

中华人民共和国国家标准

GB 23200.33—2016
代替 SN/T 2149—2008

食品安全国家标准 食品中解草嗪、莎稗磷、二丙烯草胺等 110 种农药残留量的测定 气相色谱-质谱法

National food safety standards—

Determination of Benoxacor, Anilofos, Allidochlor 110 pesticides residues in foods

Gas chromatography - mass spectrometry

2016-12-18 发布

2017-06-18 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
中华人民共和国农业部
国家食品药品监督管理总局

发布

前 言

本标准代替SN/T 2149-2008 《进出口食品中解草啞、莎稗磷、二丙烯草胺等110种农药残留量的检测方法 气相色谱-质谱法》。

本标准与SN/T 2149-2008相比，主要变化如下：

—标准文本格式修改为食品安全国家标准文本格式；

—标准名称中“进出口食品”改为“食品”；

—标准范围中增加“其它食品可参照执行”。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

—SN/T 2149-2008。

食品安全国家标准

食品中解草嗪、莎稗磷、二丙烯草胺等 110 种农药残留量的测定

气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了食品中110种农药（见附录A）残留量检测的气相色谱-质谱检测方法。

本标准适用于大米、糙米、大麦、小麦、玉米中 110 种农药残留量的测定，其它食品可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样加水浸泡后用丙酮振荡提取，然后依次通过液-液分配、凝胶渗透色谱和固相萃取对提取液进行净化，用气相色谱-质谱仪检测，标准曲线外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明，所用试剂均为分析纯，水为符合GB/T 6682中规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 丙酮 (CH_3COCH_3)：色谱纯。

4.1.2 二氯甲烷 (CH_2Cl_2)。

4.1.3 环己烷 (C_6H_{12})。

4.1.4 乙酸乙酯 ($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$)。

4.1.5 乙腈 ($\text{C}_2\text{H}_3\text{N}$)。

4.1.6 甲苯 (C_7H_8)。

4.1.7 氯化钠 (NaCl)。

4.1.8 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)：使用前在650℃灼烧4小时，贮于干燥器中，冷却后备用。

4.2 溶液配制

4.2.1 氯化钠溶液 (15%，w/v)：称取15 g 氯化钠，溶于100 mL 水中，摇匀备用。

4.2.2 环己烷-乙酸乙酯 (1+1，V/V)：取100 mL环己烷，加入100 mL乙酸乙酯，摇匀备用。

4.2.3 乙腈-甲苯 (3+1，V/V)：取300 mL乙腈，加入100 mL甲苯，摇匀备用。

4.3 标准品

4.3.1 农药标准物质：标准物质清单见附录A，标准物质纯度 $\geq 95\%$ 。

4.4 农药标准溶液

4.4.1 标准储备溶液：准确称取适量标准品（精确至0.1 mg），用丙酮溶解，配制成浓度为500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液， -18°C 冷冻避光保存，有效期3个月。

4.4.2 混合标准中间溶液：将 110 种农药分成五个组，分组情况见附录 A。移取一定体积的标准储备溶液用丙酮配制成 10 mg/L 的混合标准溶液， 4°C 冷藏避光保存，有效期 1 个月。

4.4.3 基质混合标准工作溶液：分别移取一定体积的混合标准溶液，添加至经过 7.1~7.2 步骤净化后

的空白样品基质溶液，混匀，用丙酮定容至 1.0 mL。基质混合标准工作溶液应现用现配。

4.5 材料

4.5.1 助滤剂：celite 545，或相当者。

4.5.2 以石墨化非多孔碳/酰胺丙基甲硅烷基化硅胶为填料的固相萃取柱：Envi-Carb/LC-NH₂，500 mg / 500 mg，6 mL，或相当者。

5 仪器和设备

5.1 分析天平：感量0.01 g和0.0001 g。

5.2 固相萃取装置。

5.3 样品粉碎机：配 20 目样品筛。

5.4 振荡器。

5.5 抽滤装置。

5.6 旋转蒸发仪。

5.7 氮吹仪。

5.8 涡旋振荡器。

5.9 气相色谱-质谱仪：配有电子轰击电离源（EI）。

5.10 凝胶渗透色谱仪：配凝胶色谱柱（Bio-beads S-X3，300 mm × 25 mmID）。

6 试样制备与保存

6.1 试样制备

取代表性试样 500 g，取样部位按GB 2763附录A执行，用粉碎机粉碎并使其全部通过20目的样品筛。混和均匀，装入洁净的容器内，密封并标识。

6.2 试样保存

试样于0~4℃避光保存。取样、制样及保存过程中应防止试样受到污染或者残留农药含量发生变化。

7 分析步骤

7.1 提取

称取试样 20 g（精确至0.01 g）置于锥形瓶中，加入 20 mL 水放置 30 min。加入 80 mL 丙酮，置于振荡器上振荡提取 30 min。向抽滤装置内加入适量助滤剂，将试样及提取液转移至抽滤装置上，减压抽滤，再用 3 × 5 mL 丙酮洗涤锥形瓶及试样残渣，合并提取液和洗涤液，于 40℃浓缩至约 20 mL。将上述溶液转移至分液漏斗中，依次向分液漏斗中加入 50 mL 15%（W/V）氯化钠水溶液，50 mL 二氯甲烷，振荡 5 min，静置后收集二氯甲烷层并过无水硫酸钠脱水。再加入50 mL二氯甲烷重复上述操作。合并经无水硫酸钠脱水的二氯甲烷，于 40℃水浴旋转浓缩至近干，再用氮气吹干。用环己烷-乙酸乙酯定容至 4.0 mL，待净化。

7.2 净化

7.2.1 凝胶渗透色谱净化

将7.1中待净化溶液置于凝胶色谱仪上，进样体积为2.0 mL（相当于一半称样量的样品），环己烷-乙酸乙酯作为流动相，流速为 3.0 mL/min，弃去第0~20 mL淋洗液，收集第21~70 mL 淋洗液，于 40℃水浴旋转浓缩至近干，再用氮气吹干。用2 mL 乙腈-甲苯溶液溶解残渣。

7.2.2 固相萃取净化

将Envi-Carb/LC-NH₂ 固相萃取柱置于固相萃取装置上。用10 mL 乙腈-甲苯溶液预淋洗。将经7.2.1净化的溶液移入固相萃取柱同时即开始收集淋洗液，用 3×1 mL 乙腈-甲苯溶液洗涤容器并移入固相萃

取柱，并调节装置使淋洗液流速约为 2 mL/min。再用 20 mL 乙腈-甲苯溶液洗涤固相萃取柱，合并淋洗液。于 40 °C 水浴旋转浓缩至近干，再用氮气吹干。用丙酮定容至 1.0 mL，供气相色谱-质谱测定。

7.3 测定

7.3.1 气相色谱-质谱参考条件

- a) 色谱柱：DB-5MS (30m×0.25mm×0.25μm) 石英毛细管柱或相当者；
 - b) 色谱柱温度：60 °C 保持 2 min，先以 25°C/min 升温至 130°C，然后以 4°C/min 升温至 180°C，再以 6°C/min 升温至 300°C，保持 10 min；
 - c) 载气：氦气，纯度 ≥ 99.999%，流速 1.0 mL/min；
 - d) 进样口温度：250 °C；
 - e) 进样量：2 μL；
 - f) 进样方式：脉冲不分流进样，脉冲压力 20 psi，保持 1.5 min；
 - g) 电子轰击电离源：70 eV；
 - h) 离子源温度：230 °C；
 - i) 四极杆温度：150 °C；
 - j) GC-MS 接口温度：280 °C；
 - k) 溶剂延迟时间：7 min；
- l) 选择离子监测：每种农药选择 1 个定量离子，1~3 个定性离子，依据农药的保留时间分组检测。农药的保留时间、定量离子、定性离子参见附录 B。每组检测离子的分组时间和驻留时间参见附录 C。

7.3.2 定性测定

进行样品测定时，如果样品质量色谱图中出现与标准物质保留时间一致的色谱峰，且在扣除背景后，该色谱峰对应的质谱图中出现所选择的离子（离子丰度比与标准物质离子丰度比的偏差满足残留分析要求），则可以判断样品中存在这种农药。

7.3.3 定量测定

为减少基质对定量结果的影响，本方法采用空白样品溶液配置基质混合标准工作溶液，外标法定量测定。样品中农药响应值应在基质混合标准工作溶液线性范围内。本方法标准物质在各类粮谷基质中选择离子监测 GC-MS 质量色谱图参见附录 D。

7.4 平行试验

按照上述步骤对同一试样进行平行试验。

7.5 空白试验

除不称取试样外，均按照上述步骤进行。

8 结果计算和表述

试样中农药残留量可由 GC-MSD 数据处理软件计算，或按照公式 (1) 计算，（计算结果需将空白值扣除。）

$$X_i = \frac{A \times c \times V}{A_s \times m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X_i — 试样中农药残留量，单位为毫克每千克，mg/kg；
- A — 样液中农药定量离子色谱峰的峰面积；
- c — 基质标准溶液中农药的浓度，单位为毫克每升，mg/L；
- V — 样液最终定容体积，单位为毫升，mL；
- A_s — 基质标准溶液中农药定量离子色谱峰的峰面积；
- m — 最终溶液相当的试样质量，单位为克，g。

注：计算结果需将空白值扣除，测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

9 精密度

9.1 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值（百分率），应符合附录F的要求。

9.2 在再现性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值（百分率），应符合附录G的要求。

10 定量限和回收率

10.1 定量限

采用本方法对大米、糙米、大麦、小麦和玉米5种食品中110种农药残留进行测定，各种农药的测定低限均为0.01mg/kg。

10.2 回收率

采用本方法对大米、糙米、大麦、小麦和玉米5种食品进行添加回收实验，添加水平为 0.01 mg/kg, 0.05 mg/kg, 0.1 mg/kg, 110种农药在5种食品中的添加回收率见附录E。

附录A
(资料性附录)
农药标准物质基本信息

表 A.1 农药中文名称、英文名称、CAS 号码、混合标准溶液分组表

序号	中文通用名	英文通用名	CAS 编码	混合标准溶液分组
1	烯丙菊酯	Allethrin	584-79-2	A
2	二丙烯草胺	Allidochlor	93-71-0	A
3	莠灭净	Ametryn	834-12-8	A
4	莎稗磷	Anilofos	64249-01-0	A
5	莠去津	Atrazine	1912-24-9	A
6	氧环唑	Azaconazole	60207-31-0	A
7	保棉磷	Azinphos-methyl	86-50-0	A
8	乙丁氟灵	Benfluralin	1861-40-1	A
9	解草啉	Benoxacor	98730-04-2	A
10	啶酰菌胺	Boscalid	188425-85-6	A
11	乙基溴硫磷	Bromophos-ethyl	4824-78-6	A
12	乙嘧啶磺酸酯	Bupirimate	41483-43-6	A
13	噻嗪酮	Buprofezin	69327-76-0	A
14	氟丙嘧草酯	Butafenacil	134605-64-4	A
15	硫线磷	Cadusafos	95465-99-9	A
16	丁硫克百威	Carbosulfan	55285-14-8	A
17	萎锈灵	Carboxin	5234-68-4	A
18	杀螨醚	Chlorbenside	103-17-3	A
19	氯氧磷	Chlorethoxyfos	54593-83-8	A
20	虫螨腈	Chlorfenapyr	122453-73-0	A
21	杀螨酯	Chlorfenson	80-33-1	B
22	氯草敏	Chloridazon	1698-60-8	B
23	氯苯甲醚	Chloroneb	2675-77-6	B
24	氯酞酸甲酯	Chlorthal-dimethyl	1861-32-1	B
25	炔草酸	Clodinafop-propargyl	105512-06-9	B
26	氯甲酰草胺	clomeprop	84496-56-0	B
27	解草酯	Cloquintocet-mexyl	99607-70-2	B
28	杀螟腈	Cyanophos	2636-26-2	B
29	环草敌	Cycloate	1134-23-2	B
30	环氟菌胺	Cyflufenamid	180409-60-3	B
31	燕麦敌	Diallate	2303-16-4	B
32	禾草灵	Diclofop-methyl	51338-27-3	B
33	百治磷	Dicrotophos	141-66-2	B

34	哌草丹	Dimepiperate	61432-55-1	B
35	乐果	Dimethoate	60-51-5	B
36	烯酰吗啉	Dimethomorph	110488-70-5	B
37	苯虫醚	Diofenolan	63837-33-2	B
38	敌噁磷	Dioxathion	78-34-2	B
39	双苯酰草胺	Diphenamid	957-51-7	B
40	乙拌磷	Disulfoton	298-04-4	B
41	硫丹硫酸盐	Endosulfan-sulfate	1031-07-8	C
42	氟环唑	Epoxiconazole	106325-08-0	C
43	S-氰戊菊酯	Esfenvalerate	66230-04-4	C
44	乙丁烯氟灵	Ethalfuralin	55283-68-6	C
45	乙硫磷	Ethion	563-12-2	C
46	乙氧呋草黄	Ethofumesate	26225-79-6	C
47	乙螨唑	Etoxazole	153233-91-1	C
48	咪唑菌酮	Fenamidone	161326-34-7	C
49	苯线磷	Fenamiphos	22224-92-6	C
50	苯线磷砒	Fenamiphos-sulfone	31972-44-8	C
51	腈苯唑	Fenbuconazole	114369-43-6	C
52	皮蝇磷	Fenchlorphos	299-84-3	C
53	啞螨酯	Fluacrypyrim	229977-93-9	C
54	吡氟禾草灵	Fluazifop-butyl	69806-50-4	C
55	氟噻草胺	Flufenacet	142459-58-3	C
56	氟烯草酸	Flumiclorac pentyl	87546-18-7	C
57	丙炔氟草胺	Flumioxazin	103361-09-7	C
58	噻草酸	Fluthiacet-methyl	117337-19-6	C
59	粉唑醇	Flutriafol	76674-21-0	C
60	噻唑磷	Fosthiazate	98886-44-3	C
61	解草噁唑	Furilazole	121776-33-8	C
62	苜螨醚	Halfenprox	111872-58-3	C
63	氟吡禾灵	Haloxyfop-methyl	69806-40-2	C
64	七氯	Heptachlor	76-44-8	C
65	六氯苯	Hexachlorobenzene	118-74-1	C
66	抑霉唑	Imazalil	35554-44-0	D
67	茛草酮	Indanofan	133220-30-1	D
68	茛虫威	Indoxacarb	144171-61-9	D
69	氯唑磷	Isazofos	42509-80-8	D
70	异丙威	isoprocarb	2631-40-5	D
71	稻瘟灵	Isoprothiolane	50512-35-1	D
72	双苯恶唑酸	Isoxadifen-ethyl	163520-33-0	D
73	乳氟禾草灵	Lactofen	77501-63-4	D
74	吡咯二酸二乙酯	Mefenpyr-diethyl	135590-91-9	D
75	啞菌胺	Mepanipyrim	110235-47-7	D
76	甲霜灵	Metalaxyl	57837-19-1	D

77	虫螨畏	Methacrifos	62610-77-9	D
78	异丙甲草胺	metolachlor	51218-45-2	D
79	速灭磷	Mevinphos	26718-65-0	D
80	敌草胺	Napropamide	15299-99-7	D
81	三氯甲基吡啶	Nitrapyrin	1929-82-4	D
82	氟草敏	Norflurazon	27314-13-2	D
83	乙氧氟草醚	Oxyfluorfen	42874-03-3	D
84	二甲戊灵	pendimethalin	40487-42-1	D
85	苯醚菊酯	Phenothrin	26002-80-2	D
86	甲拌磷	Phorate	298-02-2	D
87	磷胺	Phosphamidon	13171-21-6	D
88	哌草磷	Piperophos	24151-93-7	D
89	茉莉酮	Prohydrojasmon	158474-72-7	D
90	毒草胺	Propachlor	1918-16-7	D
91	敌稗	Propanil	709-98-8	D
92	丙虫磷	Propaphos	7292-16-2	E
93	苯胺灵	Propham	122-42-9	E
94	吡菌磷	Pyrazophos	13457-18-6	E
95	吡丙醚	Pyriproxyfen	95737-68-1	E
96	咯嗉酮	Pyroquilon	57369-32-1	E
97	五氯硝基苯	Quintozene	82-68-8	E
98	精喹禾灵	Quizalofop-ethyl	76578-14-8	E
99	硅氟唑	Simeconazole	149508-90-7	E
100	硫丙磷	Sulprofos	35400-43-2	E
101	丁噻隆	Tebuthiuron	34014-18-1	E
102	四氯硝基苯	Tecnazene	117-18-0	E
103	唑虫酰胺	Tolfenpyrad	129558-76-5	E
104	三唑酮	Triadimefon	43121-43-3	E
105	三唑醇	Triadimenol	55219-65-3	E
106	野麦畏	Triallate	2303-17-5	E
107	脱叶磷	Tribuphos	78-48-8	E
108	三环唑	Tricyclazole	41814-78-2	E
109	灭除威	XMC	2655-14-3	E
110	苯酰菌胺	Zoxamide	156052-68-5	E

注：第二栏中文通用名中斜体为有同分异构体的化合物

附录B
(资料性附录)
GC/MSD 测定的质谱条件

表 B.1：农药的保留时间、定量离子和定性离子

序号	中文通用名	英文通用名	保留时间 min	监测离子			
1	二丙烯草胺	Allidochlor	8.176	132	124	138	173
2	速灭磷	trans-Mevinphos	10.422	192	109	127	164
3	速灭磷	cis-Mevinphos	10.490	192	109	127	164
4	三氯甲基吡啶	Nitrapyrin	10.956	196	194	198	
5	苯胺灵	Propham	11.176	179	93	137	
6	虫螨畏	Methacrifos	11.968	208	125	180	
7	氯苯甲醚	Chloroneb	12.153	191	206	208	
8	丁噻隆	Tebuthiuron	12.480	156	157	171	
9	异丙威	isoprocarb	12.790	121	91	136	
10	灭除威	XMC	13.344	122	107	179	
11	四氯硝基苯	Tecnazene	13.966	261	203	215	
12	毒草胺	Propachlor	14.363	120	176	211	
13	氯氧磷	Chlorethoxyfos	14.582	299	153	301	
14	环草敌	Cycloate	15.089	154	83	215	
15	乙丁烯氟灵	Ethalfuralin	15.372	276	316	292	
16	百治磷	Dicrotophos	15.688	127	193	237	
17	乙丁氟灵	Benfluralin	15.897	292	264	276	
18	硫线磷	Cadusafos	16.236	159	214	270	
19	燕麦敌	Diallate 1	16.390	234	128	236	
20	甲拌磷	Phorate	16.398	260	75	231	
21	六氯苯	Hexachlorobenzene	16.598	284	282	286	
22	燕麦敌	Diallate 2	16.782	234	128	236	
23	乐果	Dimethoate	17.125	87	125	229	
24	解草噁唑	Furilazole	17.439	220	222	262	
25	五氯硝基苯	Quintozene	17.740	295	237	249	
26	莠去津	Atrazine	17.753	200	173	215	
27	敌噁磷	Dioxathion	18.081	270	197	153	
28	杀螟腈	Cyanophos	18.308	243	109	125	
29	咯嗉酮	Pyroquilon	18.462	173	130	144	
30	磷胺	Phosphamidon 1	18.646	127	138	264	
31	乙拌磷	Disulfoton	19.062	274	88	142	
32	茉莉酮	Prohydrojasmon	19.164	83	153	184	
33	氯唑磷	Isazophos	19.181	257	161	285	

34	野麦畏	Tri-allate	19.392	268	270	143	
35	解草啉	Benoxacor	19.770	120	259	261	
36	磷胺	Phosphamidon 2	20.241	127	138	264	
37	敌稗	Propanil	20.351	163	161	217	
38	硅氟唑	Simeconazole	20.829	121	211	278	
39	七氯	heptachlor	21.003	272	237	274	
40	甲霜灵	Metalaxyl	21.148	206	220	234	
41	莠灭净	Ametryn	21.179	227	185	212	
42	皮蝇磷	Fenclorphos	21.184	285	287	289	
43	乙氧呋草黄	Ethofumesate	21.896	207	161	286	
44	异丙甲草胺	metolachlor	22.268	162	238	240	
45	氯酞酸甲酯	Chlorthal-dimethyl	22.506	301	299	332	
46	氟噻草胺	Flufenacet	22.760	151	123	211	
47	三唑酮	Triadimefon	22.772	208	181	210	
48	双苯酰草胺	Diphenamid	23.191	167	165	239	
49	噻唑磷	Fosthiazate 1	23.223	195	227	283	
50	噻唑磷	Fosthiazate 2	23.313	195	227	283	
51	二甲戊灵	pendimethalin	23.572	252	162	191	281
52	烯丙菊酯	Allethrin 1	23.991	123	107	136	
53	烯丙菊酯	Allethrin 2	24.035	123	107	136	
54	烯丙菊酯	Allethrin 3	24.185	123	107	136	
55	烯丙菊酯	Allethrin 4	24.231	123	107	136	
56	哌草丹	Dimepiperate	24.287	119	145	263	
57	三唑醇	Triadimenol 1	24.297	168	112	128	
58	苯酰菌胺	Zoxamide 1	24.378	187	242		
59	三唑醇	Triadimenol 2	24.576	168	112	128	
60	乙基溴硫磷	Bromophos-ethyl	24.649	359	303	357	
61	杀螨醚	Chlorbenside	24.668	125	127	268	
62	丙虫磷	Propaphos	24.823	220	262	304	
63	氟吡禾灵	Haloxypop-methyl	24.824	316	288	375	
64	噻菌胺	Mepanipyrim	25.256	222	221	223	
65	粉唑醇	Flutriafol	25.307	123	164	219	
66	敌草胺	Napropamide	25.418	271	128	171	
67	苯线磷	Fenamiphos	25.445	303	217	288	
68	杀螨酯	Chlorfenson	25.540	177	302	304	
69	抑霉唑	Imazalil	25.585	215	173	217	
70	三环唑	Tricyclazole	25.591	189	161	162	
71	稻瘟灵	Isoprothiolane	25.722	204	231	290	
72	脱叶磷	Tribuphos	26.066	169	202	258	
73	萎锈灵	Carboxin	26.194	235	143		
74	噻嗪酮	Buprofezin	26.197	105	172	305	
75	乙氧氟草醚	Oxyfluorfen	26.202	252	300		
76	乙嘧酚磺酸酯	Bupirimate	26.209	208	273		

77	氧环唑	Azaconazole	26.271	217	219		
78	虫螨腈	Chlorfenapyr	26.497	59	247	408	
79	环氟菌胺	Cyflufenamid	26.587	118	91	412	
80	吡氟禾草灵	Fluazifop-butyl	26.866	282	254	383	
81	乙硫磷	Ethion	27.361	231	153	384	
82	噻螨酯	Fluacrypyrim	27.695	145	189	204	
83	硫丙磷	Sulprofos	27.866	322	156	280	
84	双苯恶唑酸	Isoxadifen-ethyl	28.081	204	222	294	
85	氟草敏	Norflurazon	28.210	303	145	173	
86	硫丹硫酸盐	Endosulfan sulfate	28.334	272	387	422	
87	苯虫醚	Diofenolan 1	28.386	186	225	300	
88	氯草敏	Chloridazon	28.440	221	220	223	
89	苯虫醚	Diofenolan 2	28.591	186	225	300	
90	炔草酸	Clodinafop-propargyl	28.607	266	238	349	
91	禾草灵	Diclofop-methyl	29.054	253	281	340	342
92	氟环唑	Epoxiconazole	29.409	192	165	194	
93	苯酰菌胺	Zoxamide 2	29.442	187	189	258	
94	吡咯二酸二乙酯	Mefenpyr-diethyl	29.529	253	255	299	
95	苯线磷砒	Fenamiphos-sulfone	29.769	320	292	335	
96	丁硫克百威	Carbosulfan	29.843	160	118	163	
97	哌草磷	Piperophos	30.183	122	140	320	
98	解草酯	Cloquintocet-mexyl	30.296	192	193	194	
99	乙螨唑	Etoxazole	30.372	300	330	359	
100	咪唑菌酮	Fenamidone	30.426	238	268		
101	茚草酮	Indanofan	30.540	139	174	310	
102	莎稗磷	Anilofos	30.582	226	125	184	
103	氯甲酰草胺	Clomeprop	30.762	288	120	148	
104	苯醚菊酯	Phenothrin 1	30.887	123	183	350	
105	苯醚菊酯	Phenothrin 2	31.085	123	183	350	
106	保棉磷	Azinphos-methyl	31.232	77	132	160	
107	吡丙醚	Pyriproxyfen	31.472	136	96	226	
108	乳氟禾草灵	Lactofen	31.836	344	346	461	
109	吡菌磷	Pyrazophos	32.054	221	232	373	
110	氟丙嘧草酯	Butafenacil	33.659	331	180	333	
111	腈苯唑	Fenbuconazole	33.906	129	125	198	
112	啶酰菌胺	Boscalid	34.583	140	342	344	
113	苄螨醚	Halfenprox	34.662	265	183	263	
114	精喹禾灵	Quizalofop-ethyl	34.822	299	243	372	
115	丙炔氟草胺	Flumioxazin	35.932	354	259	287	
116	S-氰戊菊酯	Esfenvalerate	36.349	167	225	419	
117	茚虫威	Indoxacarb	37.018	203	150	218	
118	氟烯草酸	Flumiclorac pentyl	37.451	423	308	318	
119	烯酰吗啉	Dimethomorph 1	37.670	301	303	387	

120	唑虫酰胺	Tolfenpyrad	37.947	383	171	197	
121	烯酰吗啉	Dimethomorph 2	38.202	301	303	387	
122	噁草酸	Fluthiacet-methyl	39.341	403	405	282	84
注：监测离子中第一栏斜体为定量离子							

附录 C
(资料性附录)
农药选择离子监测分组和驻留时间参数

表 C.1 选择离子监测分组和驻留时间参数

组号	时间/min	选择离子 (amu)	驻留时间/ms
1	7.00	124, 132, 138, 173	100
2	10.00	109, 127, 164, 192	100
3	10.80	93, 137, 179, 194, 196, 198	70
4	11.60	125, 180, 191, 206, 208	90
5	12.37	91, 121, 136, 156, 157, 171	70
6	13.00	107, 122, 179, 203, 215, 261	70
7	14.15	120, 153, 176, 211, 299, 301	70
8	14.70	83, 154, 167, 168, 169, 215, 276, 292, 316	50
9	15.52	127, 193, 237, 264, 276, 292	70
10	16.05	75, 128, 159, 214, 231, 234, 236, 260, 270	50
11	16.50	128, 234, 236, 282, 284, 286	70
12	16.96	87, 125, 220, 222, 229, 262	70
13	17.60	153, 173, 197, 200, 215, 237, 249, 270, 295	50
14	18.18	109, 125, 127, 130, 138, 144, 173, 264, 243	50
15	18.85	83, 88, 142, 153, 161, 184, 257, 274, 285	50
16	19.28	120, 143, 259, 261, 268, 270	70
17	20.00	127, 138, 161, 163, 217, 264	70
18	20.60	121, 211, 237, 272, 274, 278	70
19	21.07	185, 206, 212, 220, 227, 234, 285, 287, 289	50
20	21.50	161, 162, 207, 238, 240, 286	70
21	22.38	123, 151, 181, 208, 210, 211, 299, 301, 302	50
22	23.00	165, 167, 195, 227, 239, 283	70
23	23.44	162, 191, 252, 281	100
24	23.80	107, 112, 119, 123, 128, 136, 145, 168, 187, 242, 263	40
25	24.48	112, 125, 127, 128, 168, 268, 303, 357, 359	50
26	24.75	220, 262, 288, 304, 316, 375	70
27	25.05	123, 164, 219, 221, 222, 223	70
28	25.37	128, 171, 217, 271, 288, 303	70
29	25.50	161, 162, 173, 177, 189, 215, 217, 302, 304	50
30	25.66	169, 202, 204, 231, 258, 290	70
31	26.13	105, 143, 172, 208, 217, 219, 235, 252, 273, 300, 305	40
32	26.40	59, 91, 118, 247, 408, 412	70
33	26.72	153, 231, 254, 282, 383, 384	70
34	27.50	145, 156, 189, 204, 280, 322	70
35	28.00	145, 173, 204, 222, 294, 303	70

36	28.28	186, 220, 221, 223, 225, 272, 300, 387, 422	50
37	28.52	186, 225, 238, 266, 300, 349	70
38	28.85	253, 281, 340, 342	100
39	29.25	165, 187, 189, 192, 194, 253	70
40	29.64	118, 126, 152, 160, 163, 166, 292, 320, 335	50
41	30.00	122, 140, 192, 193, 194, 238, 268, 300, 311, 320, 330, 359	40
42	30.48	120, 125, 139, 148, 174, 184, 226, 2888, 310	50
43	30.82	77, 123, 132, 160, 183, 350	70
44	31.36	96, 136, 185, 221, 226, 232, 344, 346, 373, 461	50
45	33.50	125, 129, 180, 198, 331, 333	70
46	34.30	140, 183, 243, 263, 265, 299, 342, 344, 372	50
47	35.50	167, 225, 259, 287, 354, 419	70
48	36.70	150, 203, 218, 301, 303, 308, 318, 387, 423	50
49	37.90	171, 197, 301, 303, 383, 387	70
50	39.00	84, 282, 403, 405	100

附录 D
(资料性附录)
农药标准物质的全扫描质量色谱图

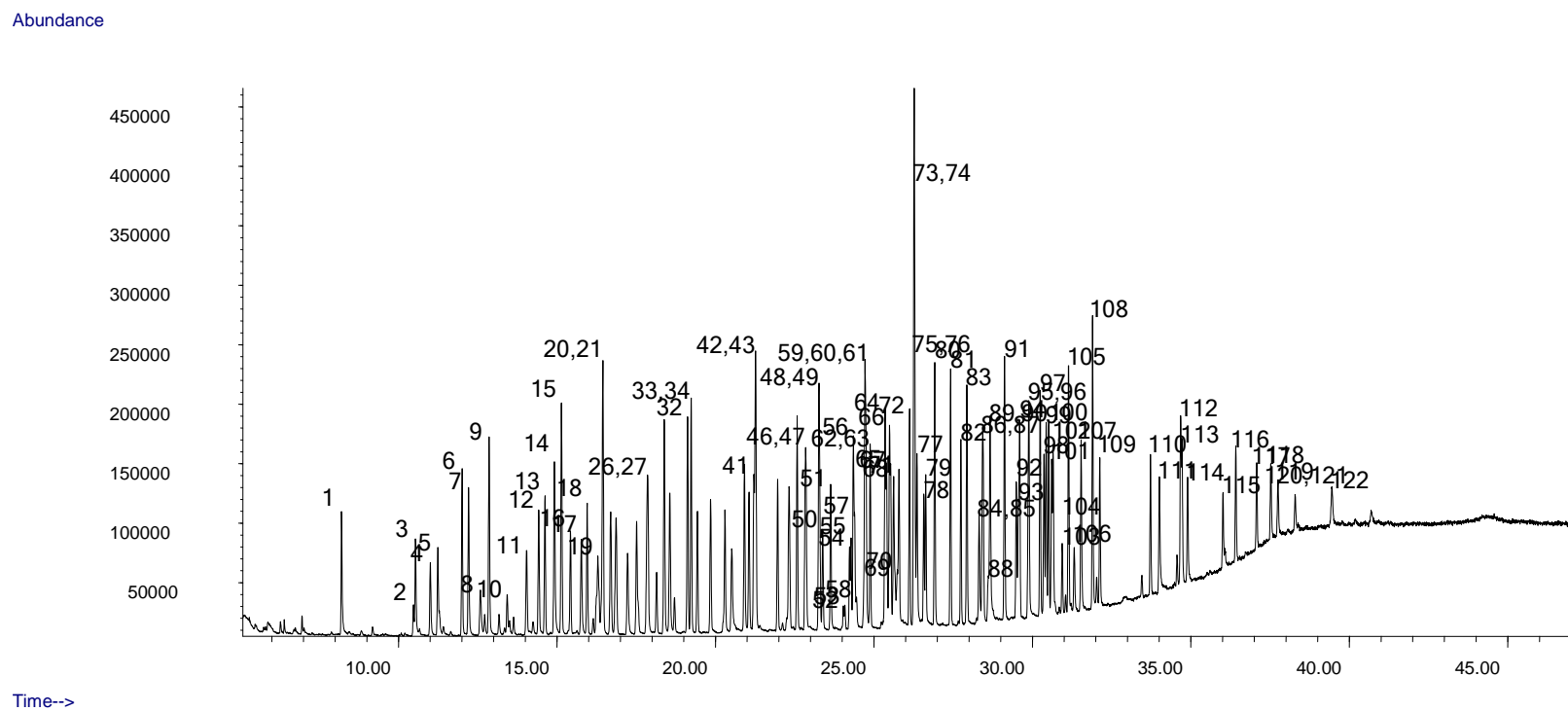


图 D.1 农药标准物质的全扫描质量色谱图

附录 E
(资料性附录)

表 E.1: 农药在大米、糙米、大麦、小麦及玉米中的添加回收率范围

序号	中文通用名	添加回收率范围/% (添加水平为 0.01 mg/kg-0.1mg/kg)				
		大米	糙米	小麦	大麦	玉米
1	烯丙菊酯	87.3~109.1	82.6~108.8	85.6~111.6	85.4~109.8	87.3~111.5
2	二丙烯草胺	80.0~105.9	81.5~107.8	80.1~104.1	81.2~104.8	81.7~103.8
3	莠灭净	87.4~106.3	87.5~109.9	86.7~105.7	86.2~106.6	87.1~107.8
4	莎稗磷	78.3~103.8	81.6~101.7	79.9~102.9	83.1~101.8	79.4~101.5
5	莠去津	88.1~106.3	80.5~102.3	88.9~107.9	86.4~110.3	86.8~107.9
6	氧环唑	85.5~109.5	88.2~109.3	85.2~109.7	85.3~111.8	85.9~111.3
7	保棉磷	83.0~104.4	72.3~104.0	85.4~109.9	83.4~104.5	85.7~107.1
8	乙丁氟灵	85.2~110.0	80.1~107.8	88.0~111.1	85.2~111.0	86.0~109.3
9	解草啉	82.6~103.0	83.0~107.5	83.8~105.0	79.0~102.1	81.1~105.9
10	啶酰菌胺	86.6~108.1	84.9~102.9	85.9~109.9	85.3~107.9	85.1~108.7
11	乙基溴硫磷	85.6~108.5	80.6~109.2	85.6~110.6	85.3~109.9	86.5~108.1
12	乙嘧酚磺酸酯	86.8~109.0	85.2~105.3	86.7~104.8	92.4~107.8	86.4~106.2
13	噻嗪酮	80.5~97.6	80.7~99.6	80.0~100.0	80.2~99.7	82.8~98.7
14	氟丙嘧草酯(暂定)	89.5~108.3	84.2~107.1	87.4~109.9	86.1~107.6	87.2~110.9
15	硫线磷	69.6~104.6	81.6~104.6	69.1~104.8	75.6~103.7	71.6~104.4
16	丁硫克百威	81.1~106.7	80.4~108.1	82.7~107.4	83.3~107.0	82.3~106.4
17	萎锈灵	83.6~101.2	82.3~101.6	82.3~103.0	78.1~103.6	79.4~101.8
18	杀螨醚	82.0~98.3	81.4~103.4	80.7~99.6	80.8~99.5	80.4~98.7
19	氯氧磷	82.7~99.9	71.2~101.6	86.5~107.3	80.8~101.1	85.5~101.7
20	虫螨腈	75.1~100.7	79.1~109.4	81.3~106.5	72.2~100.3	70.8~99.6
21	杀螨酯	80.4~103.0	84.8~103.3	80.1~109.7	83.7~102.6	78.0~103.0

22	氯草敏	83.6~106.2	75.3~104.6	87.1~109.2	82.5~104.6	82.8~109.7
23	氯苯甲醚(暂定)	80.8~107.1	82.2~106.1	78.9~104.0	81.0~106.4	80.3~107.8
24	氯酞酸甲酯	82.4~104.5	76.4~103.4	84.4~107.5	82.4~103.6	82.8~108.9
25	炔草酸	80.8~99.0	74.4~97.8	79.6~101.4	80.6~99.1	80.0~99.4
26	氯甲酰草胺	82.4~108.0	80.3~107.6	82.7~106.1	84.1~108.9	82.1~107.3
27	解草酯	82.6~105.2	81.0~103.0	82.9~107.6	82.5~104.3	79.5~105.1
28	杀螟腈	78.4~101.0	85.0~108.8	88.9~105.4	85.1~102.8	83.6~102.2
29	环草敌	82.2~102.0	84.3~103.8	80.3~106.3	82.7~104.9	79.3~104.4
30	环氟菌胺	83.4~104.9	79.6~103.8	87.5~109.4	82.4~104.0	82.1~103.7
31	燕麦敌	88.7~107.8	84.0~103.0	83.0~108.1	85.2~109.7	87.5~109.9
32	禾草灵	80.5~102.6	82.3~109.4	72.8~100.9	79.0~105.3	79.7~104.8
33	百治磷	81.6~103.1	80.3~106.4	83.2~104.4	83.6~108.2	80.5~105.8
34	嘧草丹	81.0~101.7	83.9~109.3	80.1~101.0	83.9~100.8	82.2~101.7
35	乐果	83.3~106.6	78.5~105.2	82.7~101.0	85.9~107.3	82.3~109.5
36	烯酰吗啉	86.4~111.6	78.3~104.3	85.4~110.6	85.2~111.3	89.0~109.9
37	苯虫醚	80.6~109.5	83.1~102.4	84.6~99.8	84.6~107.5	80.8~102.6
38	敌噁磷	80.3~106.0	84.4~104.9	80.6~99.1	81.1~106.8	81.4~107.3
39	双苯酰草胺	78.3~102.4	87.3~105.1	85.2~109.7	78.9~103.6	79.4~100.2
40	乙拌磷	85.4~109.7	88.1~109.1	81.3~100.9	87.5~110.8	87.9~109.5
41	硫丹硫酸盐	82.8~103.0	84.0~105.7	82.8~105.5	82.9~107.6	85.8~106.2
42	氟环唑	80.3~105.9	86.4~110.9	81.7~107.9	81.1~105.1	81.4~101.6
43	S-氰戊菊酯	80.1~103.8	87.7~109.3	78.3~98.2	86.1~109.3	86.1~107.7
44	乙丁烯氟灵	86.2~110.3	88.0~109.4	85.9~104.4	85.1~109.8	87.2~111.1
45	乙硫磷	88.2~105.8	88.3~111.7	84.3~109.2	86.0~109.8	87.2~109.2
46	乙氧呋草黄	87.8~105.9	87.0~105.1	78.2~104.7	86.8~110.5	86.4~106.9
47	乙螨唑	86.0~108.9	85.1~109.9	86.3~104.2	86.7~108.9	86.7~106.4
48	咪唑菌酮	83.6~99.9	80.5~103.4	81.9~101.4	80.9~99.4	82.0~101.6

49	苯线磷	70.4~99.7	78.8~100.7	75.1~99.4	70.2~96.4	70.2~100.1
50	苯线磷砒	71.8~97.6	72.3~98.8	71.1~100.8	71.1~97.9	71.0~100.7
51	腈苯唑	83.4~104.0	80.2~105.8	79.4~103.7	78.9~103.9	83.4~103.6
52	皮蝇磷	80.0~100.3	81.1~101.5	81.1~101.8	82.3~100.2	81.8~100.3
53	噻螨酯	82.0~101.8	81.0~100.4	83.5~100.9	82.6~102.0	81.8~101.3
54	吡氟禾草灵	76.1~98.2	76.2~109.8	73.9~101.0	75.1~100.4	74.7~99.1
55	氟噻草胺	80.0~105.5	81.4~101.9	80.5~104.6	80.8~103.4	81.7~105.8
56	氟烯草酸	80.2~105.1	80.1~103.1	80.6~102.9	81.2~105.5	80.6~105.4
57	丙炔氟草胺	72.4~97.8	82.9~108.5	75.4~97.6	77.4~97.3	72.9~98.1
58	噻草酸	84.5~105.3	84.5~110.1	81.9~106.3	81.6~103.7	80.2~106.5
59	粉唑醇	81.9~105.2	80.4~105.7	80.1~105.9	84.4~105.7	82.2~105.0
60	噻唑磷	80.8~100.0	79.4~101.5	80.2~99.8	80.5~99.4	80.1~99.5
61	解草噁唑	78.7~103.3	82.4~107.3	82.0~104.2	79.1~104.9	78.8~105.6
62	苄螨醚	75.6~99.1	80.0~109.1	71.7~99.1	71.7~100.9	72.3~100.3
63	氟吡禾灵	82.9~102.7	84.4~101.6	80.5~105.6	80.6~104.2	80.1~103.8
64	七氯	83.2~98.6	80.7~98.6	81.8~98.1	80.0~99.0	80.5~99.5
65	六氯苯	82.4~106.5	82.7~109.6	86.3~105.9	84.5~110.0	83.0~105.1
66	抑霉唑	86.3~110.3	86.4~107.3	86.0~107.1	86.5~107.0	87.6~110.8
67	茚草酮	86.0~108.0	86.9~104.2	87.0~108.1	89.6~107.1	88.5~110.3
68	茚虫威	88.1~108.7	81.3~98.9	86.4~107.2	86.4~110.8	90.6~109.5
69	氯唑磷	81.4~101.6	84.1~103.6	82.3~99.6	81.1~101.8	81.0~101.7
70	异丙威	86.4~105.6	86.1~111.7	86.8~109.6	86.0~106.3	86.1~106.0
71	稻瘟灵	80.3~105.2	80.3~108.7	85.1~106.9	80.1~107.8	80.5~107.2
72	双苯恶唑酸	82.6~103.1	81.1~103.9	80.8~102.2	81.2~102.3	82.4~103.9
73	乳氟禾草灵	80.2~100.0	80.9~101.1	81.2~99.7	81.1~98.9	82.4~100.0
74	吡咯二酸二乙酯	75.2~98.3	76.6~104.1	76.2~99.0	70.2~100.7	71.8~98.9
75	噻菌胺	81.0~97.2	87.3~110.4	80.6~100.1	82.1~101.9	83.2~101.9

76	甲霜灵	82.6~105.7	84.5~108.3	82.7~105.9	79.6~105.3	78.2~100.6
77	虫螨畏	80.4~106.2	81.7~108.8	80.4~106.8	81.6~106.9	82.3~106.7
78	异丙甲草胺	87.6~110.0	86.7~108.9	88.9~108.5	86.5~110.1	86.6~106.9
79	速灭磷	83.1~101.0	81.9~105.2	85.6~102.7	82.0~102.6	78.4~103.0
80	敌草胺	80.3~106.8	84.2~102.7	81.3~106.9	87.0~104.4	82.6~105.9
81	三氯甲基吡啶	81.0~99.6	76.7~99.4	82.4~99.2	83.0~99.9	81.5~99.6
82	氟草敏	80.3~104.4	81.4~106.3	80.5~105.6	80.9~105.8	81.4~105.0
83	乙氧氟草醚	86.3~105.6	85.8~109.2	86.7~110.2	86.6~107.7	89.1~106.4
84	二甲戊灵	82.8~105.9	73.1~103.7	80.9~102.7	80.5~102.1	87.2~105.9
85	苯醚菊酯	84.0~107.8	75.4~104.6	83.8~103.7	85.1~108.7	81.3~105.1
86	甲拌磷	79.9~105.8	83.7~103.9	78.9~102.8	82.7~104.9	79.4~105.9
87	磷胺	86.3~109.6	83.2~107.9	82.0~105.7	82.8~109.7	83.0~107.8
88	啶草磷	83.9~100.5	82.1~107.7	82.0~100.6	80.0~100.9	80.0~101.9
89	茚氟酮	81.1~101.5	80.4~105.8	81.4~101.6	83.1~101.4	83.0~99.3
90	毒草胺	81.3~105.8	87.6~110.6	80.0~107.8	82.6~104.4	82.7~106.0
91	敌稗	81.8~107.2	82.6~107.2	80.2~102.2	80.0~107.5	81.2~107.6
92	丙虫磷	73.0~100.9	75.8~97.2	74.9~97.8	76.4~97.6	71.5~99.2
93	苯胺灵	84.3~109.0	81.9~105.0	85.6~107.6	81.9~104.3	85.2~104.2
94	吡菌磷	70.4~100.0	77.4~107.7	70.2~99.8	75.2~99.8	71.7~98.4
95	吡丙醚	74.6~98.6	80.9~104.7	71.9~97.6	72.9~99.6	73.0~101.0
96	咯嗪酮	84.7~106.5	80.4~105.9	86.2~109.1	85.1~106.6	82.1~103.4
97	五氯硝基苯	81.0~102.5	79.1~101.9	78.5~102.7	82.6~102.2	80.3~102.8
98	精喹禾灵	80.6~104.4	81.1~100.9	78.7~103.0	80.6~101.2	83.5~105.9
99	硅氟唑	80.1~106.0	82.6~105.8	80.6~104.9	81.2~104.7	80.6~103.1
100	硫丙磷	86.1~106.5	83.3~99.2	82.6~109.1	87.1~108.1	84.9~105.1
101	丁噻隆	80.7~107.3	81.7~105.8	80.2~105.6	83.4~106.4	81.5~107.8
102	四氯硝基苯	83.0~97.8	81.2~103.0	78.5~100.9	78.5~101.5	81.3~102.1

103	唑虫酰胺	86.5~108.2	71.3~100.3	87.7~104.3	87.9~104.4	87.6~107.2
104	三唑酮	81.8~99.8	80.0~97.3	81.9~98.2	80.2~99.9	80.6~99.4
105	三唑醇	80.8~99.4	82.2~101.7	80.2~96.9	83.2~97.9	80.2~98.8
106	野麦畏	85.4~111.6	83.3~107.9	86.4~110.1	85.2~110.0	87.9~108.1
107	脱叶磷	80.6~101.6	82.1~100.5	80.7~101.9	79.9~102.3	79.2~102.1
108	三环唑	83.4~99.5	84.0~102.5	81.0~99.8	81.5~99.9	80.8~98.3
109	灭除威	82.8~101.1	80.1~105.7	80.5~99.9	81.5~101.4	81.9~101.4
110	苯酰菌胺	89.4~102.1	80.2~106.0	88.1~106.4	85.9~106.6	86.0~108.3

附 录 F
(规范性附录)
实验室内重复性要求

表 F.1 实验室内重复性要求

被测组分含量 mg/kg	精密度 %
≤ 0.001	36
$> 0.001 \leq 0.01$	32
$> 0.01 \leq 0.1$	22
$> 0.1 \leq 1$	18
> 1	14

附 录 G
(规范性附录)
实验室间再现性要求

表 G.1 实验室间再现性要求

被测组分含量 mg/kg	精密度 %
≤ 0.001	54
$> 0.001 \leq 0.01$	46
$> 0.01 \leq 0.1$	34
$> 0.1 \leq 1$	25
> 1	19
