.009 0	0.077
81	吡蚜灵	pyridaben	0.000 2	0.005 7	0.070
82	嘧霉胺	pyrimethanil	0.000 8	0.008 2	0.051
83	西玛津	simazine	0.000 7	0.013 1	0.074
84	治螟磷	sulfotep	0.001 0	0.014 0	0.078
85	戊唑醇	tebuconazole	0.000 5	0.007 8	0.076
86	特丁津	terbuthylazine	0.000 7	0.009 6	0.068
87	特丁净	terbutryn	0.001 0	0.010 1	0.052
88	杀虫畏	tetrachlorvinphos	0.000 6	0.007 7	0.087
89	三唑酮	triadimefon	0.001 1	0.006 5	0.043
90	三唑醇	triadimenol	0.000 8	0.004 7	0.078
91	三唑磷	triazophos	0.000 4	0.005 1	0.068
92	毒壤磷	trichloronat	0.000 3	0.0067	0.057
93	乙烯菌核利	vinclozolin	0.000 6	0.006 2	0.058

土壤中 200 种农药及其代谢物残留量的测定

第 5 部分:土壤中 147 种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

本部分规定了土壤中 147 种农药及其代谢物(见附录 A)的液相色谱-质谱联用检测方法。
本部分适用于土壤中上述 147 种农药残留量的测定。

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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T 52 土壤水分测定法

NY/T 395 农田土壤环境质量监测技术规范

3 原理

试样中农药用乙腈提取,提取液经分散固相萃取净化,液相色谱-质谱联用仪检测,外标法定量。

4 试剂与材料

除另有说明外,均使用分析纯试剂,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 乙腈(CH_3CN ,CAS 号:75-05-8)。

4.1.2 甲醇(CH_3OH ,CAS 号:67-56-1):色谱纯。

4.1.3 氯化钠(NaCl ,CAS 号:7647-14-5)。

4.1.4 无水硫酸镁(MgSO_4 ,CAS 号:7487-88-9)。

4.1.5 柠檬酸钠二水合物($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,CAS 号:6132-04-3)。

4.1.6 柠檬酸二钠盐倍半水合物($\text{C}_6\text{H}_6\text{Na}_2\text{O}_7 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$,CAS 号:6132-05-4)。

4.1.7 甲酸(HCOOH ,CAS 号:64-18-6):色谱纯。

4.1.8 甲酸铵(HCOONH_4 ,CAS 号:540-69-2)。

4.2 溶液配制

4.2.1 甲酸铵-甲酸水溶液(2 mmol/L):称取 0.126 1 g 甲酸铵,用 0.01%甲酸水溶液溶解并稀释至 1 000 mL,摇匀。

4.2.2 甲酸铵-甲酸甲醇溶液(2 mmol/L):称取 0.126 1 g 甲酸铵,用 0.01%甲酸甲醇溶液溶解并稀释至 1 000 mL,摇匀。

4.3 标准品

147 种农药及其代谢物标准品,见附录 A,纯度 $\geq 95\%$ 。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取约 10 mg(精确至 0.1 mg)农药及其代谢物标准品,根据标准品的溶解性和测定的需要,选甲醇或乙腈等溶剂溶解并分别定容至 10 mL,避光 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 及以下条件保存,有效期 1 年。

4.4.2 混合标准储备溶液(50 mg/L):吸取一定量的农药标准储备溶液于容量瓶中,用乙腈定容至刻度,避光-20℃及以下条件保存,有效期6个月。

4.4.3 混合标准溶液(5 mg/L):吸取一定量的混合标准储备溶液于容量瓶中,用乙腈定容至刻度,避光-20℃及以下条件保存,有效期1个月。

4.5 材料

4.5.1 陶瓷均质子:2 cm(长)×1 cm(外径),或相当者。

4.5.2 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(PSA):粒径 40 μm~60 μm。

4.5.3 十八烷基硅烷键合硅胶(C18):粒径 40 μm~60 μm。

4.5.4 微孔滤膜(有机相):13 mm×0.22 μm,或相当者。

5 仪器设备

5.1 液相色谱-三重四极杆质谱联用仪:配有电喷雾离子源(ESI)。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.01 g。

5.3 离心机:转速不低于 4 000 r/min。

5.4 涡旋混合器。

6 分析步骤

6.1 试样制备与贮存

按照 NY/T 395 的要求采集新鲜土壤样品,去除石子、植物根茎等杂质后混合均匀,不风干,放入聚乙烯瓶或袋中。将样品按照测试和备用分别存放,于-20℃及以下条件保存。按照 NY/T 52 测定样品含水量。

6.2 提取和净化

称取 5 g 试样(精确至 0.01 g)于 50 mL 塑料离心管中,加入 10 mL 水涡旋混合均匀,静置 30 min。加入 10 mL 乙腈及 1 颗陶瓷均质子(4.5.1),涡旋振荡 3 min 后,加入提取盐包(4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠二水合物、0.5 g 柠檬酸二钠盐倍半水合物),涡旋振荡 1 min 后,4 000 r/min 离心 5 min。准确吸取 6 mL 上清液加到内含 900 mg 硫酸镁、150 mg C₁₈ 和 150 mg PSA 的 15 mL 塑料离心管中,涡旋混匀 1 min。4 000 r/min 离心 5 min,吸取上清液过微孔滤膜(4.5.4),待测定。

注:测定磺酰胺类除草剂(啶嘧磺隆、苄嘧磺隆、氯嘧磺隆、氯磺隆、醚磺隆、环丙嘧磺隆、乙氧磺隆、氟唑磺隆、氟吡磺隆、氯吡嘧磺隆、甲基磺隆钠盐、甲基二磺隆、嗪吡嘧磺隆、甲磺隆、单嘧磺隆、烟嘧磺隆、啶苯胺磺隆、丙嘧嘧磺隆、吡嘧磺隆、砜嘧磺隆、噻酮磺隆、噻吩磺隆、醚苯磺隆、苯磺隆、氟胺磺隆、三氟甲磺隆)、三唑并嘧啶磺酰胺类除草剂(唑嘧磺草胺、五氟磺草胺)和苯嘧磺草胺时,净化材料中不使用 PSA。

6.3 测定

6.3.1 仪器参考条件

- 色谱柱:C₁₈柱,100 mm(柱长)×4.6 mm(内径)×1.8 μm(粒径),或相当者;
- 流动相:A相为甲酸铵-甲酸水溶液(4.2.1),B相为甲酸铵-甲酸甲醇溶液(4.2.2),流动相梯度条件见表1;
- 流速:0.3 mL/min;
- 柱温:40℃;
- 进样量:2 μL。

表1 流动相及其梯度条件(V_A+V_B)

时间 min	V _A %	V _B %
0	97	3

表 1 (续)

时间 min	V _A %	V _B %
1.0	97	3
1.5	85	15
2.5	50	50
18.0	30	70
23.0	2	98
27.0	2	98
27.1	97	3
30.0	97	3

6.3.2 质谱参考条件

- a) 离子源类型:电喷雾离子源(ESI);
- b) 扫描方式:正离子和负离子同时扫描;
- c) 雾化气流速:3.0 L/min;
- d) 加热气流速:10 L/min;
- e) 干燥气流速:10 L/min;
- f) DL 温度:150 ℃;
- g) 加热模块温度:400 ℃;
- h) 接口温度:300 ℃;
- i) 多反应监测:每种农药分别选择至少 2 个子离子。所有需要检测的子离子按照出峰顺序,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,见附录 B。

6.3.3 基质匹配标准工作曲线

空白土壤样品按照 6.2 进行前处理,得到空白基质溶液。准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 0.001 mg/L、0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L 和 0.5 mg/L 的系列基质匹配标准工作溶液,根据仪器性能和检测需要选择不少于 5 个质量浓度点,供液相色谱-质谱联用仪测定。以农药定量离子的质量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。

6.3.4 定性及定量

6.3.4.1 定性测定

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。

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,样品中目标化合物的离子丰度比与质量浓度相当的基质标准溶液相比,其允许偏差不得超过表 2 规定的范围,则可判断样品中存在目标农药。

表 2 定性时离子丰度比的最大允许偏差

离子丰度比, %	>50	>20 至 50(含)	>10 至 20(含)	≤10
允许相对偏差, %	±20	±25	±30	±50

本方法的标准物质 LC-MS/MS 多反应监测质量色谱图见附录 C。

6.3.4.2 定量测定

外标法定量。

6.3.5 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,测得定量离子质量色谱峰面积,待测试样溶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,超过线性范围时应稀释到线性范围内后再进行分析。

6.4 平行试验

按以上步骤对同一试样进行 2 次平行试验测定。

6.5 空白试验

除不加试料外,按照 6.2~6.4 的规定进行平行操作。

7 结果计算

试样中被测农药残留量以质量分数 ω 计,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)或公式(2)计算。

$$\omega = \frac{A \times V_1 \times V_3 \times \rho_1}{A_s \times V_2 \times m \times (1 - \theta_m)} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (1)$$

$$\omega = \frac{V_1 \times V_3 \times \rho_2}{V_2 \times m \times (1 - \theta_m)} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_1 ——基质匹配标准工作溶液中农药质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_2 ——从基质匹配标准工作曲线中得到的试样溶液中农药质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

A ——样品溶液中被测农药的峰面积;

A_s ——基质匹配标准工作溶液中被测农药的峰面积;

V_1 ——提取溶剂总体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取的提取溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_3 ——样品溶液定容体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——新鲜土壤试样质量的数值,单位为克(g);

θ_m ——新鲜土壤试样的质量含水量。

计算结果保留 2 位有效数字。当含量超 1 mg/kg 时,保留 3 位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下,获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不得超过重复性限(r),见附录 D。

在再现性条件下,获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不得超过再现性限(R),见附录 D。

9 其他

本文件方法定量限为 0.002 mg/kg(见附录 A)。

附录 A

(规范性)

17 种有机磷类农药及其代谢物中英文名称、分子式、CAS 号和方法定量限

147 种农药及其代谢物中英文名称、分子式、CAS 号和方法定量限,见表 A.1。

表 A.1 147 种农药及其代谢物中英文名称、分子式、CAS 号和方法定量限

序号	中文名称	英文名称	分子式	CAS 号	方法定量限 mg/kg
1	阿维菌素	abamectin	C ₄₈ H ₇₂ O ₁₄	71751-41-2	0.002
2	乙酰甲胺磷	acephate	C ₄ H ₁₀ NO ₃ PS	30560-19-1	0.002
3	啉虫脒	acetamiprid	C ₁₀ H ₁₁ ClN ₄	135410-20-7	0.002
4	乙草胺	acetochlor	C ₁₄ H ₂₀ ClNO ₂	34256-82-1	0.002
5	甲草胺	alachlor	C ₁₄ H ₂₀ ClNO ₂	15972-60-8	0.002
6	涕灭威	aldicarb	C ₇ H ₁₄ N ₂ O ₂ S	116-06-3	0.002
	涕灭威砒	aldicarb sulfone	C ₇ H ₁₄ N ₂ O ₄ S	1646-88-4	0.002
	涕灭威亚砒	aldicarb sulfoxide	C ₇ H ₁₄ N ₂ O ₃ S	1646-87-3	0.002
7	莠灭净	ametryn	C ₉ H ₁₇ N ₅ S	834-12-8	0.002
8	酰嘧磺隆	amidosulfuron	C ₉ H ₁₅ N ₅ O ₇ S ₂	120923-37-7	0.002
9	莠去津	atrazine	C ₈ H ₁₄ ClN ₅	1912-24-9	0.002
10	苯霜灵	benalaxyl	C ₂₀ H ₂₃ NO ₃	71626-11-4	0.002
11	苯嘧磺隆	bensulfuron-methyl	C ₁₆ H ₁₈ N ₄ O ₇ S	83055-99-6	0.002
12	苯并烯氟菌唑	benzovindiflupyr	C ₁₈ H ₁₅ Cl ₂ F ₂ N ₅ O	1072957-71-1	0.002
13	联苯菊酯	bifenthrin	C ₂₃ H ₂₂ ClF ₃ O ₂	82657-04-3	0.002
14	噻嗪酮	buprofezin	C ₁₆ H ₂₃ N ₃ OS	69327-76-0	0.002
15	丁草胺	butachlor	C ₁₇ H ₂₆ ClNO ₂	23184-66-9	0.002
16	仲丁灵	butralin	C ₁₄ H ₂₁ N ₃ O ₄	33629-47-9	0.002
17	甲萘威	carbaryl	C ₁₂ H ₁₁ NO ₂	63-25-2	0.002
18	多菌灵	carbendazim	C ₉ H ₉ N ₃ O ₂	10605-21-7	0.002
19	克百威	carbofuran	C ₁₂ H ₁₅ NO ₃	1563-66-2	0.002
	3-羟基克百威	3-hydroxy carbofuran	C ₁₂ H ₁₅ NO ₄	16655-82-6	0.002
20	氯虫苯甲酰胺	chlorantraniliprole	C ₁₈ H ₁₄ BrCl ₂ N ₅ O ₂	500008-45-7	0.002
21	灭幼脲	chlorbenzuron	C ₁₄ H ₁₀ Cl ₂ N ₂ O ₂	57160-47-1	0.002
22	氟啶脲	chlorfluzuron	C ₂₀ H ₉ Cl ₃ F ₅ N ₃ O ₃	71422-67-8	0.002
23	氯嘧磺隆	chlorimuron-ethyl	C ₁₅ H ₁₅ ClN ₄ O ₆ S	90982-32-4	0.002
24	毒死蜱	chlorpyrifos	C ₉ H ₁₁ Cl ₃ NO ₃ PS	2921-88-2	0.002
25	甲基毒死蜱	chlorpyrifos-methyl	C ₇ H ₇ Cl ₃ NO ₃ PS	5598-13-0	0.002
26	氯磺隆	chlorsulfuron	C ₁₂ H ₁₂ ClN ₅ O ₄ S	64902-72-3	0.002
27	绿麦隆	chlortoluron	C ₁₀ H ₁₃ ClN ₂ O	15545-48-9	0.002
28	醚磺隆	cinosulfuron	C ₁₅ H ₁₉ N ₅ O ₇ S	94593-91-6	0.002

表 A.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	分子式	CAS号	方法定量限 mg/kg
29	噻虫胺	clothianidin	C ₆ H ₈ ClN ₅ O ₂ S	210880-92-5	0.002
30	氰草津	cyazazine	C ₉ H ₁₃ ClN ₆	21725-46-2	0.002
31	氰霜唑	cyazofamid	C ₁₃ H ₁₃ ClN ₄ O ₂ S	120116-88-3	0.002
32	环丙嘧磺隆	cyclosulfamuron	C ₁₇ H ₁₉ N ₅ O ₆ S	136849-15-5	0.002
33	噻草酮	cycloxydim	C ₁₇ H ₂₇ NO ₃ S	101205-02-1	0.002
34	嘧菌环胺	cyprodinil	C ₁₄ H ₁₅ N ₃	121552-61-2	0.002
35	溴氰菊酯	deltamethrin	C ₂₂ H ₁₉ Br ₂ NO ₃	52918-63-5	0.002
36	二嗪磷	diazinon	C ₁₂ H ₂₁ N ₂ O ₃ PS	333-41-5	0.002
37	敌敌畏	dichlorvos	C ₄ H ₇ Cl ₂ O ₄ P	62-73-7	0.002
38	禾草灵	diclofop-methyl	C ₁₆ H ₁₄ Cl ₂ O ₄	51338-27-3	0.002
39	苯醚甲环唑	difenoconazole	C ₁₉ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O ₃	119446-68-3	0.002
40	除虫脲	diflubenzuron	C ₁₄ H ₉ ClF ₂ N ₂ O ₂	35367-38-5	0.002
41	吡氟酰草胺	diflufenican	C ₁₉ H ₁₁ F ₅ N ₂ O ₂	83164-33-4	0.002
42	二甲吩草胺	dimethenamid	C ₁₂ H ₁₈ ClNO ₂ S	87674-68-8	0.002
43	乐果	dimethoate	C ₅ H ₁₂ NO ₃ PS ₂	60-51-5	0.002
44	烯酰吗啉	dimethomorph	C ₂₁ H ₂₂ ClNO ₄	110488-70-5	0.002
45	呋虫胺	dinotefuran	C ₇ H ₁₄ N ₄ O ₃	165252-70-0	0.002
46	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	emamectin benzoate	C ₄₉ H ₇₅ NO ₁₃ ·C ₇ H ₆ O ₂	155569-91-8	0.002
47	烯肟菌酯	enestroburin	C ₂₂ H ₂₂ ClNO ₄	238410-11-2	0.002
48	氟环唑	epoxiconazole	C ₁₇ H ₁₃ ClFN ₃ O	133855-98-8	0.002
49	灭线磷	ethoprophos	C ₈ H ₁₉ O ₂ PS ₂	13194-48-4	0.002
50	乙氧磺隆	ethoxysulfuron	C ₁₅ H ₁₈ N ₄ O ₇ S	126801-58-9	0.002
51	醚菊酯	etofenprox	C ₂₅ H ₂₈ O ₃	80844-07-1	0.002
52	乙螨唑	etoxazole	C ₂₁ H ₂₃ F ₂ NO ₂	153233-91-1	0.002
53	仲丁威	fenobucarb	C ₁₂ H ₁₇ NO ₂	3766-81-2	0.002
54	苯硫威	fenothiocarb	C ₁₃ H ₁₉ NO ₂ S	62850-32-2	0.002
55	苯氧威	fenoxycarb	C ₁₇ H ₁₉ NO ₄	72490-01-8	0.002
56	唑螨酯	fenpyroximate	C ₂₄ H ₂₇ N ₃ O ₄	134098-61-6	0.002
57	氟虫腈	fipronil	C ₁₂ H ₄ Cl ₂ F ₆ N ₄ OS	120068-37-3	0.002
	氟甲腈	fipronil desulfinyl	C ₁₂ H ₄ Cl ₂ F ₆ N ₄	205650-65-3	0.002
	氟虫腈硫醚	fipronil sulfide	C ₁₂ H ₄ Cl ₂ F ₆ N ₄ S	120067-83-6	0.002
	氟虫腈砒	fipronil sulfone	C ₁₂ H ₄ Cl ₂ F ₆ N ₄ O ₂ S	120068-36-2	0.002
58	氟唑磺隆	flucarbazone-sodium	C ₁₂ H ₁₀ F ₃ N ₄ NaO ₆ S	181274-17-9	0.002
59	氟吡磺隆	flucetosulfuron	C ₁₈ H ₂₂ FN ₅ O ₈ S	412928-75-7	0.002
60	氟氰戊菊酯	flucythrinate	C ₂₆ H ₂₃ F ₂ NO ₄	70124-77-5	0.002
61	咯菌腈	fludioxonil	C ₁₂ H ₆ F ₂ N ₂ O ₂	131341-86-1	0.002
62	氟噻草胺	flufenacet	C ₁₄ H ₁₃ F ₄ N ₃ O ₂ S	142459-58-3	0.002

表 A.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	分子式	CAS号	方法定量限 mg/kg
63	唑啉磺草胺	flumetsulam	C ₁₂ H ₉ F ₂ N ₅ O ₂ S	98967-40-9	0.002
64	氟硅唑	flusilazole	C ₁₆ H ₁₅ F ₂ N ₃ Si	85509-19-9	0.002
65	地虫硫磷	fonofos	C ₁₀ H ₁₅ OPS ₂	994-22-9	0.002
66	氯吡啶	forchlorfenuron	C ₁₂ H ₁₀ ClN ₃ O	68157-60-8	0.002
67	噻唑磷	fosthiazate	C ₉ H ₁₈ NO ₃ PS ₂	98886-44-3	0.002
68	呋线威	furathiocarb	C ₁₈ H ₂₆ N ₂ O ₅ S	65907-30-4	0.002
69	氯吡啶磺隆	halosulfuron-methyl	C ₁₃ H ₁₅ ClN ₆ O ₇ S	100784-20-1	0.002
70	己唑醇	hexaconazole	C ₁₄ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O	79983-71-4	0.002
71	吡虫啉	imidacloprid	C ₉ H ₁₀ ClN ₅ O ₂	138261-41-3	0.002
72	甲基磺隆钠盐	iodosulfuron-methyl-sodium	C ₁₄ H ₁₃ IN ₅ NaO ₆ S	144550-36-7	0.002
73	异菌脲	iprodione	C ₁₃ H ₁₃ Cl ₂ N ₃ O ₃	36734-19-7	0.002
74	氯唑磷	isazofos	C ₉ H ₁₇ ClN ₃ O ₃ PS	42509-80-8	0.002
75	甲基异柳磷	isofenphos-methyl	C ₁₄ H ₂₂ NO ₄ PS	99675-03-3	0.002
76	异丙威	isoprocarb	C ₁₁ H ₁₅ NO ₂	2631-40-5	0.002
77	依维菌素	ivermectin	C ₄₈ H ₇₄ O ₁₄	70288-86-7	0.002
78	利谷隆	linuron	C ₉ H ₁₀ Cl ₂ N ₂ O ₂	330-55-2	0.002
79	虱螨脲	lufenuron	C ₁₇ H ₈ Cl ₂ F ₈ N ₂ O ₃	103055-07-8	0.002
80	马拉硫磷	malathion	C ₁₀ H ₁₉ O ₆ PS ₂	121-75-5	0.002
81	苯噻酰草胺	mefenacet	C ₁₆ H ₁₄ N ₂ O ₂ S	73250-68-7	0.002
82	甲基二磺隆	mesosulfuron-methyl	C ₁₇ H ₂₁ N ₅ O ₉ S ₂	208465-21-8	0.002
83	噁唑酰草胺	metamifop	C ₂₃ H ₁₈ ClFN ₂ O ₄	256412-89-2	0.002
84	吡唑草胺	metazachlor	C ₁₄ H ₁₆ ClN ₃ O	67129-08-2	0.002
85	噻吡啶磺隆	metazosulfuron	C ₁₅ H ₁₈ ClN ₇ O ₇ S	868680-84-6	0.002
86	甲胺磷	methamidophos	C ₂ H ₅ NO ₂ PS	10265-92-6	0.002
87	甲硫威	methiocarb	C ₁₁ H ₁₅ NO ₂ S	2032-65-7	0.002
	甲硫威砒	methiocarb sulfone	C ₁₁ H ₁₅ NO ₄ S	2179-25-1	0.002
	甲硫威亚砒	methiocarb sulfoxide	C ₁₁ H ₁₅ NO ₃ S	2635-10-1	0.002
88	灭多威	methomyl	C ₅ H ₁₀ N ₂ O ₂ S	16752-77-5	0.002
89	异丙甲草胺	metolachlor	C ₁₅ H ₂₂ ClNO ₂	51218-45-2	0.002
90	速灭威	metolcarb	C ₉ H ₁₁ NO ₂	1129-41-5	0.002
91	噻草酮	metribuzin	C ₈ H ₁₄ N ₄ OS	21087-64-9	0.002
92	甲磺隆	metsulfuron-methyl	C ₁₄ H ₁₅ N ₅ O ₆ S	74223-64-6	0.002
93	禾草敌	molinate	C ₉ H ₁₇ NOS	2212-67-1	0.002
94	久效磷	monocrotophos	C ₇ H ₁₄ NO ₅ P	6923-22-4	0.002
95	单噻磺隆	monosulfuron	C ₁₂ H ₁₁ N ₅ O ₅ S	155860-63-2	0.002
96	敌草胺	napropamide	C ₁₇ H ₂₁ NO ₂	15299-99-7	0.002
97	烟噻磺隆	nicosulfuron	C ₁₅ H ₁₈ N ₆ O ₆ S	111991-09-4	0.002
98	氧乐果	omethoate	C ₅ H ₁₂ NO ₄ PS	1113-02-6	0.002

表 A.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	分子式	CAS号	方法定量限 mg/kg
99	噻苯胺磺隆	orthosulfamuron	C ₁₆ H ₂₀ N ₆ O ₆ S	213464-77-8	0.002
100	噁草酮	oxadiazon	C ₁₅ H ₁₈ Cl ₂ N ₂ O ₃	19666-30-9	0.002
101	杀线威	oxamyl	C ₇ H ₁₃ N ₃ O ₃ S	23135-22-0	0.002
	杀线威肟	oxamyl oxime	C ₅ H ₁₀ N ₂ O ₂ S	30558-43-1	0.002
102	对硫磷	parathion	C ₁₀ H ₁₄ NO ₃ PS	56-38-2	0.002
103	二甲戊灵	pendimethalin	C ₁₃ H ₁₉ N ₃ O ₄	40487-42-1	0.002
104	五氟磺草胺	penoxsulam	C ₁₆ H ₁₄ F ₅ N ₅ O ₅ S	219714-96-2	0.002
105	氯菊酯	permethrin	C ₂₁ H ₂₀ Cl ₂ O ₃	52645-53-1	0.002
106	甲拌磷	phorate	C ₇ H ₁₇ O ₂ PS ₃	298-02-2	0.002
	甲拌磷砒	phorate sulfone	C ₇ H ₁₇ O ₄ PS ₃	2588-04-7	0.002
	甲拌磷亚砒	phorate sulfoxide	C ₇ H ₁₇ O ₃ PS ₃	2588-03-6	0.002
107	磷胺	phosphamidon	C ₁₀ H ₁₉ ClNO ₃ P	13171-21-6	0.002
108	辛硫磷	phoxim	C ₁₂ H ₁₅ N ₂ O ₃ PS	14816-18-3	0.002
109	氟吡啶草胺	picolinafen	C ₁₉ H ₁₂ F ₄ N ₂ O ₂	137641-05-5	0.002
110	增效醚	piperonyl butoxide	C ₁₉ H ₃₀ O ₅	51-03-6	0.002
111	抗蚜威	pirimicarb	C ₁₁ H ₁₈ N ₄ O ₂	23103-98-2	0.002
112	丙草胺	pretilachlor	C ₁₇ H ₂₆ ClNO ₂	51218-49-6	0.002
113	丙溴磷	profenofos	C ₁₁ H ₁₅ BrClO ₃ PS	41198-08-7	0.002
114	猛杀威	promecarb	C ₁₂ H ₁₇ NO ₂	2631-37-0	0.002
115	扑草净	prometryn	C ₁₀ H ₁₉ N ₃ S	7287-19-6	0.002
116	毒草胺	propachlor	C ₁₁ H ₁₄ ClNO	1918-16-7	0.002
117	炔螨特	propargite	C ₁₉ H ₂₆ O ₄ S	2312-35-8	0.002
118	异丙草胺	propisochlor	C ₁₅ H ₂₂ ClNO ₂	86763-47-5	0.002
119	残杀威	propoxur	C ₁₁ H ₁₅ NO ₃	114-26-1	0.002
120	丙噻嘧磺隆	proprylsulfuron	C ₁₆ H ₁₈ ClN ₇ O ₅ S	570415-88-2	0.002
121	炔苯酰草胺	propryzamide	C ₁₂ H ₁₁ Cl ₂ NO	23950-58-5	0.002
122	吡唑醚菌酯	pyraclostrobin	C ₁₉ H ₁₈ ClN ₃ O ₄	175013-18-0	0.002
123	吡嘧磺隆	pyrazosulfuron-ethyl	C ₁₄ H ₁₈ N ₆ O ₇ S	93697-74-6	0.002
124	哒螨灵	pyridaben	C ₁₉ H ₂₅ ClN ₂ OS	96489-71-3	0.002
125	噻霉胺	pyrimethanil	C ₁₂ H ₁₃ N ₃	53112-28-0	0.002
126	喹禾灵	quizalofop-ethyl	C ₁₉ H ₁₇ ClN ₂ O ₄	76578-14-8	0.002
127	砒嘧磺隆	Rimsulfuron	C ₁₄ H ₁₇ N ₅ O ₇ S ₂	122931-48-0	0.002
128	苯噻磺草胺	saflufenacil	C ₁₇ H ₁₇ ClF ₄ N ₄ O ₅ S	372137-35-4	0.002
129	烯禾啶	sethoxydim	C ₁₇ H ₂₉ NO ₃ S	74051-80-2	0.002
130	西玛津	simazine	C ₇ H ₁₂ ClN ₅	122-34-9	0.002
131	西草净	simetryn	C ₈ H ₁₅ N ₅ S	1014-70-6	0.002
132	甲磺草胺	sulfentrazone	C ₁₁ H ₁₀ Cl ₂ F ₂ N ₄ O ₃ S	122836-35-5	0.002
133	戊唑醇	tebuconazole	C ₁₆ H ₂₂ ClN ₃ O	107534-96-3	0.002

表 A.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	分子式	CAS号	方法定量限 mg/kg
134	虫酰肼	tebufenozide	$C_{22}H_{28}N_2O_2$	112410-23-8	0.002
135	特丁硫磷	terbufos	$C_9H_{21}O_2PS_3$	13071-79-9	0.002
	特丁硫磷砒	terbufos sulfone	$C_9H_{21}O_4PS_3$	56070-16-7	0.002
	特丁硫磷亚砒	terbufos sulfoxide	$C_9H_{21}O_3PS_3$	10548-10-4	0.002
136	特丁津	terbuthylazine	$C_9H_{16}ClN_5$	5915-41-3	0.002
137	噻虫嗪	thiamethoxam	$C_8H_{10}ClN_5O_3S$	153719-23-4	0.002
138	噻酮磺隆	Thiencarbazone-methyl	$C_{12}H_{14}N_4O_7S_2$	317815-83-1	0.002
139	噻吩磺隆	thifensulfuron-methyl	$C_{12}H_{13}N_5O_6S_2$	79277-27-3	0.002
140	三唑酮	triadimefon	$C_{14}H_{16}ClN_3O_2$	43121-43-3	0.002
141	三唑醇	triadimenol	$C_{14}H_{18}ClN_3O_2$	55219-65-3	0.002
142	醚苯磺隆	triasulfuron	$C_{14}H_{16}ClN_5O_5S$	82097-50-5	0.002
143	三唑磷	triazophos	$C_{12}H_{16}N_3O_3PS$	24017-47-8	0.002
144	苯磺隆	tribenuron-methyl	$C_{15}H_{17}N_5O_6S$	101200-48-0	0.002
145	氟胺磺隆	triflusulfuron-methyl	$C_{17}H_{19}F_3N_6O_6S$	126535-15-7	0.002
146	三氟甲磺隆	tritosulfuron	$C_{13}H_9F_6N_5O_4S$	142469-14-5	0.002
147	烯效唑	uniconazole	$C_{15}H_{18}ClN_3O$	83657-22-1	0.002

附录 B
(资料性)

147 种农药及其代谢物的保留时间、母离子、子离子及离子对质谱参数

147 种农药及其代谢物的保留时间、母离子、子离子及离子对质谱参数,见表 B.1。

表 B.1 147 种农药及其代谢物的保留时间、母离子、子离子及离子对质谱参数^a

序号	农药中文名	农药英文名	电离方式	保留时间 min	离子对 I m/z	Q1 偏置 电压 V	碰撞能 eV	Q3 偏置 电压 V	离子对 II m/z	Q1 偏置 电压 V	碰撞能 eV	Q3 偏置 电压 V
1	阿维菌素	abamectin	正	23.99	890.5/305.2	-34	-25	-22	890.5/567.3	-34	-14	-30
2	乙酰甲胺磷	acephate	正	3.62	184.2/143.0	-20	-8	-15	184.2/95.0	-20	-23	-16
3	啉虫脒	acetamiprid	正	4.95	223.1/126.1	-30	-22	-30	223.1/56.1	-30	-15	-23
4	乙草胺	acetochlor	正	16.90	270.1/224.1	-10	-8	-17	270.1/148.2	-16	-19	-18
5	甲草胺	alachlor	正	16.95	270.1/238.1	-30	-10	-26	270.1/162.2	-30	-19	-30
6	涕灭威	aldicarb	正	6.04	207.9/116.0	-14	-6	-12	207.9/89.0	-15	-15	-18
	涕灭威砜	aldicarb sulfone	正	3.94	240.1/148.0	-15	-12	-29	240.1/166.0	-13	-11	-20
	涕灭威亚砜	aldicarb sulfoxide	正	3.83	207.0/89.0	-13	-15	-19	207.0/132.0	-19	-10	-10
7	莠灭净	ametryn	正	12.98	228.1/186.1	-30	-25	-19	228.1/68.1	-30	-30	-27
8	啶嘧磺隆	amidosulfuron	正	7.71	370.2/261.1	-13	-14	-27	370.2/218.1	-13	-23	-22
9	莠去津	atrazine	正	10.38	216.1/174.1	-30	-17	-18	216.1/96.1	-30	-25	-17
10	苯霜灵	benalaxyl	正	19.96	326.2/148.2	-16	-13	-15	326.2/294.1	-16	-15	-20
11	吡嘧磺隆	bensulfuron-methyl	正	12.40	411.1/149.2	-20	-14	-28	411.1/182.2	-20	-35	-19
12	苯并烯氟菌唑	benzovindiflupyr	正	20.04	398.0/342.0	-15	-18	-23	398.0/378.0	-15	-14	-26
13	联苯菊酯	bifenthrin	正	24.58	440.3/181.1	-16	-21	-18	440.3/166.2	-16	-43	-18
14	噻嗪酮	buprofezin	正	22.45	306.1/116.1	-30	-23	-12	306.1/201.1	-30	-20	-22
15	丁草胺	butachlor	正	22.56	312.2/238.1	-23	-11	-28	312.1/162.0	-16	-22	-13

表 B.1 (续)

序号	农药中文名	农药英文名	电离方式	保留时间 min	离子对 I m/z	Q1 偏置 电压 V	碰撞能 eV	Q3 偏置 电压 V	离子对 II m/z	Q1 偏置 电压 V	碰撞能 eV	Q3 偏置 电压 V
16	仲丁灵	butralin	正	23.28	296.2/240.1	-14	-12	-25	296.2/222.1	-14	-21	-24
17	甲萘威	carbaryl	正	8.42	202.1/145.1	-22	-9	-26	202.1/127.1	-22	-27	-22
18	多菌灵	carbendazim	正	5.09	192.1/160.1	-30	-39	-30	192.1/132.1	-30	-40	-24
19	克百威	carbofuran	正	7.45	222.1/123.1	-25	-30	-22	222.1/165.1	-25	-20	-17
	3-羟基克百威	3-hydroxy carbofuran	正	4.90	238.1/163.1	-27	-14	-17	238.1/181.2	-27	-10	-19
20	氯虫苯甲酰胺	chlorantraniliprole	正	12.43	484.0/452.9	-24	-19	-30	484.0/285.9	-24	-16	-30
21	灭幼脲	chlorbenzuron	正	19.26	309.0/156.0	-21	-17	-18	309.0/111.0	-10	-45	-23
22	氟啶脲	chlorfluazuron	正	23.56	540.0/382.9	-26	-21	-27	540.0/158.0	-26	-20	-30
23	氯噻磺隆	chlorimuron-ethyl	正	15.04	415.1/186.0	-20	-20	-19	415.1/83.1	-20	-43	-15
24	毒死蜱	chlorpyrifos	正	22.96	351.9/199.9	-27	-18	-21	351.9/97.0	-27	-25	-18
25	甲基毒死蜱	chlorpyrifos-methyl	正	21.38	321.9/125.1	-22	-23	-23	324.0/125.1	-28	-15	-24
26	氯磺隆	chlorsulfuron	正	7.78	358.1/141.1	-18	-17	-15	358.1/167.0	-17	-18	-30
27	绿麦隆	chlortoluron	正	9.40	213.1/72.0	-10	-40	-16	213.1/46.1	-13	-25	-19
28	醚磺隆	cinosulfuron	正	6.70	414.1/183.1	-20	-30	-19	414.1/157.1	-20	-15	-16
29	噻虫胺	clothianidin	正	4.69	250.0/169.1	-29	-12	-17	250.0/132.0	-29	-14	-24
30	氰草津	cyanazine	正	6.90	241.1/104.0	-30	-31	-19	241.1/68.1	-30	-39	-27
31	氰霜唑	cyazofamid	正	17.66	325.0/108.1	-11	-12	-21	325.0/261.1	-24	-11	-30
32	环丙嘧磺隆	cyclosulfamuron	正	17.28	422.2/261.0	-30	-17	-27	422.2/218.1	-30	-28	-22
33	噻草酮	cycloxydim	正	21.78	326.2/280.2	-12	-12	-21	326.2/180.2	-12	-20	-14
34	啉菌环胺	cyprodinil	正	19.60	226.1/93.1	-30	-34	-16	226.1/108.1	-30	-27	-19
35	溴氰菊酯	deltamethrin	正	23.78	523.0/281.0	-36	-16	-22	523.0/506.0	-38	-11	-28
36	二嗪磷	diazinon	正	20.39	305.0/169.1	-30	-15	-18	305.0/153.1	-30	-20	-16
37	敌敌畏	dichlorvos	正	7.12	238.0/109.1	-12	-21	-20	238.0/220.9	-12	-11	-15
38	禾草灵	diclofop-methyl	正	22.45	358.0/281.0	-25	-15	-22	358.0/120.2	-18	-27	-26

表 B.1 (续)

序号	农药中文名	农药英文名	电离方式	保留时间 min	离子对 I m/z	Q1 偏置 电压 V	碰撞能 eV	Q3 偏置 电压 V	离子对 II m/z	Q1 偏置 电压 V	碰撞能 eV	Q3 偏置 电压 V
39	苯醚甲环唑 ^b	difenoconazole	正	21.30/21.41	406.1/251.0	-30	-25	-27	406.1/337.1	-30	-17	-24
40	除虫脲	diflubenzuron	正	18.01	311.0/158.0	-11	-15	-30	311.0/141.2	-11	-24	-11
41	吡氟酰草胺	diflufenican	正	21.82	395.1/266.0	-14	-35	-21	395.1/246.0	-14	-34	-19
42	二甲吩草胺	dimethenamid	正	13.37	276.1/244.1	-14	-23	-25	276.1/168.1	-14	-30	-17
43	乐果	dimethoate	正	5.00	230.0/199.0	-26	-15	-21	230.0/125.0	-26	-30	-22
44	烯酰吗啉	dimethomorph	正	15.04	388.1/301.0	-19	-30	-21	388.1/165.1	-19	-25	-30
45	呋虫胺	dinotefuran	正	3.86	203.1/129.1	-22	-12	-22	203.1/113.1	-22	-10	-12
46	甲氨基阿维菌素 苯甲酸盐	emamectin benzoate	正	22.45	886.5/158.1	-40	-25	-17	886.5/82.1	-40	-55	-15
47	烯啟菌酯	enestroburin	正	22.57	400.1/178.0	-19	-25	-14	400.1/137.0	-15	-15	-16
48	氟环唑	epoxiconazole	正	17.21	330.1/121.2	-12	-20	-26	330.0/101.0	-12	-43	-21
49	灭线磷	ethoprophos	正	16.50	243.1/131.0	-26	-20	-23	243.1/97.0	-27	-32	-17
50	乙氧磺隆	ethoxysulfuron	正	14.88	399.1/261.0	-20	-15	-29	399.1/218.0	-20	-26	-23
51	醚菊酯	etofenprox	正	24.65	394.0/177.1	-19	-26	-20	394.0/107.0	-19	-33	-19
52	乙唑啉	etoxazole	正	23.29	360.1/141.1	-30	-13	-26	360.1/113.1	-30	-35	-21
53	仲丁威	fenobucarb	正	12.36	208.1/95.0	-10	-30	-20	208.1/152.0	-18	-15	-12
54	苯硫威	fenothiocarb	正	18.75	254.1/72.1	-13	-10	-28	254.1/160.1	-13	-14	-16
55	苯氧威	fenoxycarb	正	18.91	302.1/88.1	-15	-21	-16	302.1/116.1	-15	-10	-12
56	唑啉酯	fenpyroximate	正	23.67	422.2/366.1	-30	-30	-26	422.2/138.1	-30	-25	-26
57	氟虫脒	fipronil	负	18.08	435.0/330.0	10	16	21	435.0/250.0	10	28	24
	氟甲脒	fipronil desulfinyl	负	17.52	387.0/351.0	14	17	23	387.0/282.0	14	32	17
	氟虫脒硫酸酯	fipronil sulfide	负	19.23	419.0/262.0	16	29	16	419.0/383.0	12	13	17
58	氟虫脒砒	fipronil sulfone	负	20.11	451.0/415.0	17	17	19	451.0/282.0	17	27	18
	氟唑磺隆	flucarbazone-Sodium	正	4.77	397.1/130.2	-11	-21	-16	397.1/115.2	-19	-50	-23
59	氟吡磺隆	flucetosulfuron	正	12.27	488.0/156.0	-25	-21	-28	488.0/273.0	-25	-26	-28

表 B.1 (续)

序号	农药中文名	农药英文名	电离方式	保留时间 min	离子对 I m/z	Q1 偏置 电压 V	碰撞能 eV	Q3 偏置 电压 V	离子对 II m/z	Q1 偏置 电压 V	碰撞能 eV	Q3 偏置 电压 V
60	氟氰戊菊酯	flucythrinate	正	23.16	469.0/412.0	-23	-14	-22	469.0/181.0	-30	-36	-10
61	咯菌腈	fludioxonil	正	14.42	266.1/229.0	-10	-14	-18	266.1/158.0	-10	-46	-19
62	氟啶草胺	flufenacet	正	16.59	364.0/152.1	-19	-30	-15	364.0/194.1	-19	-16	-20
63	啶嘧磺草胺	flumetsulam	正	4.73	326.1/129.1	-12	-15	-25	326.1/109.0	-12	-51	-23
64	氟硅唑	flusilazole	正	18.00	316.1/247.1	-30	-18	-27	316.1/165.1	-30	-29	-30
65	地虫硫磷	fonofos	正	20.04	247.1/109.0	-27	-19	-19	247.1/137.1	-26	-10	-14
66	氟吡啶	forchlorfenuron	正	10.66	248.1/129.1	-30	-17	-23	248.1/93.1	-30	-34	-17
67	噻唑磷	fosthiazate	正	8.99	284.1/228.0	-30	-15	-24	284.1/104.1	-30	-21	-19
68	吡啶威	furathiocarb	正	22.35	383.2/252.1	-27	-13	-27	383.2/195.0	-27	-10	-21
69	氟吡啶磺隆	halosulfuron-methyl	正	14.09	435.0/182.0	-16	-21	-21	435.0/139.0	-10	-40	-16
70	己唑醇	hexaconazole	正	19.89	314.1/70.2	-15	-21	-28	314.1/159.2	-15	-29	-30
71	吡虫啉	imidacloprid	正	4.59	256.1/175.1	-29	-17	-18	256.1/209.1	-29	-14	-22
72	甲基磺隆钠盐	iodosulfuron-methyl-sodium	正	11.02	507.9/167.0	-20	-19	-19	507.9/83.0	-26	-53	-15
73	异菌脲	iprodione	正	17.42	330.1/245.0	-13	-16	-25	330.1/288.0	-25	-14	-20
74	氟唑磷	isazofos	正	16.33	316.0/164.0	-11	-16	-19	316.0/122.0	-11	-26	-10
75	甲基异柳磷	isofenphos-methyl	正	19.57	332.1/231.0	-23	-14	-25	332.1/121.1	-23	-33	-22
76	异丙威	isoprocarb	正	9.66	194.1/95.0	-21	-30	-17	194.1/137.1	-22	-15	-14
77	依维菌素	ivermectin	正	24.74	892.5/569.2	-26	-16	-40	892.5/307.1	-26	-28	-20
78	利谷隆	linuron	正	13.20	249.0/160.1	-27	-17	-17	249.0/182.1	-28	-14	-19
79	虱螨脲	lufenuron	负	22.81	509.0/326.0	36	17	21	509.0/339.0	36	11	22
80	马拉硫磷	malathion	正	15.16	331.0/127.1	-17	-12	-13	331.0/125.0	-12	-26	-25
81	苯噻酰草胺	mefenacet	正	16.29	299.1/148.1	-15	-21	-15	299.1/120.1	-15	-40	-21
82	甲基二磺隆	mesosulfuron-methyl	正	10.05	504.1/182.1	-34	-25	-18	504.1/139.0	-34	-52	-26
83	嘧啶磺草胺	metamifop	正	22.32	441.1/288.0	-16	-24	-16	441.1/180.0	-21	-19	-21

表 B.1 (续)

序号	农药中文名	农药英文名	电离方式	保留时间 min	离子对 I m/z	Q1 偏置 电压 V	碰撞能 eV	Q3 偏置 电压 V	离子对 II m/z	Q1 偏置 电压 V	碰撞能 eV	Q3 偏置 电压 V
84	吡啶草胺	metazachlor	正	10.09	278.1/210.1	-30	-14	-22	278.1/134.1	-30	-35	-24
85	噻吡嘧磺隆	metazosulfuron	正	11.51	476.1/182.0	-17	-21	-21	476.1/295.0	-17	-16	-23
86	甲胺磷	methamidophos	正	3.33	142.1/94.0	-16	-15	-17	142.1/125.1	-16	-16	-23
87	甲硫威	methiocarb	正	13.45	226.1/169.1	-25	-19	-18	226.1/121.1	-25	-25	-23
	甲硫威砒	methiocarb sulfone	正	5.15	258.1/122.1	-13	-23	-24	258.1/201.1	-29	-8	-14
	甲硫威亚砒	methiocarb sulfoxide	正	4.76	242.1/185.1	-30	-24	-19	242.1/122.1	-11	-40	-26
88	灭多威	methomyl	正	4.24	163.1/88.0	-18	-8	-16	163.1/106.1	-18	-10	-19
89	异丙甲草胺	metolachlor	正	17.20	284.1/252.1	-30	-25	-27	284.1/176.2	-30	-20	-19
90	速灭威	metolcarb	正	6.67	166.1/109.1	-18	-20	-20	166.1/107.1	-18	-15	-19
91	噻草酮	metribuzin	正	7.47	215.1/187.1	-25	-18	-18	215.1/84.1	-25	-21	-30
92	甲磺隆	metasulfuron-methyl	正	7.23	382.1/167.1	-14	-12	-13	382.1/199.0	-13	-20	-15
93	禾草敌	molinate	正	14.62	188.1/126.1	-21	-13	-13	188.1/98.1	-20	-20	-18
94	久效磷	monocrotophos	正	4.23	224.1/127.1	-18	-20	-15	224.1/193.0	-15	-9	-22
95	单噻磺隆	monosulfuron	正	6.09	338.1/136.1	-17	-19	-27	338.1/110.0	-12	-21	-21
96	敌草胺	napropamide	正	17.14	272.2/129.2	-30	-16	-23	272.2/171.1	-30	-17	-18
97	烟嘧磺隆	nicosulfuron	正	6.96	411.1/182.1	-21	-20	-19	411.1/213.0	-21	-17	-22
98	氧乐果	omethoate	正	3.77	214.1/183.0	-23	-10	-19	214.1/155.0	-23	-14	-28
99	噻苯胺磺隆	orthosulfamuron	正	10.66	425.0/199.1	-30	-13	-21	425.0/227.0	-30	-15	-24
100	氯草酮	oxadiazon	正	22.58	345.0/303.0	-16	-13	-13	345.0/220.0	-24	-18	-23
6	杀线威	oxamyl	正	4.00	237.1/72.0	-12	-10	-15	237.1/90.1	-12	-8	-20
	杀线威胍	oxamyl oxime	正	3.78	163.0/72.1	-11	-12	-16	163.0/90.0	-11	-18	-20
102	对硫磷	parathion	正	18.94	292.0/236.2	-11	-15	-23	292.0/264.0	-11	-10	-26
103	二甲戊灵	pendimethalin	正	23.08	282.2/212.1	-30	-10	-23	282.2/194.0	-30	-18	-20
104	五氟磺草胺	penoxsulam	正	8.93	484.1/195.0	-11	-27	-15	484.1/444.0	-18	-25	-18
105	氯菊酯 ^b	permethrin	正	24.21/24.49	408.2/183.1	-14	-14	-20	408.2/355.2	-21	-8	-27

表 B.1 (续)

序号	农药中文名	农药英文名	电离方式	保留时间 min	离子对 I m/z	Q1 偏置 电压 V	碰撞能 eV	Q3 偏置 电压 V	离子对 II m/z	Q1 偏置 电压 V	碰撞能 eV	Q3 偏置 电压 V
106	甲拌磷	phorate	正	20.69	261.0/75.0	-29	-10	-30	261.0/47.0	-17	-55	-11
	甲拌磷砒	phorate sulfone	正	9.75	293.0/171.1	-22	-9	-19	293.0/115.0	-22	-24	-20
	甲拌磷亚砒	phorate sulfoxide	正	9.23	277.0/199.0	-10	-10	-15	277.0/96.9	-10	-34	-19
107	磷胺 ^b	phosphamidon	正	7.15/7.43	224.0/41.0	-16	-42	-18	224.0/39.0	-11	-55	-17
108	辛硫磷	phoxim	正	21.17	299.0/77.1	-30	-20	-30	299.0/129.1	-30	-25	-13
109	氟吡呋草胺	picolinafen	正	22.63	377.1/238.1	-19	-40	-24	377.1/359.1	-19	-25	-17
110	增效醚	piperonyl butoxide	正	22.65	356.3/177.1	-24	-31	-19	356.3/119.0	-24	-22	-22
111	抗蚜威	pirimicarb	正	8.77	239.2/72.1	-30	-40	-30	239.2/182.2	-30	-19	-30
112	丙草胺	pretilachlor	正	21.73	312.2/252.2	-15	-29	-28	312.2/176.2	-15	-35	-18
113	丙溴磷	profenofos	正	22.07	372.9/302.8	-18	-25	-30	372.9/345.0	-18	-20	-24
114	猛杀威	promecarb	正	14.06	208.2/109.1	-22	-10	-19	208.2/151.1	-22	-15	-16
115	扑草净	prometryn	正	16.23	242.2/158.1	-30	-15	-29	242.2/200.2	-30	-12	-22
116	毒草胺	propachlor	正	10.24	212.1/170.0	-30	-22	-18	212.1/94.1	-30	-20	-18
117	炔螨特	propargite	正	23.19	368.2/231.2	-26	-17	-25	368.2/175.2	-26	-10	-19
118	异丙草胺	propisochlor	正	19.39	284.1/224.1	-20	-9	-24	284.1/73.1	-20	-12	-29
119	残杀威	propoxur	正	7.26	210.1/111.1	-23	-13	-20	210.1/168.1	-23	-7	-18
120	丙啶嘧磺隆	propyrisulfuron	正	15.43	456.0/261.0	-17	-16	-28	456.0/196.0	-17	-15	-20
121	炔苯酰草胺	propyzamide	正	14.55	256.1/190.0	-28	-13	-20	256.1/173.0	-28	-20	-18
122	吡啶醚菌酯	pyraclostrobin	正	21.14	388.1/194.1	-19	-20	-21	388.1/163.1	-19	-35	-30
123	吡啶磺隆	pyrazosulfuron-ethyl	正	20.24	415.1/182.1	-21	-18	-19	415.1/139.1	-21	-42	-24
124	吡嗪灵	pyridaben	正	23.82	365.1/147.1	-18	-42	-27	365.1/309.0	-18	-23	-22
125	噻霉胺	pyrimethanil	正	13.48	200.1/107.0	-30	-25	-19	200.1/168.1	-30	-29	-30
126	唑禾灵	quizalofop-ethyl	正	22.19	373.0/299.0	-13	-28	-20	373.0/270.9	-11	-26	-28
127	氟啶磺隆	rimsulfuron	正	8.28	454.1/299.0	-22	-19	-21	454.1/178.1	-22	-19	-19
128	苯嘧磺草胺	saflufenacil	正	12.34	501.1/349.0	-20	-28	-23	501.1/459.0	-40	-15	-21

表 B.1 (续)

序号	农药中文名	农药英文名	电离方式	保留时间 min	离子对 I m/z	Q1 偏置 电压 V	碰撞能 eV	Q3 偏置 电压 V	离子对 II m/z	Q1 偏置 电压 V	碰撞能 eV	Q3 偏置 电压 V
129	烯禾啉	sethoxydim	正	22.37	328.1/178.1	-12	-19	-21	328.1/282.2	-12	-12	-22
130	西玛津	simazine	正	7.93	202.1/132.0	-30	-19	-25	202.1/124.1	-30	-17	-23
131	西草净	simetryn	正	9.96	214.2/68.2	-24	-30	-27	214.2/96.2	-25	-24	-21
132	甲磺草胺	sulfentrazone	负	7.88	385.0/307.1	18	23	21	385.0/199.0	18	35	20
133	戊唑醇	tebuconazole	正	18.96	308.1/70.1	-11	-23	-15	308.1/125.0	-11	-31	-25
134	虫酰肼	tebufenozide	正	18.87	353.2/133.1	-18	-20	-24	353.2/297.1	-18	-8	-15
135	特丁硫磷	terbufos	正	22.38	289.0/103.2	-14	-9	-18	289.0/57.1	-14	-24	-24
	特丁硫磷砒	terbufos sulfone	正	12.92	321.0/171.0	-22	-12	-17	321.0/115.0	-22	-26	-24
	特丁硫磷亚砒	terbufos sulfoxide	正	12.76	305.0/186.9	-30	-20	-30	305.0/97.0	-30	-52	-10
136	特丁津	terbuthylazine	正	14.06	230.1/174.1	-10	-25	-20	230.1/104.1	-15	-25	-22
137	噻虫嗪	thiamethoxam	正	4.20	292.0/211.1	-30	-20	-22	292.0/181.1	-30	-30	-19
138	噻啉磺隆	thiencarbazone-methyl	正	5.58	391.0/359.0	-14	-10	-24	391.0/130.0	-14	-15	-22
139	噻吩磺隆	thifensulfuron-methyl	正	6.95	388.1/167.1	-19	-16	-18	388.1/141.1	-19	-22	-27
140	三唑酮	triazimefon	正	14.96	294.1/69.2	-21	-22	-26	294.1/197.1	-21	-15	-21
141	三唑醇	triazimenol	正	15.29	296.1/70.1	-10	-21	-15	296.1/99.2	-14	-16	-20
142	醚苯磺隆	triasulfuron	正	7.17	402.1/167.1	-20	-18	-30	402.1/141.1	-20	-20	-26
143	三唑磷	triazophos	正	16.71	314.1/162.2	-23	-35	-17	314.1/119.2	-23	-25	-21
144	苯磺隆	tribenuron-methyl	正	10.77	396.1/155.0	-19	-30	-30	396.0/181.0	-19	-30	-28
145	氟胺磺隆	triflusulfuron-methyl	正	15.32	493.1/264.1	-18	-15	-29	493.1/96.1	-18	-54	-18
146	三氟甲磺隆	tritosulfuron	正	9.67	446.0/195.0	-16	-20	-23	446.0/221.0	-21	-19	-12
147	烯效唑	uniconazole	正	15.42	292.1/70.1	-21	-24	-27	292.1/125.0	-21	-28	-23

^a 不同品牌的色谱柱和仪器保留时间、离子对和质谱参数可能会有差异,根据实际情况进行调整。

^b 该农药在本文件参考仪器条件下有 2 个色谱峰,分别为其顺反异构体或非对映异构体,定量时需将峰面积加和后计算。

附录 C

(资料性)

147 种农药及其代谢物的多反应监测(MRM)质量色谱图

147 种农药及其代谢物的多反应监测(MRM)质量色谱图见图 C.1。

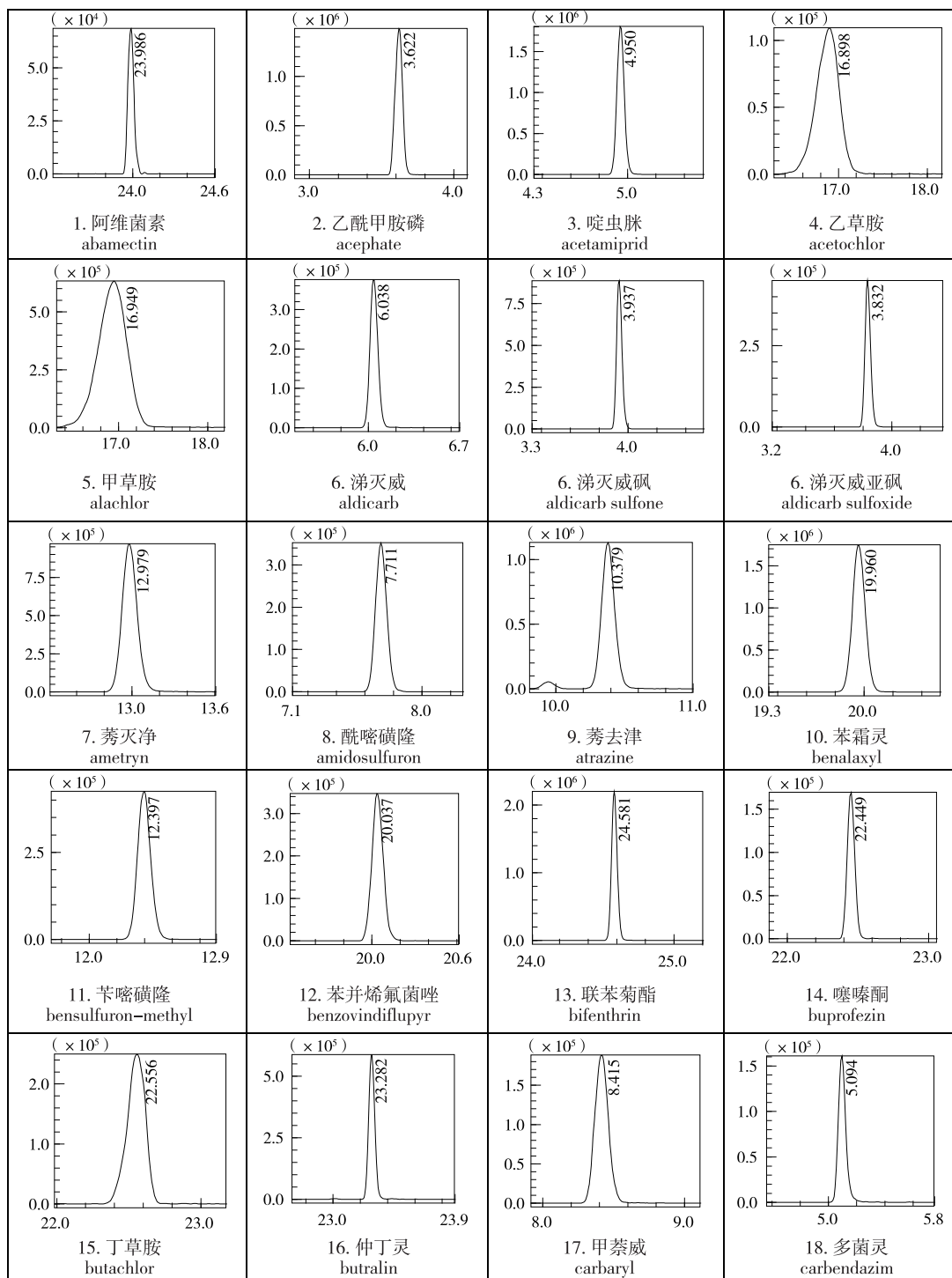


图 C.1 147 种农药及其代谢物的多反应监测(MRM)质量色谱图

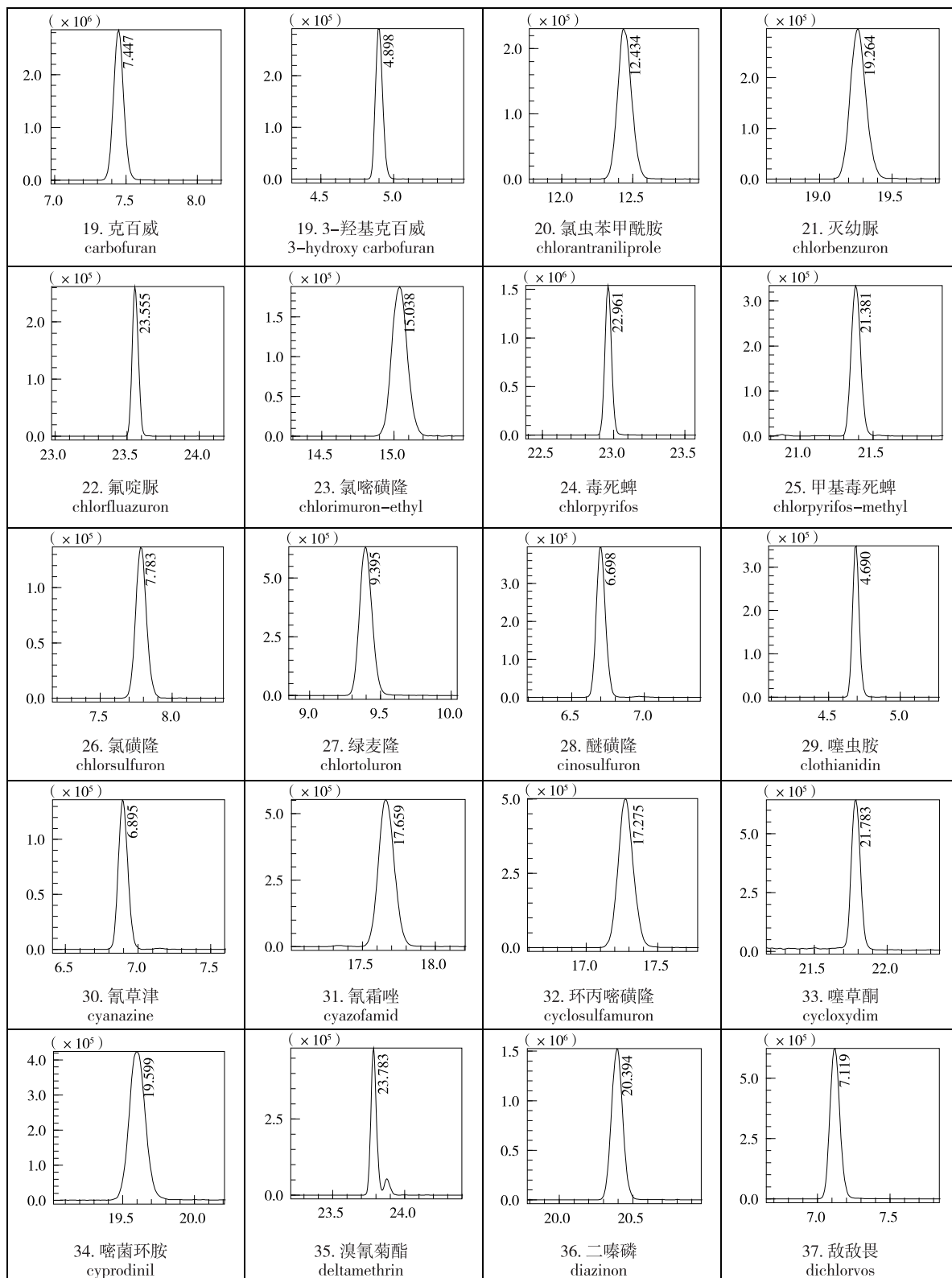


图 C.1 (续)

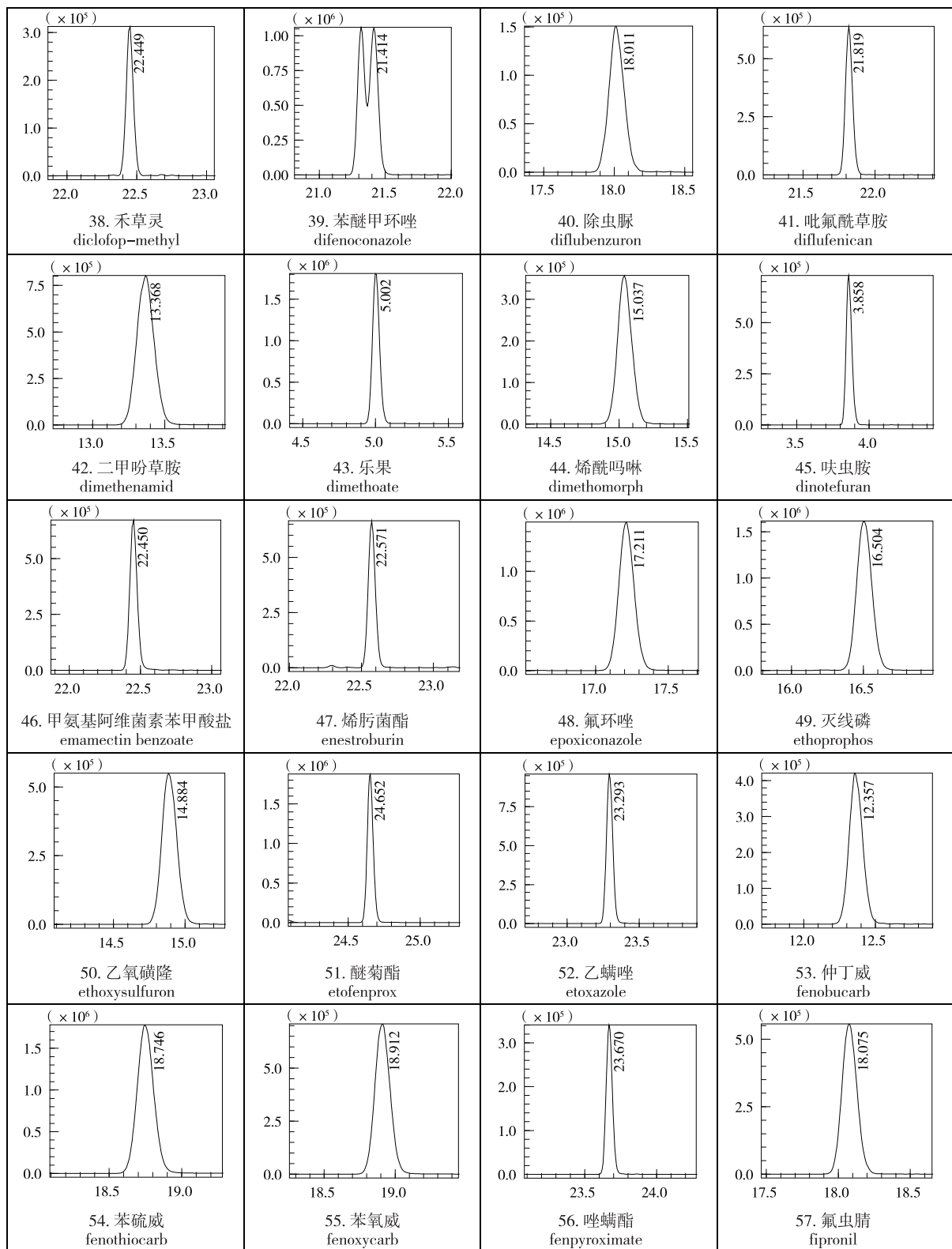


图 C. 1 (续)

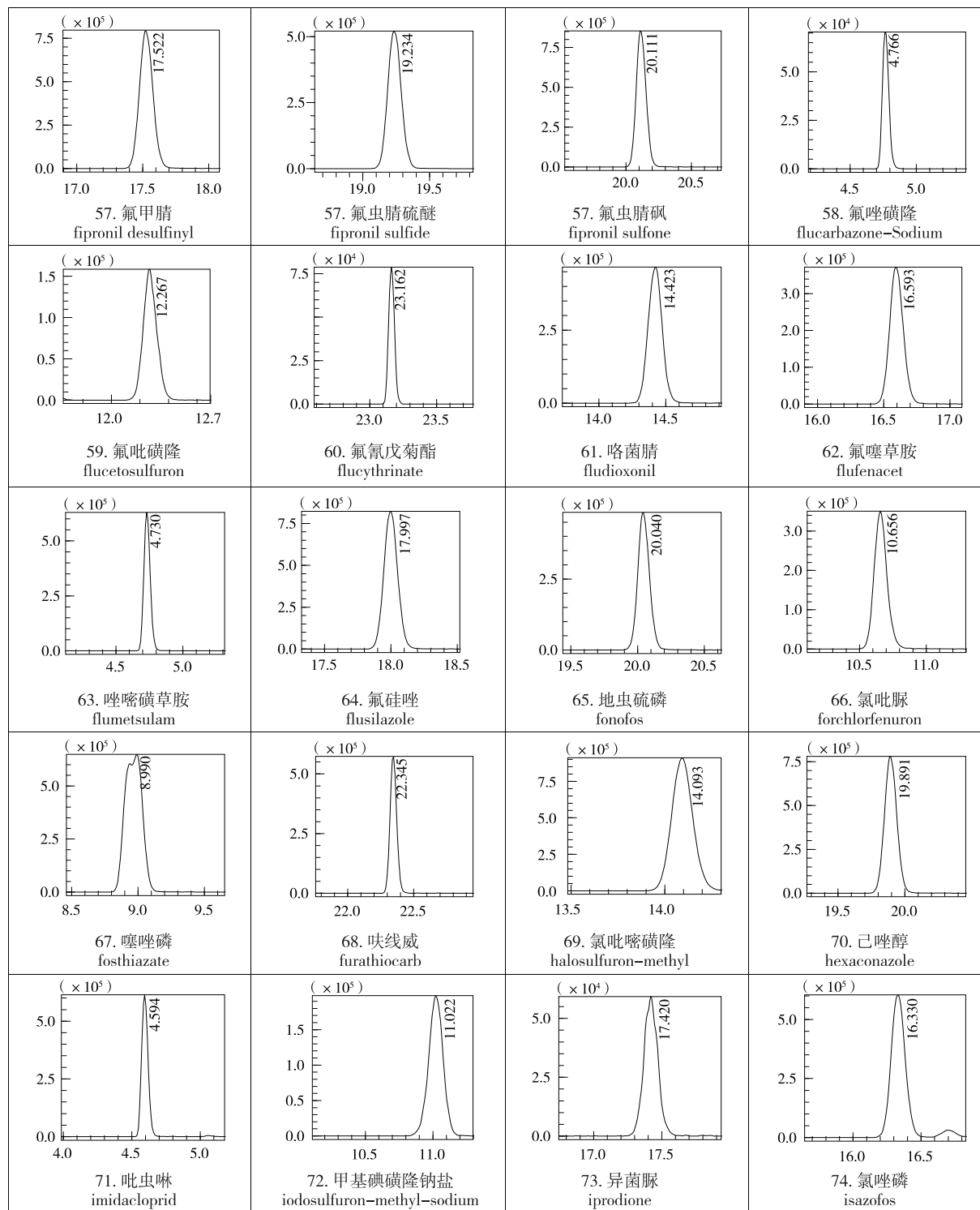


图 C.1 (续)

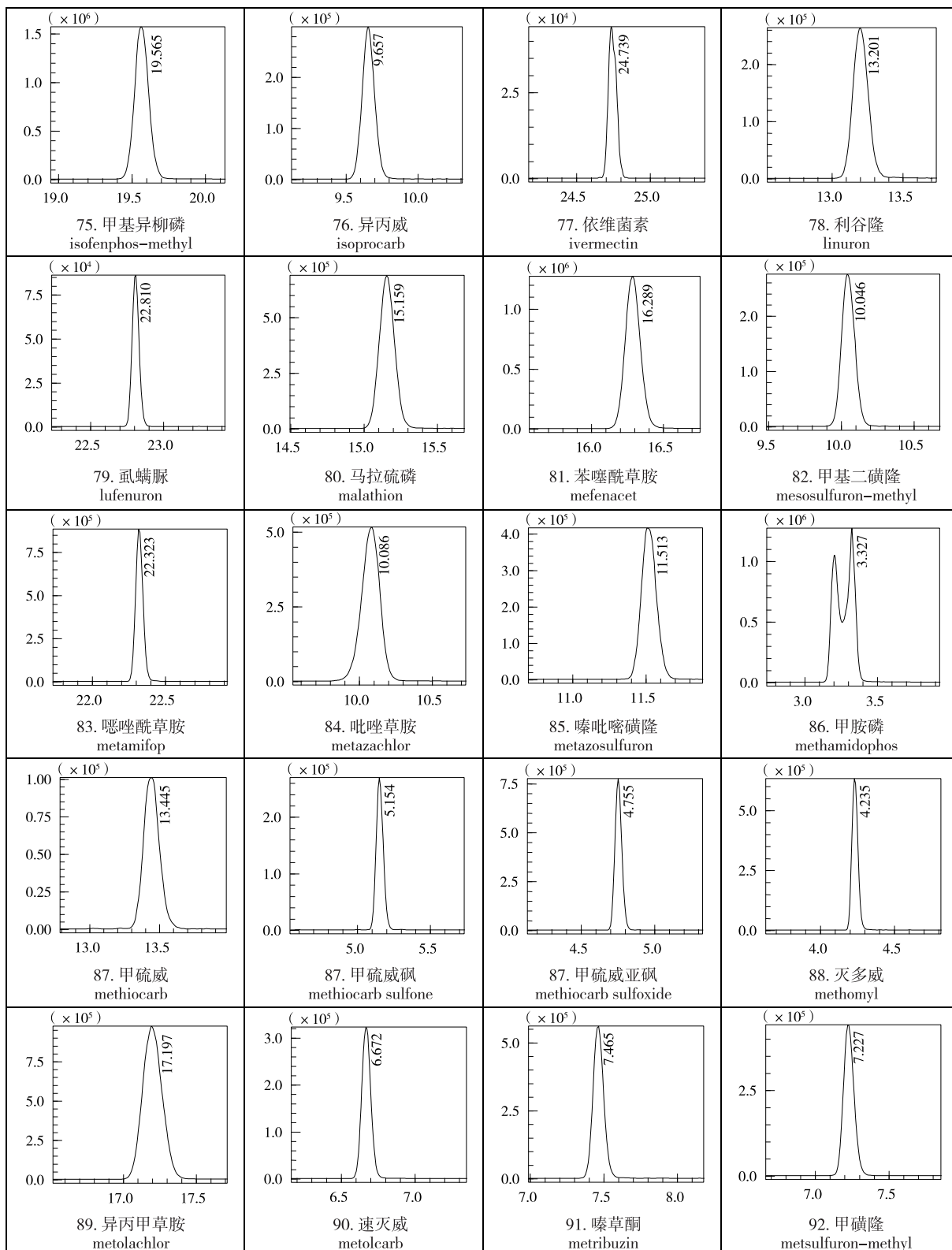


图 C. 1 (续)

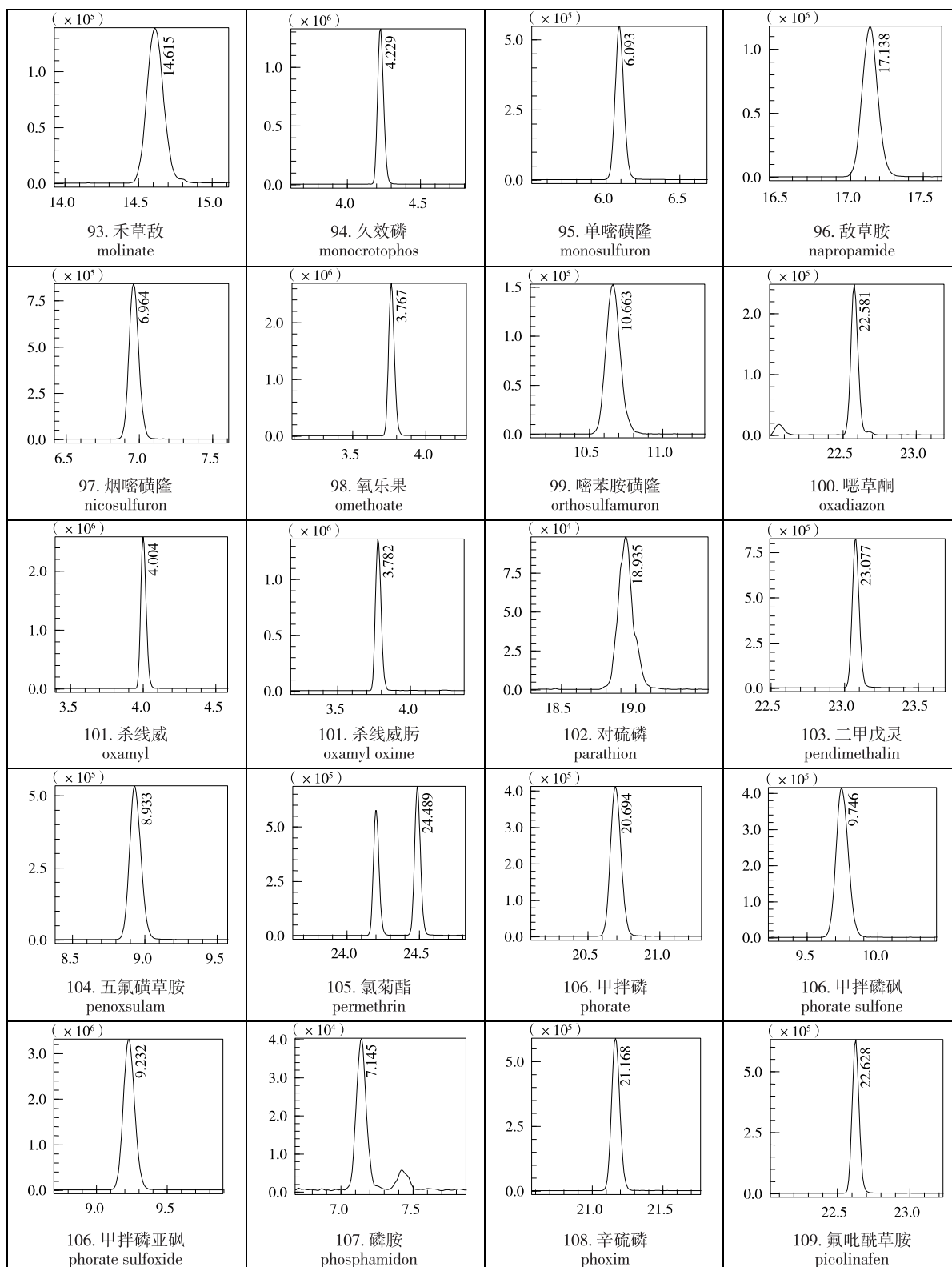


图 C. 1 (续)

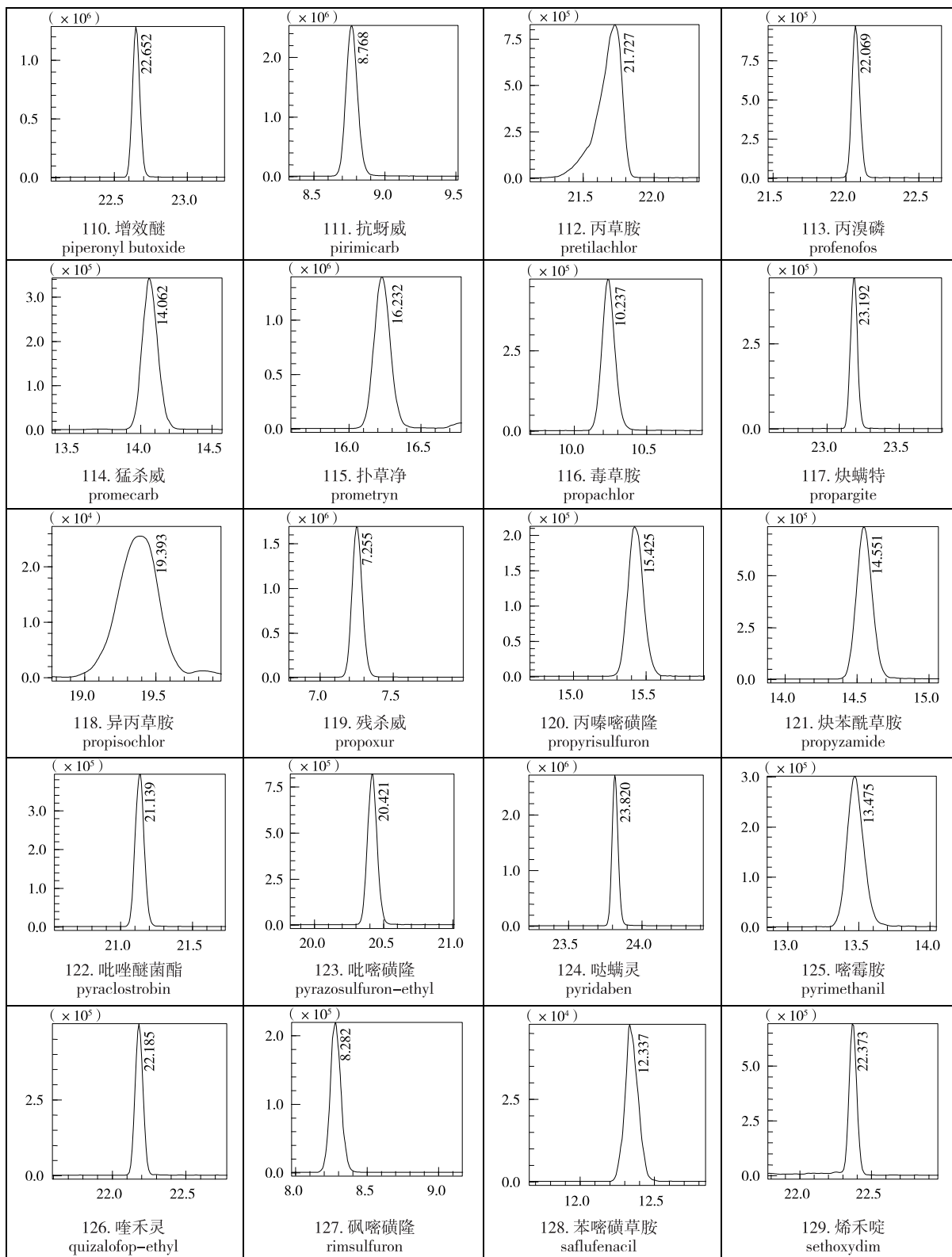


图 C. 1 (续)

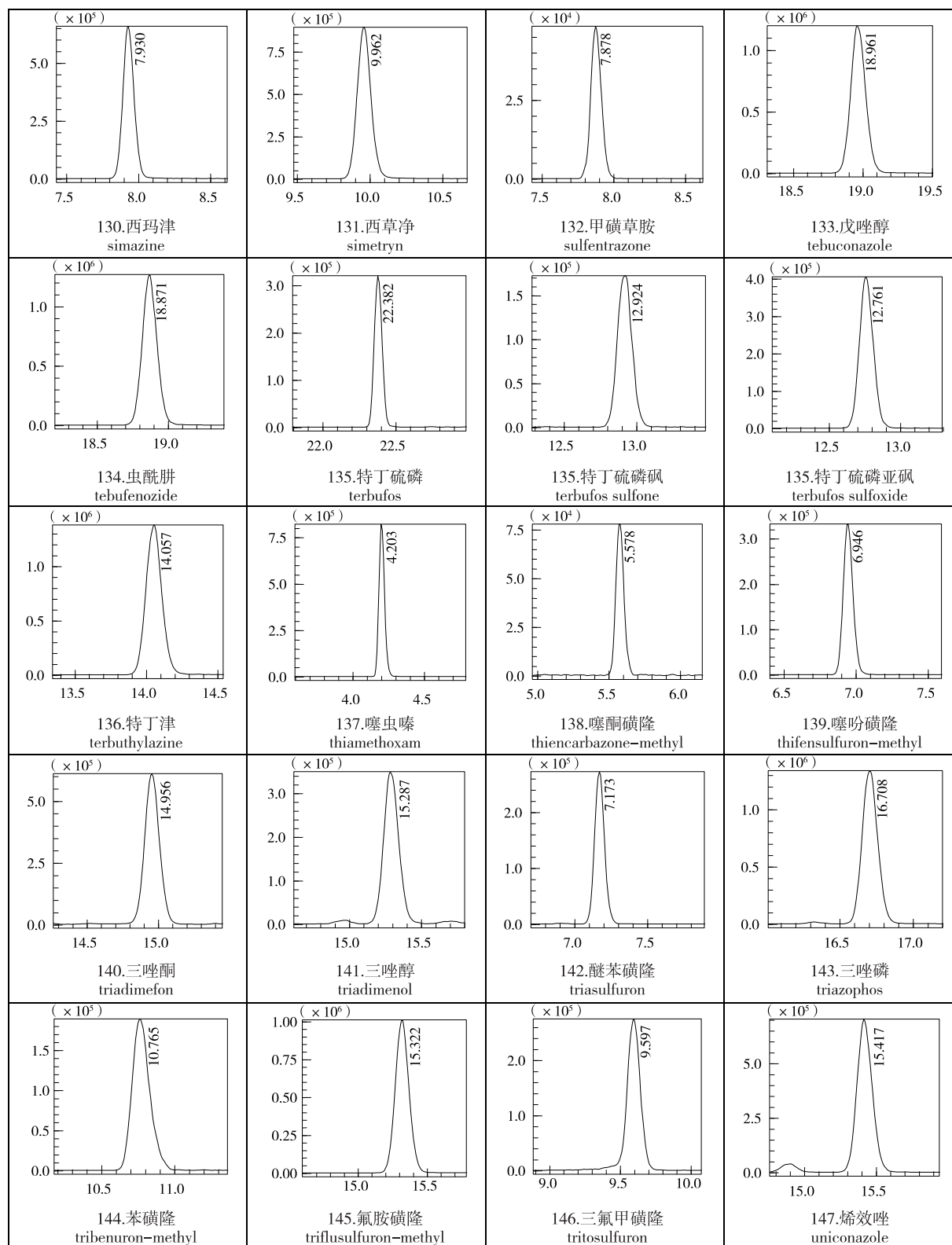


图 C.1 (续)

附 录 D

(资料性)

147 种农药及其代谢物精密度数据

重复性限(r)要求见表 D.1,再现性限(R)要求见表 D.2。表 D.1 147 种农药及其代谢物的重复性限(r)

序号	中文名称	英文名称	重复性限(r)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
1	阿维菌素	abamectin	0.001 0	0.005 8	0.049
2	乙酰甲胺磷	acephate	0.000 4	0.001 8	0.037
3	啶虫脒	acetamiprid	0.000 6	0.003 7	0.022
4	乙草胺	acetochlor	0.000 3	0.004 1	0.029
5	甲草胺	alachlor	0.000 9	0.006 2	0.028
6	涕灭威	aldicarb	0.000 2	0.007 4	0.044
	涕灭威砒	aldicarb sulfone	0.000 5	0.003 8	0.026
	涕灭威亚砒	aldicarb sulfoxide	0.000 5	0.004 5	0.024
7	莠灭净	ametryn	0.000 4	0.002 6	0.029
8	酰嘧磺隆	amidosulfuron	0.000 7	0.002 6	0.029
9	莠去津	atrazine	0.000 3	0.002 8	0.028
10	苯霜灵	benalaxyl	0.000 6	0.002 4	0.026
11	苄嘧磺隆	bensulfuron-methyl	0.000 6	0.002 6	0.028
12	苯并烯氟菌唑	benzovindiflupyr	0.000 5	0.005 5	0.033
13	联苯菊酯	bifenthrin	0.000 7	0.005 1	0.049
14	噁嗪酮	buprofezin	0.000 6	0.004 4	0.026
15	丁草胺	butachlor	0.000 7	0.005 5	0.046
16	仲丁灵	butralin	0.000 4	0.004 1	0.039
17	甲萘威	carbaryl	0.000 4	0.004 1	0.027
18	多菌灵	carbendazim	0.000 7	0.001 7	0.029
19	克百威	carbofuran	0.000 3	0.001 3	0.030
	3-羟基克百威	3-hydroxy carbofuran	0.000 7	0.004 2	0.025
20	氯虫苯甲酰胺	chlorantraniliprole	0.000 5	0.004 2	0.032
21	灭幼脲	chlorbenzuron	0.000 7	0.004 4	0.035
22	氟啶脲	chlorfluazuron	0.000 9	0.005 3	0.036
23	氯嘧磺隆	chlorimuron-ethyl	0.000 4	0.002 6	0.025
24	毒死蜱	chlorpyrifos	0.000 6	0.004 4	0.040
25	甲基毒死蜱	chlorpyrifos-methyl	0.000 4	0.003 6	0.032
26	氯磺隆	chlorsulfuron	0.000 4	0.005 5	0.028
27	绿麦隆	chlortoluron	0.000 3	0.003 0	0.027
28	醚磺隆	cinosulfuron	0.000 4	0.001 9	0.026

表 D.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	重复性限(<i>r</i>)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
29	噻虫胺	clothianidin	0.000 7	0.003 6	0.019
30	氰草津	cyanazine	0.000 4	0.004 8	0.039
31	氰霜唑	cyazofamid	0.000 3	0.004 2	0.031
32	环丙嘧磺隆	cyclosulfamuron	0.000 4	0.003 2	0.034
33	噻草酮	cycloxydim	0.000 8	0.004 4	0.025
34	嘧菌环胺	cyprodinil	0.000 4	0.002 8	0.033
35	溴氰菊酯	deltamethrin	0.000 5	0.004 2	0.035
36	二嗪磷	diazinon	0.000 4	0.002 9	0.014
37	敌敌畏	dichlorvos	0.000 4	0.003 3	0.019
38	禾草灵	diclofop-methyl	0.001 2	0.006 0	0.039
39	苯醚甲环唑	difenoconazole	0.000 4	0.002 6	0.036
40	除虫脲	diflubenzuron	0.000 7	0.004 7	0.031
41	吡氟酰草胺	diflufenican	0.000 9	0.002 1	0.027
42	二甲吩草胺	dimethenamid	0.000 4	0.003 7	0.023
43	乐果	dimethoate	0.000 4	0.002 7	0.023
44	烯酰吗啉	dimethomorph	0.000 4	0.003 5	0.025
45	呋虫胺	dinotefuran	0.000 4	0.002 7	0.035
46	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	emamectin benzoate	0.000 6	0.002 2	0.074
47	烯肟菌酯	enestroburin	0.000 4	0.004 7	0.026
48	氟环唑	epoxiconazole	0.000 5	0.005 0	0.027
49	灭线磷	ethoprophos	0.000 6	0.003 1	0.022
50	乙氧磺隆	ethoxysulfuron	0.000 5	0.003 5	0.025
51	醚菊酯	etofenprox	0.000 4	0.003 8	0.039
52	乙螨唑	etoxazole	0.000 5	0.002 1	0.035
53	仲丁威	fenobucarb	0.000 4	0.003 6	0.027
54	苯硫威	fenothiocarb	0.000 3	0.004 3	0.021
55	苯氧威	fenoxycarb	0.000 6	0.003 9	0.025
56	啞螨酯	fenpyroximate	0.000 7	0.002 5	0.041
57	氟虫腈	fipronil	0.000 4	0.002 6	0.024
	氟甲腈	fipronil desulfinyl	0.000 4	0.002 4	0.030
	氟虫腈硫醚	fipronil sulfide	0.000 6	0.005 5	0.035
	氟虫腈砒	fipronil sulfone	0.000 7	0.002 3	0.064
58	氟唑磺隆	Flucarbazone-Sodium	0.000 3	0.016 0	0.026
59	氟吡磺隆	flucetosulfuron	0.000 8	0.003 2	0.040
60	氟氰戊菊酯	flucythrinate	0.001 4	0.003 5	0.037
61	咯菌腈	fludioxonil	0.001 0	0.003 1	0.034
62	氟噻草胺	flufenacet	0.000 5	0.003 6	0.038
63	啞嘧磺草胺	flumetsulam	0.001 0	0.004 4	0.024

表 D.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	重复性限(<i>r</i>)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
64	氟硅唑	flusilazole	0.000 6	0.002 8	0.032
65	地虫硫磷	fonofos	0.000 5	0.003 4	0.014
66	氯吡啶	forchlorfenuron	0.000 6	0.002 7	0.023
67	噻唑磷	fosthiazate	0.000 4	0.002 5	0.029
68	呋线威	furathiocarb	0.000 6	0.002 4	0.057
69	氯吡嘧磺隆	halosulfuron-methyl	0.000 4	0.002 9	0.029
70	己唑醇	hexaconazole	0.000 5	0.004 6	0.037
71	吡虫啉	imidacloprid	0.000 7	0.005 0	0.051
72	甲基碘磺隆钠盐	iodosulfuron-methyl-sodium	0.000 6	0.002 5	0.028
73	异菌脲	iprodione	0.000 6	0.003 0	0.028
74	氯唑磷	isazofos	0.000 5	0.002 3	0.019
75	甲基异柳磷	isofenphos-methyl	0.000 4	0.003 9	0.045
76	异丙威	isoprocarb	0.000 4	0.002 4	0.028
77	依维菌素	ivermectin	0.000 5	0.003 2	0.035
78	利谷隆	linuron	0.000 4	0.003 9	0.021
79	虱螨脲	lufenuron	0.001 0	0.006 4	0.046
80	马拉硫磷	malathion	0.000 3	0.003 1	0.026
81	苯噻酰草胺	mefenacet	0.000 5	0.002 3	0.043
82	甲基二磺隆	mesosulfuron-methyl	0.000 6	0.004 3	0.025
83	噁唑酰草胺	metamifop	0.001 0	0.004 9	0.031
84	吡唑草胺	metazachlor	0.000 4	0.003 6	0.024
85	噻吡嘧磺隆	metazosulfuron	0.000 6	0.004 8	0.027
86	甲胺磷	methamidophos	0.000 4	0.004 0	0.029
87	甲硫威	methiocarb	0.000 4	0.003 4	0.027
	甲硫威砒	methiocarb sulfone	0.000 7	0.005 1	0.032
	甲硫威亚砒	methiocarb sulfoxide	0.000 6	0.001 8	0.026
88	灭多威	methomyl	0.000 6	0.001 8	0.047
89	异丙甲草胺	metolachlor	0.000 3	0.002 1	0.036
90	速灭威	metolcarb	0.000 4	0.003 1	0.036
91	噻草酮	metribuzin	0.000 8	0.004 1	0.033
92	甲磺隆	metasulfuron-methyl	0.000 4	0.003 2	0.026
93	禾草敌	molinate	0.000 3	0.003 8	0.037
94	久效磷	monocrotophos	0.000 3	0.003 4	0.047
95	单嘧磺隆	monosulfuron	0.000 4	0.003 6	0.024
96	敌草胺	napropamide	0.000 4	0.002 8	0.028
97	烟嘧磺隆	nicosulfuron	0.000 4	0.003 6	0.029
98	氧乐果	omethoate	0.000 8	0.009 4	0.095
99	嘧苯胺磺隆	orthosulfamuron	0.000 6	0.004 8	0.025

表 D.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	重复性限(<i>r</i>)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
100	噁草酮	oxadiazon	0.000 7	0.006 3	0.057
101	杀线威	oxamyl	0.000 3	0.003 6	0.023
	杀线威肟	oxamyl oxime	0.000 4	0.002 8	0.025
102	对硫磷	parathion	0.000 5	0.012 0	0.036
103	二甲戊灵	pendimethalin	0.000 6	0.004 1	0.040
104	五氟磺草胺	penoxsulam	0.000 8	0.003 7	0.029
105	氯菊酯	permethrin	0.000 3	0.003 2	0.058
106	甲拌磷	phorate	0.000 6	0.004 4	0.039
	甲拌磷砒	phorate sulfone	0.000 6	0.004 0	0.027
	甲拌磷亚砒	phorate sulfoxide	0.000 2	0.003 1	0.020
107	磷胺	phosphamidon	0.000 4	0.003 1	0.044
108	辛硫磷	phoxim	0.000 6	0.004 5	0.037
109	氟吡酰草胺	picolinafen	0.000 5	0.004 4	0.026
110	增效醚	piperonyl butoxide	0.000 3	0.002 6	0.049
111	抗蚜威	pirimicarb	0.000 4	0.002 9	0.031
112	丙草胺	pretilachlor	0.000 5	0.004 4	0.013
113	丙溴磷	profenofos	0.000 6	0.004 1	0.056
114	猛杀威	promecarb	0.000 6	0.003 9	0.044
115	扑草净	prometryn	0.000 5	0.002 8	0.025
116	毒草胺	propachlor	0.000 3	0.002 9	0.024
117	炔螨特	propargite	0.000 4	0.004 5	0.042
118	异丙草胺	propisochlor	0.000 5	0.007 1	0.035
119	残杀威	propoxur	0.000 3	0.001 7	0.021
120	丙噻嗪磺隆	propyrisulfuron	0.000 6	0.004 5	0.029
121	炔苯酰草胺	propryzamide	0.000 5	0.004 2	0.025
122	吡唑醚菌酯	pyraclostrobin	0.000 4	0.003 7	0.035
123	吡嘧磺隆	pyrazosulfuron-ethyl	0.000 4	0.003 5	0.025
124	哒螨灵	pyridaben	0.000 5	0.003 6	0.047
125	嘧霉胺	pyrimethanil	0.000 6	0.003 1	0.024
126	喹禾灵	quizalofop-ethyl	0.000 5	0.005	0.028
127	砒嘧磺隆	rimsulfuron	0.000 5	0.004 0	0.023
128	苯噻磺草胺	saflufenacil	0.000 8	0.007 9	0.042
129	烯禾啉	sethoxydim	0.000 7	0.006 0	0.061
130	西玛津	simazine	0.000 5	0.002 5	0.033
131	西草净	simetryn	0.000 5	0.002 7	0.026
132	甲磺草胺	sulfentrazone	0.000 7	0.006 0	0.028
133	戊唑醇	tebuconazole	0.001 0	0.003 1	0.023
134	虫酰肼	tebufenozide	0.000 5	0.003 5	0.031

表 D.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	重复性限(<i>r</i>)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
135	特丁硫磷	terbufos	0.000 7	0.003 9	0.044
	特丁硫磷砒	terbufos sulfone	0.000 9	0.004 7	0.037
	特丁硫磷亚砒	terbufos sulfoxide	0.000 3	0.002 4	0.027
136	特丁津	terbuthylazine	0.000 3	0.003 1	0.023
137	噻虫嗪	thiamethoxam	0.000 5	0.003 4	0.030
138	噻酮磺隆	thiencarbazon-methyl	0.001 3	0.006 2	0.037
139	噻吩磺隆	thifensulfuron-methyl	0.000 4	0.002 7	0.024
140	三唑酮	triadimefon	0.000 5	0.004 7	0.025
141	三唑醇	triadimenol	0.000 5	0.004 6	0.022
142	醚苯磺隆	triasulfuron	0.000 4	0.002 4	0.027
143	三唑磷	triazophos	0.000 6	0.005 7	0.021
144	苯磺隆	tribenuron-methyl	0.000 6	0.002 9	0.033
145	氟胺磺隆	triflusulfuron-methyl	0.000 4	0.002 1	0.027
146	三氟甲磺隆	tritosulfuron	0.000 5	0.007 4	0.030
147	烯效唑	uniconazole	0.000 4	0.003 1	0.025

表 D.2 147 种农药及其代谢物的再现性限(*R*)

序号	中文名称	英文名称	再现性限(<i>R</i>)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
1	阿维菌素	abamectin	0.001 4	0.009 1	0.074
2	乙酰甲胺磷	acephate	0.000 8	0.006 8	0.046
3	啶虫脒	acetamiprid	0.001 0	0.005 8	0.029
4	乙草胺	acetochlor	0.000 9	0.012 4	0.043
5	甲草胺	alachlor	0.001 4	0.006 2	0.084
6	涕灭威	aldicarb	0.000 8	0.007 9	0.056
	涕灭威砒	aldicarb sulfone	0.001 2	0.005 8	0.062
	涕灭威亚砒	aldicarb sulfoxide	0.001 2	0.007 5	0.035
7	莠灭净	ametryn	0.000 7	0.006 8	0.074
8	酰胺磺隆	amidosulfuron	0.000 9	0.002 4	0.042
9	莠去津	atrazine	0.000 8	0.007 4	0.078
10	苯霜灵	benalaxyl	0.000 7	0.004 8	0.052
11	苄嘧磺隆	bensulfuron-methyl	0.001 1	0.006 7	0.058
12	苯并烯氟菌唑	benzovindiflupyr	0.000 8	0.008 1	0.069
13	联苯菊酯	bifenthrin	0.001 0	0.006 4	0.102
14	噻嗪酮	buprofezin	0.000 8	0.007 4	0.055
15	丁草胺	butachlor	0.001 2	0.006 9	0.060
16	仲丁灵	butralin	0.000 4	0.006 0	0.052
17	甲萘威	carbaryl	0.000 6	0.010 3	0.060
18	多菌灵	carbendazim	0.000 7	0.006 0	0.064

表 D.2 (续)

序号	中文名称	英文名称	再现性限(R)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
6	克百威	carbofuran	0.001 0	0.002 7	0.076
	3-羟基克百威	3-hydroxy carbofuran	0.000 8	0.007 9	0.045
20	氯虫苯甲酰胺	chlorantraniliprole	0.000 9	0.006 5	0.052
21	灭幼脲	chlorbenzuron	0.001 2	0.005 8	0.068
22	氟啶脲	chlorfluazuron	0.001 4	0.010 9	0.103
23	氯嘧磺隆	chlorimuron-ethyl	0.001 8	0.004 9	0.061
24	毒死蜱	chlorpyrifos	0.001 1	0.005 3	0.046
25	甲基毒死蜱	chlorpyrifos-methyl	0.000 8	0.006 4	0.054
26	氯磺隆	chlorsulfuron	0.000 8	0.007 6	0.052
27	绿麦隆	chlortoluron	0.000 6	0.004 8	0.058
28	醚磺隆	cinosulfuron	0.000 6	0.004 9	0.049
29	噻虫胺	clothianidin	0.001 0	0.006 1	0.047
30	氰草津	cyazazine	0.0009	0.007 7	0.082
31	氰霜唑	cyazofamid	0.000 7	0.004 5	0.066
32	环丙嘧磺隆	cyclosulfamuron	0.000 8	0.008 7	0.070
33	噻草酮	cycloxydim	0.001 3	0.010 1	0.067
34	啉菌环胺	cyprodinil	0.000 7	0.008 7	0.100
35	溴氰菊酯	deltamethrin	0.001 1	0.007 9	0.083
36	二嗪磷	diazinon	0.000 8	0.005 3	0.062
37	敌敌畏	dichlorvos	0.001 0	0.005 5	0.058
38	禾草灵	diclofop-methyl	0.002 0	0.007 5	0.064
39	苯醚甲环唑	difenoconazole	0.001 3	0.005 1	0.063
40	除虫脲	diflubenzuron	0.001 3	0.006 4	0.057
41	吡氟酰草胺	diflufenican	0.000 8	0.006 5	0.065
42	二甲吩草胺	dimethenamid	0.000 8	0.006 4	0.035
43	乐果	dimethoate	0.000 6	0.005 0	0.060
44	烯酰吗啉	dimethomorph	0.001 0	0.006 7	0.054
45	呋虫胺	dinotefuran	0.000 5	0.002 8	0.044
46	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	emamectin benzoate	0.000 8	0.004 9	0.123
47	烯肟菌酯	enestroburin	0.000 6	0.006 9	0.068
48	氟环唑	epoxiconazole	0.000 7	0.006 4	0.058
49	灭线磷	ethoprophos	0.000 9	0.007 2	0.035
50	乙氧磺隆	ethoxysulfuron	0.000 6	0.006 4	0.058
51	醚菊酯	etofenprox	0.000 5	0.005 0	0.081
52	乙螨唑	etoxazole	0.000 6	0.005 3	0.061
53	仲丁威	fenobucarb	0.001 0	0.008 4	0.039
54	苯硫威	fenothiocarb	0.000 9	0.006 1	0.067
55	苯氧威	fenoxycarb	0.000 8	0.005 4	0.062

表 D.2 (续)

序号	中文名称	英文名称	再现性限(R)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
56	唑螨酯	fenpyroximate	0.001 4	0.005 1	0.074
57	氟虫腴	fipronil	0.000 5	0.003 8	0.053
	氟甲腴	fipronil desulfinyl	0.000 6	0.004 3	0.054
	氟虫腴硫醚	fipronil sulfide	0.001 2	0.009 0	0.057
	氟虫腴砒	fipronil sulfone	0.001 3	0.004 8	0.070
58	氟唑磺隆	flucarbazone-sodium	0.000 7	0.021 6	0.067
59	氟吡磺隆	flucetosulfuron	0.001 2	0.004 9	0.061
60	氟氰戊菊酯	flucythrinate	0.001 7	0.006 3	0.077
61	咯菌腴	fludioxonil	0.001 5	0.009 6	0.065
62	氟噻草胺	flufenacet	0.000 8	0.007 5	0.051
63	唑啉磺草胺	flumetsulam	0.001 3	0.005 3	0.053
64	氟硅唑	flusilazole	0.000 6	0.006 6	0.060
65	地虫硫磷	fonofos	0.001 1	0.007 6	0.052
66	氯吡脞	forchlorfenuron	0.000 7	0.006 3	0.091
67	噻唑磷	fosthiazate	0.000 8	0.004 3	0.067
68	呋线威	furathiocarb	0.000 6	0.008 4	0.063
69	氯吡嘧磺隆	halosulfuron-methyl	0.000 7	0.004 3	0.049
70	己唑醇	hexaconazole	0.000 6	0.006 3	0.057
71	吡虫啉	imidacloprid	0.000 9	0.007 7	0.062
72	甲基磺隆钠盐	iodosulfuron-methyl-sodium	0.000 9	0.004 3	0.052
73	异菌脞	iprodione	0.001 1	0.006 1	0.053
74	氯唑磷	isazofos	0.001 0	0.003 6	0.040
75	甲基异柳磷	isofenphos-methyl	0.001 2	0.005 6	0.065
76	异丙威	isoprocarb	0.000 9	0.005 1	0.077
77	依维菌素	ivermectin	0.001 0	0.007 0	0.085
78	利谷隆	linuron	0.000 7	0.005 6	0.048
79	虱螨脞	lufenuron	0.001 5	0.010 5	0.071
80	马拉硫磷	malathion	0.001 0	0.007 0	0.069
81	苯噻酰草胺	mefenacet	0.000 7	0.005 1	0.056
82	甲基二磺隆	mesosulfuron-methyl	0.001 1	0.006 1	0.042
83	噁唑酰草胺	metamifop	0.001 3	0.007 3	0.061
84	吡唑草胺	metazachlor	0.000 8	0.006 6	0.045
85	噻吡嘧磺隆	metazosulfuron	0.000 9	0.006 1	0.053
86	甲胺磷	methamidophos	0.001 1	0.006 6	0.041
87	甲硫威	methiocarb	0.000 6	0.006 1	0.049
	甲硫威砒	methiocarb sulfone	0.000 9	0.008 4	0.068
	甲硫威亚砒	methiocarb sulfoxide	0.001 2	0.005 8	0.042
88	灭多威	methomyl	0.001 1	0.003 9	0.060
89	异丙甲草胺	metolachlor	0.000 6	0.003 3	0.036

表 D.2 (续)

序号	中文名称	英文名称	再现性限(R)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
90	速灭威	metolcarb	0.000 8	0.005 1	0.057
91	噻草酮	metribuzin	0.001 1	0.006 5	0.053
92	甲磺隆	metsulfuron-methyl	0.001 1	0.009 2	0.054
93	禾草敌	molinate	0.000 4	0.005 6	0.056
94	久效磷	monocrotophos	0.000 7	0.006 0	0.059
95	单嘧磺隆	monosulfuron	0.000 8	0.005 9	0.068
96	敌草胺	napropamide	0.000 8	0.004 8	0.054
97	烟嘧磺隆	nicosulfuron	0.000 5	0.007 6	0.052
98	氧乐果	omethoate	0.001 1	0.010 6	0.140
99	嘧苯胺磺隆	orthosulfamuron	0.000 7	0.009 7	0.082
100	噁草酮	oxadiazon	0.001 2	0.009 0	0.082
101	杀线威	oxamyl	0.000 7	0.005 1	0.068
	杀线威肟	oxamyl oxime	0.000 9	0.006 0	0.048
102	对硫磷	parathion	0.000 7	0.034 9	0.059
103	二甲戊灵	pendimethalin	0.000 8	0.005 9	0.063
104	五氟磺草胺	penoxsulam	0.000 9	0.008 6	0.043
105	氯菊酯	permethrin	0.000 5	0.006 7	0.079
106	甲拌磷	phorate	0.000 8	0.005 4	0.059
	甲拌磷砒	phorate sulfone	0.001 1	0.005 5	0.039
	甲拌磷亚砒	phorate sulfoxide	0.001 0	0.006 7	0.081
107	磷胺	phosphamidon	0.000 8	0.005 9	0.079
108	辛硫磷	phoxim	0.000 9	0.006 9	0.074
109	氟吡酰草胺	picolinafen	0.000 6	0.008 0	0.055
110	增效醚	piperonyl butoxide	0.000 6	0.005 2	0.049
111	抗蚜威	pirimicarb	0.000 7	0.008 1	0.086
112	丙草胺	pretilachlor	0.000 8	0.004 7	0.046
113	丙溴磷	profenofos	0.000 9	0.005 1	0.054
114	猛杀威	promecarb	0.000 8	0.007 3	0.046
115	扑草净	prometryn	0.000 8	0.004 2	0.049
116	毒草胺	propachlor	0.000 9	0.006 7	0.051
117	炔螨特	propargite	0.000 5	0.005 5	0.075
118	异丙草胺	propisochlor	0.001 0	0.008 6	0.074
119	残杀威	propoxur	0.000 8	0.002 9	0.045
120	丙噻嘧磺隆	propryrisulfuron	0.001 2	0.006 4	0.077
121	炔苯酰草胺	propyzamide	0.000 7	0.006 1	0.047
122	吡唑醚菌酯	pyraclostrobin	0.000 8	0.005 1	0.069
123	吡嘧磺隆	pyrazosulfuron-ethyl	0.000 6	0.005 6	0.048
124	啞螨灵	pyridaben	0.000 6	0.007 5	0.059
125	嘧霉胺	pyrimethanil	0.000 9	0.005 8	0.064

表 D.2 (续)

序号	中文名称	英文名称	再现性限(R)		
			0.002 mg/kg	0.02 mg/kg	0.2 mg/kg
126	唑禾灵	quizalofop-ethyl	0.001 0	0.009 7	0.072
127	砒啶磺隆	rimsulfuron	0.000 6	0.008 0	0.050
128	苯啶磺草胺	saflufenacil	0.001 5	0.012 6	0.066
129	烯禾啶	sethoxydim	0.000 9	0.008 2	0.083
130	西玛津	simazine	0.001 0	0.005 0	0.090
131	西草净	simetryn	0.000 5	0.009 6	0.075
132	甲磺草胺	sulfentrazone	0.001 2	0.006 5	0.057
133	戊唑醇	tebuconazole	0.001 2	0.007 1	0.058
134	虫酰肼	tebufenozide	0.000 6	0.007 5	0.044
135	特丁硫磷	terbufos	0.001 0	0.007 0	0.060
	特丁硫磷砒	terbufos sulfone	0.002 0	0.007 7	0.038
	特丁硫磷亚砒	terbufos sulfoxide	0.000 7	0.007 3	0.047
136	特丁津	terbuthylazine	0.000 8	0.007 0	0.042
137	噻虫嗪	thiamethoxam	0.000 8	0.005 6	0.046
138	噻啉磺隆	thiencarbazono-methyl	0.001 7	0.009 8	0.067
139	噻吩磺隆	thifensulfuron-methyl	0.000 8	0.004 4	0.050
140	三唑酮	triadimefon	0.000 9	0.007 2	0.064
141	三唑醇	triadimenol	0.000 9	0.006 7	0.047
142	醚苯磺隆	triasulfuron	0.000 8	0.004 4	0.050
143	三唑磷	triazophos	0.001 0	0.006 4	0.046
144	苯磺隆	tribenuron-methyl	0.001 0	0.006 2	0.067
145	氟胺磺隆	triflusaluron-methyl	0.000 5	0.002 9	0.041
146	三氟甲磺隆	tritosulfuron	0.001 2	0.007 6	0.045
147	烯效唑	uniconazole	0.000 9	0.004 3	0.055