ICS 67.05
X 04

T/GDNB

广 东 省 农 业 标 准 化 协 会 团 体 标 准

T/GDNB XXXX—2022

植物性农产品混合样品中108种农药残留量的快速测定

高效液相色谱-串联质谱法

Rapid determination of 108 pesticides in mixed samples of plantal agricultural products by high performance chromatography-tandem mass spectrometry method

（征求意见稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

广东省农业标准化协会　发布

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广东省农业标准化协会提出并归口。

本文件起草单位：深圳市质量安全检验检测研究院、深圳市安鑫保科技有限公司、普尼测试集团、深圳市深大检测科技公司、深圳大学、广东省农业科学院农业质量标准与监测技术研究所、广东省农业标准化协会。

本文件主要起草人：宋世文等。

植物性农产品混合样品中108种农药残留量的快速测定 高效液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了植物性农产品混合样品中108种农药及代谢物残留量的高效液相色谱-串联质谱测定方法。

本文件适用于蔬菜、水果、食用菌混合样品中108种农药残留量的高效液相色谱-串联质谱法的测定，其他植物性农产品可参照执行。

本文件中的108种农药及代谢物中英文名称见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 2763-2021 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测

中华人民共和国农业部公告 2386号农药残留检测方法国家标准编制指南

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用乙腈匀浆提取，盐析离心，上清液经N-丙基乙二胺吸附剂（PSA）和GCB等分散固相萃取净化，应用高效液相色谱-串联质仪谱测定，保留时间和离子丰度比定性，外标法定量。

5 试剂与材料

所用的试剂除另有说明，均为分析纯试剂。

5.1 水：符合GB/T 6682规定的一级水指标。

5.2 乙腈(CH_3CN)：色谱纯；CAS号：75-05-8。

5.3 甲酸(CH_3COOH)：色谱纯；CAS号：64-18-6。

5.4 甲醇(CH_3OH)：色谱纯；CAS号：67-56-1。

5.5 乙酸铵(CH_3COONH_4)：色谱纯；CAS：631-61-8。

5.6 氯化钠(NaCl)：分析纯；CAS号：7647-14-5。

5.7 无水硫酸镁($MgSO_4$)：525℃煅烧4h，置于干燥器中备用；CAS号：7487-88-9。

5.8 乙二胺-N-丙基硅烷吸附剂(PSA)：粒径40 μm～60 μm。

5.9 水：符合GB/T 6682规定的一级水指标。

5.10　甲醇-水溶液(1:9，体积比)：量取 100 mL 甲醇加入 900 mL 水中，混匀。

5.11　0.1%甲酸水(含 5 mmol/L 乙酸铵溶液)：准确量取 1 mL 甲酸，称取 0.39 g 乙酸铵，用水溶解并用水定容至 1000 mL，混匀。

5.12　微孔滤膜(有机相):13 mm×0.22 μm，或相当者。

5.13　十八烷基硅烷键合硅胶(C18):粒径 40 μm～60 μm。

5.14　石墨化炭黑(GCB):粒径 40 μm～120 μm。

5.15　陶瓷均质子:2 cm(长)×1 cm(外径)，或相当者。

5.16　柠檬酸钠二水合物($C_6H_5Na_3O_7·2H_2O$)；CAS 号：6132-04-3。

柠檬酸二钠盐倍半水合物($C_6H_6Na_2O_7·1.5H_2O$)；CAS 号：6132-05-4。

5.17　农药标准品 111 种农药标准品名称和 CAS 编号见附录 E；每种农药标准品均为 1000 mg/L，纯度≥95%，-18℃冰箱保存有效期一年。

5.18　混合标准储备液 20 mg/L（其中三氯杀螨醇 100mg/L）依据农药标准品的编号（见附录 E），分为 A（编号 1-35）、B（编号 36-70）和 C（编号 71-111）三组。每组分别取 4.18 标准品（1000 mg/L）0.2 mL（其中三氯杀螨醇 1 mL）于 10 mL 容量瓶中，用丙酮定容至刻度，配制成 A、B、C 三组各 20 mg/L 混合标准储备液（其中三氯杀螨醇 100 mg/L），-18℃冰箱中保存, 有效期为 6 个月。

5.19　混合标准工作液 5mg/L（其中三氯杀螨醇 25 mg/L）分别准确吸取 4.19 A、B、C 三组标准储备液各 1.25 mL 于 5 mL 容量瓶，甲醇定容至刻度，配制成 5 mg/L 混合标准工作液(其中三氯杀螨醇 25 mg/L)，-18℃冰箱中保存，有效期为一个月。

6　试剂与材料

6.1　高效液相色谱-串联三重四级杆质谱仪，配备电喷雾离子源（ESI）；

6.2　分析天平：感量 0.01 g；

6.3　涡旋振荡器；

6.4　高速离心机，最高速度不低于 12,000 r/min；

6.5　氮吹仪；

6.6　组织捣碎机。

7　试样制备

7.1 试样制作

样品测定部位按照 GB 2763 附录 A 的规定执行。

食用菌、热带和亚热带水果（皮可食）随机取样1 kg，水生蔬菜、茎菜类蔬菜、豆类蔬菜、核果类水果、热带和亚热带水果（皮不可食）随机取样2 kg，瓜类蔬菜和普通水果取 4个～6 个个体（取样量不少于1 kg），其他蔬菜和水果随机取样3 kg。对于个体较小的样品，取样后全部处理；对于个体较大的基本均匀样品，可在对称轴或对称面上分割或切成小块后处理；取后的样品将其切碎，充分混匀，用四分法取一部分或全部用组织捣碎机粉碎后，放入聚乙烯瓶中。

7.2 单样品准备 取有代表性蔬菜水果食用菌组成样品 1 kg，先切成小块，用高速组织粉碎机，充分粉碎，取300 g，冷冻备用 。

7.3 混合样品准备 将 10 个上款备用的单样品各取 30 g，组成一个混合样品，再用高速组织粉碎机，充分粉混匀，冷冻备用。

7.4 **试样贮存**

将试样按照测试和备用分别存放，于-18 ℃及以下条件保存。

8 分析步骤

8.1 试样提取和净化

称取 20.00 g试样于 80 mL 塑料离心管中，加入 20 mL 乙腈及1颗陶瓷均质子，剧烈震荡1 min，加入4 g 无水硫酸镁、2 g 氯化钠、2 g柠檬酸钠二水合物、1 g 柠檬酸二钠盐倍半水合物，再剧烈震荡3 min 后 4500 r/min 离心5 min。定量吸取上清液 10 mL 至内含除水剂和净化材料的塑料离心管中（每毫升提取液使用 150 mg 无水硫酸镁、25 mg PSA、3.5 mg GCB），4500 r/min 离心5 min；吸取上清液4 mL，氮吹后至近干，用1 mL 丙酮：水：甲醇 2:3:5（V:V）复溶，过微孔滤膜后待测定。

8.2 液相色谱参考条件

8.2.1 色谱柱：C18(2.1 mm(内径) × 50 mm, 1.8 μm)，或相当者；

8.2.2 流动相：A 相为0.1%甲酸水-5 mmol/L 乙酸铵溶液（4.11），B 相为5 mmol/L 乙酸铵0.1%甲酸甲醇-5 mmol/L 乙酸铵溶液（4.9），流动相梯度条件见表1；

8.2.3 流速：0.3 mL/min；

8.2.4 柱温：40 ℃；

8.2.5 进样量：6 样量。

表1：流动相及其梯度条件（V_A+V_B）

时间 min	流速 mL/min	V_A %（4.11）	V_B %（4.9）
0	0.3	98	2
1.50	0.3	98	2
2.00	0.3	90	10
4.00	0.3	20	80
5.00	0.3	10	90
6.00	0.3	10	90
6.50	0.3	30	90
7.00	0.3	98	2
9.00	0.3	98	2

8.3 质谱参考条件

8.3.1 离子源类型：电喷雾离子源；

8.3.2 描方式：正离子和负离子同时扫描；

8.3.3 电喷雾电压：正离子 5500 V，负离子-4500 V；

8.3.4 离子源温度：600 ℃；

8.3.5 雾化气：60 psi；

8.3.6 辅助加热气：55 psi；

8.3.7 气帘气：40 psi；

8.3.8 多反应监测。

8.3.9 每种农药分别选择至少两个子离子。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，参见附录B；附录B 中离子对Ⅰ为定量离子对；离子对Ⅱ为定性离子对。

8.4 **基质匹配标准工作曲线**

选择与被测样品性质相同或相似的空白样品按照7.1部分进行前处理，得到空白基质溶液。精确吸取一定量的混合标准溶液，逐级用空白基质溶液稀释成质量浓度为0.002 mg/L、0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L和0.5 mg/L的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个浓度点，供液相色谱-质谱联用仪测定。以农药定量子离子的质量色谱图峰面积为纵坐标，相对应的基质匹配标准工作溶液质量浓度为横坐标，绘制基质匹配标准工作曲线。

8.5 **定性及定量**

8.5.1 **保留时间**

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

8.5.2 **离子丰度比**

在相同实验条件下进行样品测定时，如果检出的色谱峰的保留时间与标准样品相一致，并且在扣除背景后的样品质谱图中，目标化合物选择的子离子均出现，而且同一检测批次，对同一化合物，样品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2 规定的范围，则可判断样品中存在目标农药。

本方法的标准物质 LC-MS/MS 多反应监测质量色谱图参见附录 C。

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%	＞10%至≤ 20%	≤10%
允许相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

8.5.3 **定量**

外标法定量。

8.6 **试样溶液的测定**

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

8.7 **平行试验**

按照上述7.1-7.6 的步骤对同一试样第二次称量的试样进行完全相同的操作。

8.8 空白试验

除不称取试样外，按照上述7.1-7.6 的步骤进行平行操作。

9 结果计算

样品中药物残留量按以下公式计算，计算结果需扣除空白值，保留二位有效数字，计算结果≥1mg/kg时保留三位有效数字。

$$X_i=(C_i\times V_1\times V_3)\times 1000/(m\times V_2\times 1000)$$

式中：

X_i—样品中药物残留的含量（mg/kg）；

C_i—待测试样溶液中药物残留的浓度（mg/L）；

V_1—样液提取体积（mL）；

V_2—样液分取体积（mL）；

V_3—样液定容体积（mL）；

m—称取试样的重量（g）。

10 回收率、相关系数和精密度

10.1 回收率和相关系数

本方法被测组分含量≥0.1 mg/kg，回收率范围80～110%；被测组分含量＜0.1 mg/kg，回收率范围60～120%。本方法相关系数≥0.99。

10.2 精密度

实验室重复性条件下，检测结果变异系数（CV%）应符合附录 D的表 D.1要求。

实验室间再现性条件下，检测结果变异系数（CV%）应符录D的表D.2要求。

11 方法定量限

本标准方法109种农药及代谢物的定量限为0.5μg/kg～5μg/kg （参见附录A）。

附录 A
（资料性）
111 种农药及其代谢物中英文名称和方法定量限

111 种农药及其代谢物中英文名称和方法定量限，见表 A.1。

表 A.1　111 种农药及其代谢物中英文名称和方法定量限

序号	农药中文名称*	农药英文名	方法定量限 μg/kg
1	3-羟基克百威	3-hydroxy carbofuran	0.5
2	阿维菌素	abamectin	1
3	乙酰甲胺磷	acephate	0.5
4	啶虫脒	acetamiprid	1
5	炔咪菊酯	Imiprothrin	1
6	涕灭威	aldicarb	0.5
7	涕灭威砜	aldicarb sulfone	0.5
8	涕灭威亚砜	aldicarb sulfoxide	1
9	丙烯菊酯	allethrin	5
10	莠灭净	ametryn	0.5
11	嘧菌酯	azoxystrobin	1
12	苯醚菊酯	phenothrin	5
13	联苯菊酯	bifenthrin	0.5
14	生物丙烯菊酯	bioacrymethrin	1
15	生物苄呋菊酯	bioresmethrin	1
16	甲萘威	carbaryl	1
17	多菌灵	carbendazim	0.5
18	克百威	carbofuran	0.5
19	氯虫苯甲酰胺	chlorantraniliprole	0.5
20	杀虫脒	chlordimeform	0.5
21	氟啶脲	chlorfluazuron	1
22	灭幼脲	chlorbenzuron	1
23	百菌清	chlorothalonil	1
24	毒死蜱	chlorpyrifos	1
25	噻虫胺	clothianidin	1
26	蝇毒磷	coumaphos	1
27	乙螨唑	etoxazole	1
28	苯醚氰菊酯	cyphenothrin	1
29	氟氯氰菊酯[注]	cyfluthrin	1
30	氯氟氰菊酯[注]	cyhalothrin	1
31	霜脲氰	cymoxanil	1
32	氯氰菊酯[注]	cypermethrin	1
33	溴氰菊酯	deltamethrin	1
34	二嗪磷	diazinon	1
35	敌敌畏	dichlorvos	1
36	除虫脲	diflubenzuron	1

续表 A.1

序号	农药中文名称	农药英文名	方法定量限 mg/kg
37	乐果	dimethoate	0.5
38	烯酰吗啉	dimethomorph	0.5
39	呋虫胺	dinotefuran	0.5
40	甲胺基阿维菌素苯甲酸盐	emamectin benzoate	0.5
41	灭线磷	ethoprophos	0.5
42	醚菊酯	etofenprox	0.5
43	杀螟硫磷	fenitrothion	0.5
44	仲丁威	fenobucarb	0.5
45	甲氰菊酯	fenpropathrin	0.5
46	氰戊菊酯	fenvalerate	0.5
47	氟甲腈	fipronil desulfinyl	0.5
48	氟虫腈	fipronil	0.5
49	氟虫腈硫醚	fipronil sulfide	0.5
50	氟虫腈砜	fipronil sulfone	0.5
51	氟氰戊菊酯	flucythrinate	1
52	氟丙菊酯	acrinathrin	1
53	氯吡脲	forchlorfenuron	0.5
54	吡虫啉	imidacloprid	0.5
55	茚虫威	indoxacarb	0.5
56	异菌脲	iprodione	1
57	氯唑磷	isazofos	0.5
58	水胺硫磷	isocarbophos	1
59	甲基异柳磷	isofenphos-methyl	1
60	马拉硫磷	malathion	0.5
61	甲霜灵	metalaxyl	0.5
62	甲胺磷	methamidophos	0.5
63	杀扑磷	methidathion	0.5
64	灭多威	methomyl	0.5
65	久效磷	monocrotophos	0.5
66	氧化乐果	omethoate	0.5
67	噁霜灵	oxadixyl	0.5
68	多效唑	paclobutrazol	0.5
69	对硫磷	parathion	1
70	甲基对硫磷	parathion-methyl	1
71	二甲戊灵	pendimethalin	0.5
72	戊菌唑	penconazole	0.5
73	氯菊酯	permethrin	0.5
74	稻丰散	phenthoate	0.5
75	甲拌磷	phorate	0.5
76	甲拌磷砜	phorate sulfone	0.5
77	甲拌磷亚砜	phorate sulfoxide	0.5
78	伏杀硫磷	phosalone	1
79	亚胺硫磷	phosemet	1

续表 A.1

序号	农药中文名称	农药英文名	方法定量限 mg/kg
80	磷胺	phosphamidon	1
81	辛硫磷	phoxim	1
82	抗蚜威	pirimicarb	1
83	甲醚菊酯	methothrin	1
84	硫环磷	phosfolan	1
85	咪鲜胺	prochloraz	1
86	腐霉利	procymidone	1
87	丙溴磷	profenofos	1
88	霜霉威	propamocarb	1
89	克螨特	propargite	1
90	丙环唑	propiconazole	1
91	吡唑醚菌酯	pyraclostrobin	1
92	除虫菊素 I	pyrethrins I	1
93	除虫菊素 II	pyrethrins II	1
94	哒螨灵	pyridaben	1
95	嘧霉胺	pyrimethanil	1
96	喹硫磷	quinalphos	1
97	苄呋菊酯	resmethrin	1
98	治螟磷	sulfotep	1
99	氟胺氰菊酯	tau-fluvalinate	1
100	特丁硫磷砜	terbufos sulfone	1
101	虫酰肼	tebufenozide	1
102	特丁硫磷亚砜	terbufos sulfoxide	1
103	特丁硫磷	terbufos	1
104	胺菊酯	tetramethrin	5
105	甲基硫菌灵	thiophanate-methyl	1
106	三唑酮	triadimefon	1
107	三唑磷	triazophos	1
108	敌百虫	trichlorfon	1
注：氯氰菊酯、氟氯氰菊酯、氯氟氰菊酯等菊酯类农药都包括高效异构体和其他全部异构体；氰戊菊酯包括 S-氰戊菊酯。			

附录 B
(资料性)
111 种农药及其代谢物的保留时间及离子对质谱参数

111 种农药及其代谢物的保留时间及离子对质谱参数见表 B.1。表 B.1　111 种农药及其代谢物的保留时间及离子对质谱参数

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　（定量离子）	离子对 II（定性离子）	去簇电压（V）	碰撞能（V）
1	3-羟基克百威	3-hydroxy carbofuran	+	3.75	238.1/163.1	238.1/181	100	19:15
2	阿维菌素	abamectin	+	5.86	890.5/305.1	890.5/145	95	33:58
3	乙酰甲胺磷	acephate	+	2.71	184.0/143.0	184.0/125.0	50	10:26
4	啶虫脒	acetamiprid	+	3.77	223.2/126.0	223.2/99.0	40	27:50
5	炔咪菊酯	Imiprothrin	+	4.7	319.2/151.1	319.2/123.1	70	11:18
6	涕灭威	aldicarb	+	4.03	208.2/116.1	208.2/89.1	35	10:22
7	涕灭威砜	aldicarb sulfone	+	3.23	223.1/86.1	223.1/148	70	20:12
8	涕灭威亚砜	aldicarb sulfoxide	+	3.13	207.1/132.1	207.1/89.1	44	9:19
9	丙烯菊酯	allethrin	+	5.33	303.0/135.0	303.0/123.0	80	18:25
10	莠灭净	ametryn	+	4.41	228.1/186.1	228.1/96.0	91	21:35
11	嘧菌酯	azoxystrobin	+	4.52	404.1/372.1	404.1/344.1	80	20:34
12	苯醚菊酯	phenothrin	+	5.96	351.0/183.0	351.0/237.0	80	25:25
13	联苯菊酯	bifenthrin	+	6.18	440.2/181.1	441.0/166.1	46	19：71
14	生物丙烯菊酯	bioacrymethrin	+	5.32	303.2/134.9	303.2/151.0	100	14:12
15	生物苄呋菊酯	bioresmethrin	+	5.83	339.2/171.1	339.2/128.1	70	21:57
16	甲萘威	carbaryl	+	4.3	202.1/145.1	202.1/127.1	45	16:40
17	多菌灵	carbendazim	+	3.4	192.1/160.1	192.1/132.1	75	25:39
18	克百威	carbofuran	+	4.21	222.3/165.1	222.3/123.1	40	16:28
19	氯虫苯甲酰胺	chlorantraniliprole	+	4.47	482.1/283.8	482.1/450.9	90	18:20
20	杀虫脒	chlordimeform	+	3.54	197.1/117.0	197.1/152.1	87	37:24
21	氟啶脲	chlorfluazuron	+	5.65	540.0/383.0	540.0/158.0	110	30:27
22	灭幼脲	chlorbenzuron	+	4.93	309.0/156.0	309.0/139.0	75	20:44
23	百菌清	chlorothalonil	−	4.51	244.6/181.9	244.6/175.0	-80	-38：-35
24	毒死蜱	chlorpyrifos	+	5.44	350.0/197.9	350.0/96.9	82	29:49
25	噻虫胺	clothianidin	+	3.43	292.0/211.0	292.0/181.0	60	18:32
26	蝇毒磷	coumaphos	+	4.91	363.0/227.0	363.0/307.0	100	36:25
27	乙螨唑	etoxazole	+	5.47	360.1/141.0	360.1/57.2	96	45:45
28	苯醚氰菊酯	cyphenothrin	+	5.72	393.2/123.3	393.2/151.1	30	32:18
29	氟氯氰菊酯	cyfluthrin	+	5.54	451.0/191.0	453.0/193.0	40	19:19
30	氯氟氰菊酯	cyhalothrin	+	5.54	467.1/225.0	469.1/227.0	45	20:20
31	霜脲氰	cymoxanil	+	3.87	199.1/128.0	199.1/111.0	59	13:25
32	氯氰菊酯	cypermethrin	+	5.6	433.2/191.0	435.1/193.0	41	21:20

续 表 B.1

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 （定量离子）	离子对 II（定性离子）	去簇电压（V）	碰撞能（V）
33	溴氰菊酯	deltamethrin	+	5.64	523.0/281.0	525.0/283.0	60	25:25
34	二嗪磷	diazinon	+	4.93	305.1/169.2	305.1/153.1	60	29:30
35	敌敌畏	dichlorvos	+	4.19	221.0/108.0	221.0/127.0	70	23:25
36	除虫脲	diflubenzuron	+	4.86	311.0/158.0	311.0/141.2	72	21:47
37	乐果	dimethoate	+	3.78	230.0/125.0	230.0/199.0	56	29:13
38	烯酰吗啉	dimethomorph	+	4.6	388.2/301.1	388.2/165.2	86	25:45
39	呋虫胺	dinotefuran	+	3.16	203/129	203/113	60	21:10
40	甲胺基阿维菌素苯甲酸盐	emamectin benzoate	+	5.14	886.2/158.2	886.2/126.1	80	40:40
41	灭线磷	ethoprophos	+	4.58	243.0/97.0	243.0/131.0	51	29:41
42	醚菊酯	etofenprox	+	6.09	394.0/177.0	394.0/135.0	60	23:37
43	杀螟硫磷	fenitrothion	+	4.7	278.0/125.0	278.0/246.0	85	23:22
44	仲丁威	fenobucarb	+	4.86	208.2/95.0	208.2/152.1	50	21:12
45	甲氰菊酯	fenpropathrin	+	5.53	367.2/125.1	367.2/350.1	41	23:11
46	氰戊菊酯	fenvalerate	+	5.7	437.0/167.0	439.0/169.0	40	19:19
47	氟甲腈	fipronil desulfinyl	−	4.75	418.9/261.9	418.9/382.9	-38	-28：-14
48	氟虫腈	fipronil	−	4.82	434.9/329.9	434.9/250.0	-2	-16：-28
49	氟虫腈硫醚	fipronil sulfide	−	4.82	387.2/351.0	387.2/282.1	-60	-19：-46
50	氟虫腈砜	fipronil sulfone	−	4.88	450.8/282.0	450.8/414.9	-40	-28：-16
51	氟氰戊菊酯	flucythrinate	+	5.4	469.0/199.0	469.0/412.0	50	25:16
52	氟丙菊酯	acrinathrin	+	5.67	559.0/208.0	559.0/181.0	65	16:33
53	氯吡脲	forchlorfenuron	+	4.49	248.1/129.1	248.1/93.0	90	47:25
54	吡虫啉	imidacloprid	+	3.64	256.1/175.1	256.1/209.1	40	25:23
55	茚虫威	indoxacarb	+	5.01	528.1/203	528.1/249	71	51:24
56	异菌脲	iprodione	+	4.84	330.1/245.0	330.1/288.0	85	21:16
57	氯唑磷	isazofos	+	4.69	313.8/162.2	313.8/97.0	110	24:45
58	水胺硫磷	isocarbophos	+	4.44	290.0/231.0	290.0/121.0	49	16:37
59	甲基异柳磷	isofenphos-methyl	+	4.86	332.0/231.0	332.0/273.0	20	20:09
60	马拉硫磷	malathion	+	4.64	331.0/127.0	331.0/285.0	60	13:18
61	甲霜灵	metalaxyl	+	4.44	280.1/220.2	280.1/192.2	50	19:25
62	甲胺磷	methamidophos	+	1.58	142.1/94.0	142.1/112.0	81	19:15
63	杀扑磷	methidathion	+	4.5	303.1/145.0	303.1/85.1	50	15:32
64	灭多威	methomyl	+	3.35	163.2/88.1	163.2/106.1	40	11:13

续 表 B.1

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 （定量离子）	离子对 II（定性离子）	去簇电压（V）	碰撞能（V）
65	久效磷	monocrotophos	+	3.25	224.1/127.0	224.1/98.0	71	21:17
66	氧化乐果	omethoate	+	3.01	214.0/182.9	214.0/108.0	56	16:36
67	噁霜灵	oxadixyl	+	4.04	279.2/219.2	279.2/132.1	66	15:41
68	多效唑	paclobutrazol	+	4.64	294.0/70.0	294.0/125.0	90	50:55
69	对硫磷	parathion	+	4.87	292.0/236.0	292.0/264.0	80	20:15
70	甲基对硫磷	parathion-methyl	+	4.6	264.0/232.0	264.0/125.0	85	25:23
71	二甲戊灵	pendimethalin	+	5.47	282.1/212.0	282.1/194.0	45	15:25
72	戊菌唑	penconazole	+	4.91	284.1/159.0	284.1/70.0	60	38:37
73	氯菊酯	permethrin	+	5.87	408.2/183.1	408.2/355.2	50	22:12
74	稻丰散	phenthoate	+	4.84	321.1/135.1	321.1/163.1	60	25:15
75	甲拌磷	phorate	+	5.03	261.0/75.0	261.0/199.0	51	21:10
76	甲拌磷砜	phorate sulfone	+	4.41	293.0/96.9	293.0/115.0	65	46:28
77	甲拌磷亚砜	phorate sulfoxide	+	4.36	276.9/96.9	276.9/114.7	55	45:28
78	伏杀硫磷	phosalone	+	4.99	368.0/182.0	368.0/322.0	71	20:13
79	亚胺硫磷	phosemet	+	4.54	318.0/160.0	318.0/133.0	61	17:49
80	磷胺	phosphamidon	+	4.06	300.0/174.0	300.0/126.9	75	19:36
81	辛硫磷	phoxim	+	4.98	299.0/77.0	299.0/97.0	55	47:33
82	抗蚜威	pirimicarb	+	4.03	239.2/71.9	239.2/182.2	75	32:22
83	甲醚菊酯	methothrin	+	5.32	303.2/135.1	303.2/105.0	65	20:41
84	硫环磷	phosfolan	+	3.69	256.2/168.0	256.2/140.0	64	24:33
85	咪鲜胺	prochloraz	+	4.94	376.1/308.0	376.1/266.0	50	16:22
86	腐霉利	procymidone	+	4.77	284.0/256.0	284.0/228.0	80	22:28
87	丙溴磷	profenofos	+	5.23	372.9/302.9	372.9/345.2	80	25:18
88	霜霉威	propamocarb	+	3.05	189.2/102.1	189.2/144.2	60	24:17
89	克螨特	propargite	+	5.47	368.0/231.0	368.0/175.0	60	15:22
90	丙环唑	propiconazole	+	4.94	342.1/159.0	342.1/69.1	110	45:24
91	吡唑醚菌酯	pyraclostrobin	+	4.94	388.0/194.0	388.0/163.0	51	19:29
92	除虫菊素 I	pyrethrins I	+	5.54	329.2/161.1	329.2/133.1	75	13:22
93	除虫菊素 II	pyrethrins II	+	5.05	373.2/161.1	373.2/133.1	75	13:22
94	哒螨灵	pyridaben	+	5.72	365.0/147.0	365.0/309.0	66	31:19
95	嘧霉胺	pyrimethanil	+	4.54	200.0/107.0	200.0/82.0	91	33:35
96	喹硫磷	quinalphos	+	4.87	299.1/271.0	299.1/163.0	130	19:33
97	苄呋菊酯	resmethrin	+	5.83	339.2/171	339.2/143	175	19:32
98	治螟磷	sulfotep	+	4.57	323.0/115.0	323.0/171.1	70	43:21
99	氟胺氰菊酯	tau-fluvalinate	+	5.8	503.0/208.0	503.0/181.0	92	17:40
100	特丁硫磷砜	terbufos sulfone	+	4.56	305.0/186.9	305.0/243.1	60	14:09
101	虫酰肼	tebufenozide	+	4.81	353.1/133.1	353.1/297.1	60	30:11

续 表 B.1

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 （定量离子）	离子对 II（定性离子）	去簇电压（V）	碰撞能（V）
102	特丁硫磷亚砜	terbufos sulfoxide	+	4.55	321.1/171.0	321.1/143.1	100	20:26
103	特丁硫磷	terbufos	+	5.29	289.0/103.0	289.0/232.8	70	9:08
104	胺菊酯	tetramethrin	+	5.23	349.1/164.0	349.1/135.0	56	25:30
105	甲基硫菌灵	thiophanate-methyl	+	4.18	343.1/151.1	343.1/311.1	60	24:14
106	三唑酮	triadimefon	+	4.67	294.0/197.0	294.0/225.0	76	21:19
107	三唑磷	triazophos	+	4.72	314.0/162.0	314.0/119.1	70	25:47
108	敌百虫	trichlorfon	+	2.81	274.0/108.9	274.0/220.9	25	27:22

附录 C

（规范性）

实验室内重复性和实验室间再现性要求

实验室内重复性要求见表 C.1。

表 C.1 实验室内重复性要求

被测组分含量 mg/kg	实验室内变异系数（CV） %
≤0.001	43
>0.001≤0.01	30
>0.01≤0.1	21
>0.1≤1	15
>1	11
注：来源于 GB/T 27404-2008 附录 F。	

实验室内再现性要求见表 C.2。表 C.2 实验室间再现性要求

被测组分含量 mg/kg	实验室间变异系数（CV） %
≤0.001	54
>0.001≤0.01	46
>0.01≤0.1	34
>0.1≤1	25
>1	19
注：来源于农业部公告 2386 号 《农药残留检测方法国家标准编制指南》 （附录 A）	

附录 D

（资料性）

111 种农药及其代谢物中文名称顺序对照索引、CAS 编号和分子式

111 种农药及其代谢物中文名称顺序对照索引、CAS 编号和分子式，见表 D.1

表 D.1 111 种农药及其代谢物中文名称顺序对照索引、CAS 编号和分子式(按中文字母顺序）

中文顺序编号	农药名称	农药英文名	CAS 号	分子式
1	3-羟基克百威	3-hydroxy carbofuran	16655-82-6	$C_{12}H_{15}NO_4$
2	阿维菌素	abamectin	65195-55-3	$C_{48}H_{72}O_{14}$
3	胺菊酯	tetramethrin	7696-12-0	$C_{19}H_{25}NO_4$
4	百菌清	chlorothalonil	1897-45-6	$C_8Cl_4N_2$
5	苯醚菊酯	phenothrin	26002-80-2	$C_{23}H_{26}O_3$
6	苯醚氰菊酯	cyphenothrin	39515-40-7	$C_{24}H_{25}NO_3$
7	吡虫啉	imidacloprid	138261-41-3	$C_9H_{10}ClN_5O_2$
8	吡唑醚菌酯	pyraclostrobin	175013-18-0	$C_{19}H_{18}ClN_3O_4$
9	苄呋菊酯	resmethrin	10543-86-8	$C_{22}H_{26}O_3$
10	丙环唑	propiconazole	60207-90-1	$C_{15}H_{17}Cl_2N_3O_2$
11	丙烯菊酯	allethrin	584-79-2	$C_{19}H_{26}O_3$
12	丙溴磷	profenofos	41198-08-7	$C_{11}H_{15}BrClO_3PS$
13	虫酰肼	tebufenozide	112410-23-8	$C_{22}H_{28}N_2O_2$
14	除虫菊素 I	pyrethrins I	121-21-1	$C_{21}H_{28}O_3$
15	除虫菊素 II	pyrethrins II	121-29-9	$C_{22}H_{28}O_5$
16	除虫脲	diflubenzuron	35367-38-5	$C_{14}H_9ClF_2N_2O_2$
17	哒螨灵	pyridaben	96489-71-3	$C_{19}H_{25}ClN_2OS$
18	稻丰散	phenthoate	13376-78-8	$C_{12}H_{17}O_4PS_2$
19	敌百虫	trichlorfon	52-68-6	$C_4H_8Cl_3O_4P$
20	敌敌畏	dichlorvos	62-73-7	$C_4H_7Cl_2O_4P$
21	啶虫脒	acetamiprid	135410-20-7	$C_{10}H_{11}ClN_4$
22	毒死蜱	chlorpyrifos	2921-88-2	$C_9H_{11}Cl_3NO_3PS$
23	对硫磷	parathion	56-38-2	$C_{10}H_{14}NO_5PS$
24	多菌灵	carbendazim	10605-21-7	$C_9H_9N_3O_2$
25	多效唑	paclobutrazol	76738-62-0	$C_{15}H_{20}ClN_3O$
26	噁霜灵	oxadixyl	77732-09-3	$C_{14}H_{18}N_2O_4$
27	二甲戊灵	pendimethalin	40487-42-1	$C_{13}H_{19}N_3O_4$
28	二嗪磷	diazinon	333-41-5	$C_{12}H_{21}N_2O_3PS$
29	呋虫胺	dinotefuran	165252-70-0	$C_7H_{14}N_4O_3$
30	伏杀硫磷	phosalone	2310-17-0	$C_{12}H_{15}ClNO_4PS_2$
31	氟胺氰菊酯	tau-fluvalinate	102851-06-9	$C_{26}H_{22}ClF_3N_2O_3$
32	氟丙菊酯	acrinathrin	101007-06-1	$C_{26}H_{21}F_6NO_5$
33	氟虫腈	fipronil	120068-37-3	$C_{12}H_4Cl_2F_6N_4OS$
34	氟虫腈砜	fipronil sulfone	120068-36-2	$C_{12}H_4Cl_2F_6N_4O_2S$

表 D.1（续）

中文顺序	农药名称	农药英文名	CAS 号	分子式
35	氟虫腈硫醚	fipronil sulfide	120067-83-6	$C_{12}H_4Cl_2F_6N_4S$
36	氟啶脲	chlorfluazuron	71422-67-8	$C_{20}H_9Cl_3F_5N_3O_3$
37	氟甲腈	fipronil desulfinyl	205650-65-3	$C_{12}H_4Cl_2F_6N_4$
38	氟氯氰菊酯	cyfluthrin	68359-37-5	$C_{22}H_{18}Cl_2FNO_3$
39	氟氰戊菊酯	flucythrinate	70124-77-5	$C_{26}H_{23}F_2NO_4$
40	腐霉利	procymidone	32809-16-8	$C_{13}H_{11}Cl_2NO_2$
41	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	emamectin benzoate	155569-91-8	$C_{49}H_{77}NO_{13}$
42	甲胺磷	methamidophos	10265-92-6	$C_2H_8NO_2PS$
43	甲拌磷	phorate	298-02-2	$C_7H_{17}O_2PS_3$
44	甲拌磷砜	phorate sulfone	251386	$C_7H_{17}O_4PS_3$
45	甲拌磷亚砜	phorate sulfoxide	251417	$C_7H_{17}O_4PS_2$
46	甲基对硫磷	parathion-methyl	298-00-0	$C_8H_{10}NO_5PS$
47	甲基硫菌灵	thiophanate-methyl	23564-05-8	$C_{12}H_{14}N_4O_4S_2$
48	甲基异柳磷	isofenphos-methyl	101365-44-0	$C_{14}H_{22}NO_4PS$
49	甲醚菊酯	methothrin	34388-29-9	$C_{19}H_{26}O_3$
50	甲萘威	carbaryl	63-25-2	$C_{12}H_{11}NO_2$
51	甲氰菊酯	fenpropathrin	64257-84-7	$C_{22}H_{23}NO_3$
52	甲霜灵	metalaxyl	57837-19-1	$C_{15}H_{21}NO_4$
53	久效磷	monocrotophos	2157-98-4	$C_7H_{14}NO_5P$
54	抗蚜威	pirimicarb	23103-98-2	$C_{11}H_{18}N_4O_2$
55	克百威	carbofuran	1563-66-2	$C_{12}H_{15}NO_3$
56	克螨特	propargite	2312-35-8	$C_{19}H_{26}O_4S$
57	喹硫磷	quinalphos	13593-03-8	$C_{12}H_{15}N_2O_3PS$
58	乐果	dimethoate	60-51-5	$C_5H_{12}NO_3PS_2$
59	联苯菊酯	bifenthrin	82657-04-3	$C_{23}H_{22}ClF_3O_2$
60	磷胺	phosphamidon	13171-21-6	$C_{10}H_{19}ClNO_5P$
61	硫环磷	phosfolan	947-02-4	$C_7H_{14}NO_3PS_2$
62	氯吡脲	forchlorfenuron	68157-60-8	$C_{12}H_{10}ClN_3O$
63	氯虫苯甲酰胺	chlorantraniliprole	500008-45-7	$C_{18}H_{14}BrCl_2N_5O_2$
64	氯氟氰菊酯	cyhalothrin	68085-85-8	$C_{23}H_{19}ClF_3NO_3$
65	氯菊酯	permethrin	52645-53-1	$C_{21}H_{20}Cl_2O_3$
66	氯氰菊酯	cypermethrin	71697-59-1	$C_{22}H_{19}Cl_2NO_3$
67	氯唑磷	isazofos	42509-80-8	$C_9H_{17}ClN_3O_3PS$
68	马拉硫磷	malathion	121-75-5	$C_{10}H_{19}O_6PS_2$
69	咪鲜胺	prochloraz	67747-09-5	$C_{15}H_{16}Cl_3N_3O_2$
70	醚菊酯	etofenprox	80844-07-1	$C_{25}H_{28}O_3$
71	嘧菌酯	azoxystrobin	131860-33-8	$C_{22}H_{17}N_3O_5$

表 D.1（续）

中文顺序	农药名称	农药英文名	CAS 号	分子式
72	嘧霉胺	pyrimethanil	53112-28-0	$C_{12}H_{13}N_3$
73	灭线磷	ethoprophos	13194-48-4	$C_8H_{19}O_2PS_2$
74	灭蝇胺	cyromazine	66215-27-8	$C_6H_{10}N_6$
75	灭幼脲	chlorbenzuron	57160-47-1	$C_{14}H_{10}Cl_2N_2O_2$
76	氰戊菊酯	fenvalerate	51630-58-1	$C_{25}H_{22}ClNO_3$
77	炔咪菊酯	Imiprothrin	72963-72-5	$C_{17}H_{22}N_2O_4$
78	噻虫胺	clothianidin	153719-23-4	$C_8H_{10}ClN_5O_2S$
79	三唑磷	triazophos	24017-47-8	$C_{12}H_{16}N_3O_3PS$
80	三唑酮	triadimefon	43121-43-3	$C_{14}H_{16}ClN_3O_2$
81	杀虫脒	chlordimeform	6164-98-3	$C_{10}H_{13}ClN_2$
82	杀螟硫磷	fenitrothion	2255-17-6	$C_9H_{12}NO_5PS$
83	杀扑磷	methidathion	950-37-8	$C_6H_{11}N_2O_4PS_3$
84	生物苄呋菊酯	bioresmethrin	28434-01-7	$C_{22}H_{26}O_3$
85	生物丙烯菊酯	bioacrymethrin	28434-00-6	$C_{19}H_{26}O_3$
86	霜霉威	propamocarb	24579-73-5	$C_9H_{20}N_2O_2$
87	霜脲氰	cymoxanil	57966-95-7	$C_7H_{10}N_4O_3$
88	水胺硫磷	isocarbophos	24353-61-5	$C_{11}H_{16}NO_4PS$
89	特丁硫磷	terbufos	13071-79-9	$C_9H_{21}O_2PS_3$
90	特丁硫磷砜	terbufos sulfone	56070-16-7	$C_9H_{21}O_4PS_3$
91	特丁硫磷亚砜	terbufos sulfoxide	10548-10-4	$C_9H_{21}O_3PS_3$
92	涕灭威	aldicarb	116-06-3	$C_7H_{14}N_2O_2S$
93	涕灭威砜	aldicarb sulfone	1646-88-4	$C_7H_{14}N_2O_4S$
94	涕灭威亚砜	aldicarb sulfoxide	1646-87-3	$C_7H_{14}N_2O_3S$
95	戊菌唑	penconazole	66246-88-6	$C_{13}H_{15}Cl_2N_3$
96	烯酰吗啉	dimethomorph	110488-70-5	$C_{21}H_{22}ClNO_4$
97	辛硫磷	phoxim	14816-18-3	$C_{12}H_{15}N_2O_3PS$
98	溴氰菊酯	deltamethrin	52918-63-5	$C_{22}H_{19}Br_2NO_3$
99	亚胺硫磷	phosemet	732-11-6	$C_{11}H_{12}NO_4PS_2$
100	氧化乐果	omethoate	1113-02-6	$C_5H_{12}NO_4PS$
101	乙螨唑	etoxazole	153233-91-1	$C_{21}H_{23}F_2NO_2$
102	乙酰甲胺磷	acephate	30560-19-1	$C_4H_{10}NO_3PS$
103	异菌脲	iprodione	36734-19-7	$C_{13}H_{13}Cl_2N_3O_3$
104	茚虫威	indoxacarb	144171-61-9	$C_{22}H_{17}ClF_3N_3O_7$
105	蝇毒磷	coumaphos	56-72-4	$C_{14}H_{16}ClO_5PS$
106	莠灭净	ametryn	834-12-8	$C_9H_{17}N_5S$
107	治螟磷	sulfotep	3689-24-5	$C_8H_{20}O_5P_2S_2$
108	仲丁威	fenobucarb	3766-81-2	$C_{12}H_{17}NO_2$