ICS 65.100
CCS G 20/29

团 体 标 准

T/GDFCA XXX—2023

农药中涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威、氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚、甲拌磷砜、甲拌磷亚砜的测定

Determination of aldicarbide, aldicarb sulfoxide,3-hydroxycarboxyl, fluoronitrile, fipronil sulfone, fipronil sulfide, methyl sulfone, methyl phosphorous sulfoxide in pesticide

2023 - xx - xx 发布 2023 - xx - xx 实施

广东省食品流通协会 发 布

前　　言

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

本文件分为四部分：

——第1部分：农药中涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威的测定　液相色谱法

——第2部分：农药中氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚的测定　气相色谱法

——第3部分：农药中甲拌磷砜、甲拌磷亚砜的测定　液相色谱法

——第4部分：农药中涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威、氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚、甲拌磷砜、甲拌磷亚砜的测定　液相色谱-质谱法

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。

本文件由广东省食品流通协会提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

农药中涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威、氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚、甲拌磷砜、甲拌磷亚砜

第 1 部分：农药中涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威的测定 液相色谱法

1 范围

本文件规定农药产品中涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威含量测定的液相色谱法。

本文件适用于农药制剂中涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威含量的测定。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用甲醇提取，稀释，液相色谱仪检测，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 甲醇（CH_3OH，CAS 号：67-56-1）：色谱纯。

5.2 氢氧化钠（NaOH，CAS 号：1310-73-2）。

5.3 邻苯二甲醛（$C_8H_6O_2$，CAS 号：643-79-8）。

5.4 2-二甲胺基乙硫醇盐酸盐（$C_4H_{12}ClNS$，CAS 号：13242-44-9）。

5.5 十水四硼酸钠（$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$，CAS 号：1303-96-4）。

5.6 溶液配制：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 1000 mL，混匀；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 1000 mL，混匀；OPA 试剂：称取 50.0 mg 邻苯二甲醛，溶于 5mL 甲醇中，混匀，再称取 1.0 g 2-二甲胺基乙硫醇盐酸盐，溶于 5 mL 十水四硼酸钠溶液（4 g/L），混匀，将邻苯二甲醛溶液和 2-二甲胺基乙硫醇盐酸盐溶液倒入 490 mL 十水四硼酸钠溶液（4g/L）中，混匀。

5.7 标准物质：涕灭威砜标准物质，纯度≥98 %；涕灭威亚砜标准物质，纯度≥98 %；3-羟基克百威标准物质，纯度≥98 %（标准物质可以使用满足溯源要求的商品化标准溶液）。

5.8 标准储备液（1000 mg/L）：分别准确称取 10 mg（精确至 0.1 mg）涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威标准物质，用甲醇（5.1）溶解并定容到 10 mL。标准储备液避光于≤-18 ℃下储存，有效期 3 个月。

5.9 标准混合储备液（5 mg/L）：分别吸取涕灭威砜、涕灭威亚砜和 3-羟基克百威标准储备液（5.8）0.10 mL 至 20 mL 容量瓶中，用甲醇（5.1）稀释定容至 20 mL.标准储备液避光于≤-18 ℃下储存，有效期 1 个月。
5.10 标准系列工作溶液：分别吸取适量的涕灭威砜、涕灭威亚砜和 3-羟基克百威混合标准储备液（5.9）至 5 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，配成 0.01mg/L、0.02mg/L、0.05mg/L、0.1mg/L、0.5mg/L、1.0 mg/L 的标准工作溶液（可根据样品含量适当调节溶液的浓度），临用现配。

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱仪：配有柱后衍生反应装置和荧光检测器（FLD）。
6.2 分析天平：感量 0.001 g 和 0.000 1 g。
6.3 超声波清洗器。
6.4 高速离心机：转速不低于 8 000 r/min。
6.5 微孔滤膜：孔径 0.22 μm。
6.6 其它实验室常用器皿：如离心管，移液器等。

7 测定步骤

7.1 样品预处理

准确称取0.1 g（精确至0.0001 g），置于50 mL离心管中，加入甲醇10 mL，涡旋振荡2 min，在超声水浴温度30 ℃～40 ℃条件下超声处理30 min，取出放冷至室温，摇匀，过微孔滤膜，待测(可根据试样含量作合理稀释）。

7.2 液相色谱参考条件

7.2.1 色谱柱：INERTSIL ODS-3 色谱柱（250 mm×4.6 mm，5 μm），或性能相当者。
7.2.2 柱温：40 ℃。
7.2.3 荧光检测器：λ_{ex}=330 nm，λ_{em}=465 nm。
7.2.4 进样量：20 μL。
7.2.5 流速：0.8 mL/min。
7.2.6 柱后衍生：0.05 mol/L 氢氧化钠溶液，0.25 mL/min；OPA 试剂，0.25 mL/min；水解温度 80 ℃；衍生温度：室温。
7.2.7 流动相及梯度洗脱条件见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱条件

时间/min	V（水）/%	V（甲醇）/%
0	85	15
2	75	25
8	75	25
9	60	40
10	55	45
19	20	80
25	20	80
26	85	15

7.3 液相色谱测定

按照上述色谱条件，分别对标准工作溶液和样品试液进行检测，得到相应的标准工作液和样品试液中待测目标化合物的色谱峰面积，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线；以保留时间对样品进行定性，标准曲线外标法对样品定量。当检测样品基质复杂，杂质干扰后续检测时，可适当调整色谱条件。典型色谱图参见附录B。

7.4 空白试验

除不加试样外，采用与试样完全相同的分析步骤进行。

8 结果计算和表述

试样中各农药的含量按式（1）计算：

$$X = (c - c_0) \times V \times F / m \cdots\cdots (1)$$

式中：

X——试样中被测农药含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c——根据标准曲线测得样品溶液被测农药质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0——根据标准曲线测得空白溶液被测农药质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V——样品定容体积，单位为毫升（mL）；

F——样品溶液稀释倍数；

m——试样的质量，单位为克（g）。

计算结果应扣除空白值，计算结果用平行测定的算数平均值表示，保留三位有效数字。

9 检出限、定量限

当试样质量为0.1 g，定容体积为10 mL时，本方法的涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威定量限均为1.0 mg/kg；空白试验应无干扰。

10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的10%。

11 回收率

本方法线性范围为0.01 mg/L～1 mg/L，标准曲线相关系数≥0.995，回收率范围为70 %～120%。

第 2 部分：农药中氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定农药产品中氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚含量测定的气相色谱法。

本文件适用于农药制剂中氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚含量的测定。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用甲醇提取，稀释，气相色谱仪检测，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 乙酸乙酯（$C_4H_8O_2$，CAS 号：141-78-6）：色谱纯。

5.2 标准物质：氟甲腈标准物质，纯度≥98 %；氟虫腈砜标准物质，纯度≥98 %；氟虫腈硫醚标准物质，纯度≥98 %（标准物质可以使用满足溯源要求的商品化标准溶液）。

5.3 标准储备液（1000 mg/L）：分别准确称取 10 mg（精确至 0.1 mg）氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚标准物质，用乙酸乙酯（5.1）溶解并定容到 10 mL。标准储备液避光于≤-18 ℃下储存，有效期 3 个月。

5.4 标准混合储备液（10 mg/L）：分别吸取氟甲腈、氟虫腈砜和氟虫腈硫醚标准储备液（5.3）0.10 mL 至 10 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯（5.1）稀释定容至 10 mL.标准储备液避光于≤-18 ℃下储存，有效期 1 个月。

5.5 标准系列工作溶液：分别吸取适量的氟甲腈、氟虫腈砜和氟虫腈硫醚标准混合储备液（5.4）至 5 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯稀释至刻度，配成 0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L 的标准工作溶液（可根据样品含量适当调节溶液的浓度），临用现配。

6 仪器和设备

6.1 气相相色谱仪：配有电子捕获检测器（ECD）。

6.2 分析天平：感量 0.001 g 和 0.000 1 g。

6.3 超声波清洗器。

6.4 高速离心机：转速不低于 8 000 r/min。

6.5 微孔滤膜：孔径 0.22 μm，有机相。

6.6 其它实验室常用器皿：如离心管，移液器等。

7 测定步骤

7.1 样品预处理

准确称取0.1 g（精确至0.0001 g），置于50 mL离心管中，加入乙酸乙酯10 mL，涡旋振荡2 min，在超声水浴温度30 ℃～40 ℃条件下超声处理30 min，取出放冷至室温，摇匀，稀释10倍，过微孔滤膜，待测(可根据试样含量作合理稀释）。

7.2 气相色谱参考条件

7.2.1 色谱柱：毛细管色谱柱 DB-CLP1（30 m×0.32 mm×0.25 μm），或性能相当者。

7.2.2 进样方式：6:1 分流进样。

7.2.3 载气：氮气，纯度：99.999%。
7.2.4 柱流速：2.0 ml/min，尾吹为 60 mL/min，检测器温度：300 ℃；。
7.2.5 程序升温：起始 60 ℃，保持 2 min，以 30 ℃/min 升温至 150 ℃，再以 10 ℃/min 升温至 250 ℃，保持 3 min。
7.2.6 进样量：1.0 μL。

7.3 气相色谱测定

按照上述色谱条件分别对标准工作溶液和样品试液进行检测，得到相应的标准工作液和样品试液中待测目标化合物的色谱峰面积，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线；以保留时间对样品进行定性，标准曲线外标法对样品定量。当检测样品基质复杂，杂质干扰后续检测时，可适当调整色谱条件。典型色谱图参见附录B。

7.4 空白试验

除不加试样外,采用与试样完全相同的分析步骤进行。

8 结果计算和表述

试样中各农药的含量按式（1）计算：

$$X = (c - c_0) \times V \times F / m \cdots\cdots (1)$$

式中：
X——试样中被测农药含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
c——根据标准曲线测得样品溶液被测农药质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
c_0——根据标准曲线测得空白溶液被测农药质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
V——样品定容体积，单位为毫升（mL）；
F——样品溶液稀释倍数；
m——试样的质量，单位为克（g）。
计算结果应扣除空白值，计算结果用平行测定的算数平均值表示，保留三位有效数字。

9 检出限、定量限

当试样质量为0.1 g，定容体积为10 mL，再稀释10倍时，本方法的氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚定量限均为10.0 mg/kg；空白试验应无干扰。

10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的10 %。

11 回收率

本方法线性范围为0.01 mg/kg～0.50 mg/kg，标准曲线相关系数≥0.995，回收率范围为70 %～120 %。

第 3 部分：农药中甲拌磷砜、甲拌磷亚砜的测定 液相色谱法

1 范围

本文件规定农药产品中甲拌磷砜、甲拌磷亚砜含量测定的液相色谱法。
本文件适用于农药制剂中甲拌磷砜、甲拌磷亚砜含量的测定。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用甲醇提取，稀释，液相色谱仪检测，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 甲醇（CH_3OH，CAS 号：67-56-1）：色谱纯。
5.2 甲酸铵（$HCOONH_4$，CSA 号：540-69-2），分析纯。
5.3 标准物质：甲拌磷砜标准物质，纯度≥98 %；甲拌磷亚砜标准物质，纯度≥98 %（标准物质可以使用满足溯源要求的商品化标准溶液）。
5.4 标准储备液（1000 mg/L）：分别准确称取 10 mg（精确至 0.1 mg）甲拌磷砜、甲拌磷亚砜标准物质，用甲醇（5.1）溶解并定容到 10 mL，混合均匀，得到甲拌磷砜、甲拌磷亚砜标准储备液。标准储备液避光于≤-18 ℃下储存，有效期 3 个月。
5.5 标准系列工作溶液：吸取适量的各农药标准储备液（5.4）至 10 mL 容量瓶中，用（2:8，体积比）甲醇水溶液释至刻度，配成 1.0 mg/L、2.0 mg/L 、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L 的标准工作溶液（可根据样品含量适当调节溶液的浓度），临用现配。

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器。
6.2 分析天平：感量 0.001 g 和 0.000 1 g。
6.3 超声波清洗器。
6.4 高速离心机：转速不低于 8 000 r/min。
6.5 微孔滤膜：孔径 0.22 μm。
6.6 其它实验室常用器皿：如离心管，移液器等。

7 测定步骤

7.1 样品预处理

准确称取0.1 g（精确至0.0001 g），置于50 mL离心管中，加入（2：8，体积比）甲醇水10 mL，涡旋振荡2 min，在超声水浴温度30 ℃～40 ℃条件下超声处理30 min，取出放冷至室温，摇匀，过微孔滤膜，待测(可根据试样含量作合理稀释）。

7.2 液相色谱参考条件

7.2.1 色谱柱：C_{30}色谱柱（100 mm×2.1 mm，2.6 μm），或性能相当者。
7.2.2 柱温：30 ℃。
7.2.3 检测波长：210 nm。
7.2.4 进样量：10 μL。
7.2.5 流速：0.3 mL/min。
7.2.6 流动相及梯度洗脱条件见表 2

表 2 流动相梯度洗脱条件

时间/min	V（甲酸铵+甲酸水（2mmol/L+0.01%））/%	V（甲醇）/%
0	98	2
0.5	98	2
6	10	90
7	10	90
7.1	98	2
8	98	2

7.3 液相色谱测定

按照上述色谱条件分别对标准工作溶液和样品试液进行检测，得到相应的标准工作液和样品试液中待测目标化合物的色谱峰面积，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线；以保留时间对样品进行定性，标准曲线外标法对样品定量。当检测样品基质复杂，杂质干扰后续检测时，可适当调整色谱条件。典型色谱图参见附录B。

7.4 空白试验

除不加试样外,采用与试样完全相同的分析步骤进行。

8 结果计算和表述

试样中各农药的含量按式（1）计算：

$$X = (c - c_0) \times V \times F / m \quad (1)$$

式中：
X——试样中被测农药含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
c——根据标准曲线测得样品溶液被测农药质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
c_0——根据标准曲线测得空白溶液被测农药质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
V——样品定容体积，单位为毫升（mL）；
F——样品溶液稀释倍数；
m——试样的质量，单位为克（g）。
计算结果应扣除空白值，计算结果用平行测定的算数平均值表示，保留三位有效数字。

9 检出限、定量限

当试样质量为0.1 g，定容体积为10 mL，本方法的甲拌磷砜、甲拌磷亚砜定量限均为100 mg/kg；空白试验应无干扰。

10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的10%。

11 回收率

本方法线性范围为1.0 mg/L～20 mg/L，标准曲线相关系数≥0.995，回收率范围为70 %～120 %。

第 4 部分：农药中涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威、氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚、甲拌磷砜、甲拌磷亚砜的测定 液相色谱-质谱法

1 范围

本文件规定农药产品中涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威、氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚、甲拌磷砜、甲拌磷亚砜含量测定的液相色谱-质谱法。

本文件适用于农药制剂中涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威、氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚、甲拌磷砜、甲拌磷亚砜含量的测定。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用甲醇提取，稀释，液相色谱-质谱联用仪检测，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 甲醇（CH_3OH，CAS 号：67-56-1）：色谱纯。

5.2 甲酸铵（$HCOONH_4$，CSA 号：540-69-2），分析纯。

5.3 标准物质：涕灭威砜标准物质，纯度≥98 %；涕灭威亚砜标准物质，纯度≥98 %；3-羟基克百威标准物质，纯度≥98 %；氟甲腈标准物质，纯度≥98 %；氟虫腈砜标准物质，纯度≥98 %；氟虫腈硫醚标准物质，纯度≥98 %；甲拌磷砜标准物质，纯度≥98 %；甲拌磷亚砜标准物质，纯度≥98 %（标准物质可以使用满足溯源要求的商品化标准溶液）。

5.4 标准储备液（1000 mg/L）：分别准确称取 10 mg（精确至 0.1 mg）8 种农药标准物质，用甲醇（5.1）溶解并定容到 10 mL，混合均匀，得到 8 种农药的标准储备液。标准溶液避光于≤-18 ℃下储存，有效期 3 个月。
5.5 标准混合储备液（10 mg/L）：分别吸取 8 种农药标准储备液（5.4）0.1 mL 至 10mL 容量瓶中，用甲醇（5.1）稀释定容至 10 mL。标准储备液避光于≤-18 ℃下储存，有效期 1 个月。
5.6 标准工作溶液：吸取适量的标准混合储备液（5.5）至 5 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，配成 0.001 mg/L、0.005 mg/L 、0.01 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L 的标准工作溶液（可根据样品含量适当调节溶液的浓度），临用现配。

6 仪器和设备

6.1 液相色谱-质谱联用仪：配电喷雾离子源。
6.2 分析天平：感量 0.001 g 和 0.000 1 g。
6.3 超声波清洗器。
6.4 高速离心机：转速不低于 8 000 r/min。
6.5 微孔滤膜：孔径 0.22 μm。
6.6 其它实验室常用器皿：如离心管，移液器等。

7 测定步骤

7.1 样品预处理

准确称取0.1 g（精确至0.0001 g），置于50 mL离心管中，加入甲醇10 mL，涡旋振荡2 min，在超声水浴温度30 ℃～40 ℃条件下超声处理5 min，取出放冷至室温，摇匀，稀释1000倍，过微孔滤膜，待测（可根据试样含量作合理稀释）。

7.2 仪器参考条件

7.2.1 液相色谱参考条件
a) 色谱柱：F5 色谱柱（50 mm×3.0 mm，2.6 μm），或性能相当者。
b) 柱温：40 ℃。
c) 流动相：流动相 A：含 5mmol 甲酸铵水溶液，流动相 B：甲醇；梯度洗脱条件见表 1。
d) 进样量：1 μL。
e) 流速：0.5 mL/min。

表 1 流动相梯度洗脱条件

时间/min	V（流动相 A）/%	V（流动相 B）/%
0	95	5
2	5	95
6.5	5	95
6.6	95	5
8	95	5

7.2.2 质谱参考条件
a) 离子源：电喷雾离子源。
b) 扫描方式：正离子扫描和负离子扫描。
c) 电喷雾电压：正离子 5500 V，负离子-4500 V。
d) 检测方式：多反应监测。

e) 离子源温度：550 ℃。
f) 雾化气：55 psi。
g) 辅助加热气：55 psi。
h) 气帘气：35 psi。
i) 定性离子对、定量离子对、去簇电压和碰撞能量见表 2。

表 2 定性离子对、定量离子对、去簇电压和碰撞能量

序号	名称	定性离子对	定量离子对	去簇电压（V）	碰撞能量（eV）
1	涕灭威砜	223＞86	223＞86	63	20
		223＞148		63	12
2	涕灭威亚砜	207＞89	207＞89	51	20
		207＞132		51	10
3	3-羟基克百威	238＞181	238＞181	65	14
		238＞163		65	20
4	甲拌磷砜	293＞96.9	293＞96.9	65	50
		293＞171		65	14
5	甲拌磷亚砜	277＞199	277＞199	25	13
		277＞153		25	19
6	氟甲腈	387＞351	387＞351	-30	-19
		387＞282		-30	-47
7	氟虫腈硫醚	419＞262	419＞262	-20	-35
		419＞383		-20	-22
8	氟虫腈砜	451＞415	451＞415	-28	-26
		451＞282		-28	-38

7.3 定性测定

在同样测试条件下，试样溶液中涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威、氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚、甲拌磷砜、甲拌磷亚砜的保留时间与标准溶液的保留时间，偏差在±2.5%以内，且检测到的相对离子丰度，应当与浓度相当的标准溶液相对离子丰度一致，其允许偏差应符合表3的要求。

表3 定性确证时相对离子丰度的允许偏差

单位为%

相对离子丰度	＞50	20～50	10～20	≤10
允许的最大偏差	±20	±25	±30	±50

7.4 定量测定

按7.2.1和7.2.2设定的仪器条件，分别对标准工作溶液和样品试液进行检测，得到相应的标准工作液和样品试液中待测目标化合物的色谱峰面积，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线，标准曲线外标法对样品定量。典型色谱图参见附录B。

7.5 空白试验

除不加试样外，采用与试样完全相同的分析步骤进行。

8 结果计算和表述

试样中各农药的含量按式（1）计算：

$$X = (c - c_0) \times V \times F / m \cdots\cdots (1)$$

式中：

X——试样中被测农药含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c——根据标准曲线测得样品溶液被测农药质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0——根据标准曲线测得空白溶液被测农药质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V——样品定容体积，单位为毫升（mL）；

F——样品溶液稀释倍数；

m——试样的质量，单位为克（g）。

计算结果应扣除空白值，计算结果用平行测定的算数平均值表示，保留三位有效数字。

9 检出限、定量限

当试样质量为0.1 g，定容体积为10 mL，再稀释1000倍时，本方法的8种农药的定量限均为500 mg/kg；空白试验应无干扰。

10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的10 %。

11 回收率

本方法线性范围为0.001 mg/L～0.10 mg/L，标准曲线相关系数≥0.995，回收率范围为70 %～120 %。

附　录　A
（资料性附录）

序号	中文名称	英文名称	分子式	CAS
1	涕灭威砜	Aldicarb sulfone	$C_7H_{14}N_2O_4S$	1646-88-4
2	涕灭威亚砜	Aldicarb-sulfoxide	$C_7H_{14}N_2O_3S$	1646-87-3
3	3-羟基克百威	3-Hydroxycarbofuran	$C_{12}H_{15}NO_4$	16655-82-6
4	甲拌磷砜	Phorate sulfone	$C_7H_{17}O_4PS_3$	2588-04-7
5	甲拌磷亚砜	Phorate sulfoxide	$C_7H_{17}O_3PS_3$	2588-03-6
6	氟甲腈	fipronil desulfinyl	$C_{12}H_4Cl_2F_6N_4$	205650-65-3
7	氟虫腈硫醚	fipronil sulfide	$C_{12}H_4Cl_2F_6N_4S$	120067-83-6
8	氟虫腈砜	fipronil sulfone	$C_{12}H_4Cl_2F_6N_4O_2S$	120068-36-2

附　录　B
（资料性附录）

B.1　涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威标准溶液色谱图（第 1 部分 液相色谱法），见图 B.1。

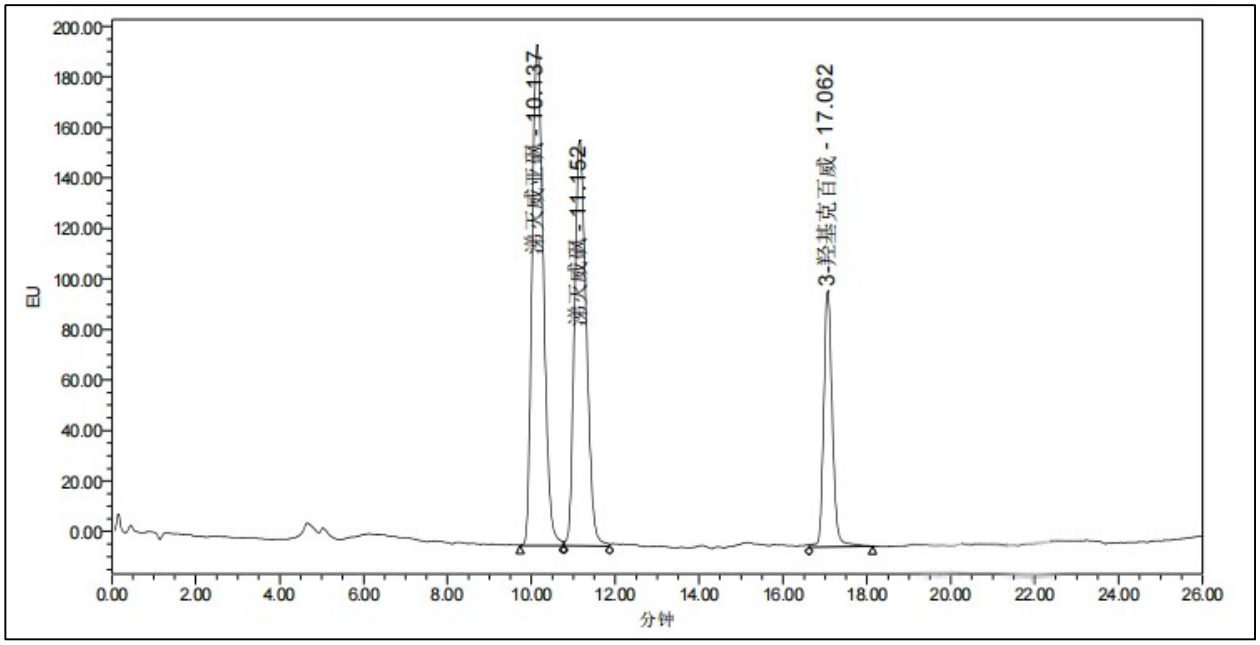

图 B.1 涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威标准溶液色谱图（0.5 mg/L）

B.2　氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚标准溶液色谱图（第 2 部分 气相色谱法），见图 B.2。

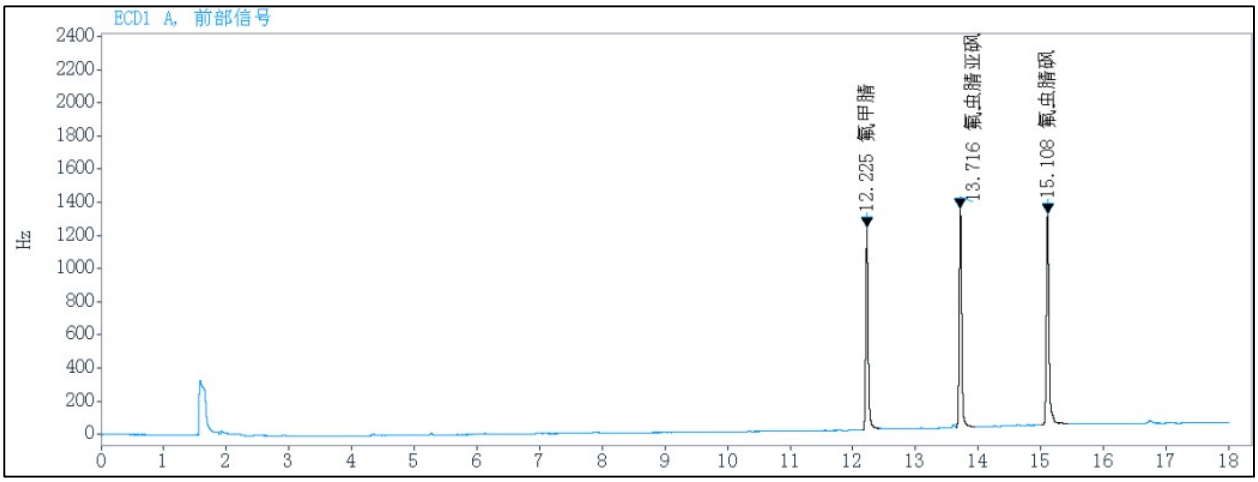

图 B.2 氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚标准溶液色谱图（0.05 mg/L）

B.3　甲拌磷砜、甲拌磷亚砜标准溶液色谱图（第 3 部分 液相色谱法），见图 A.3。

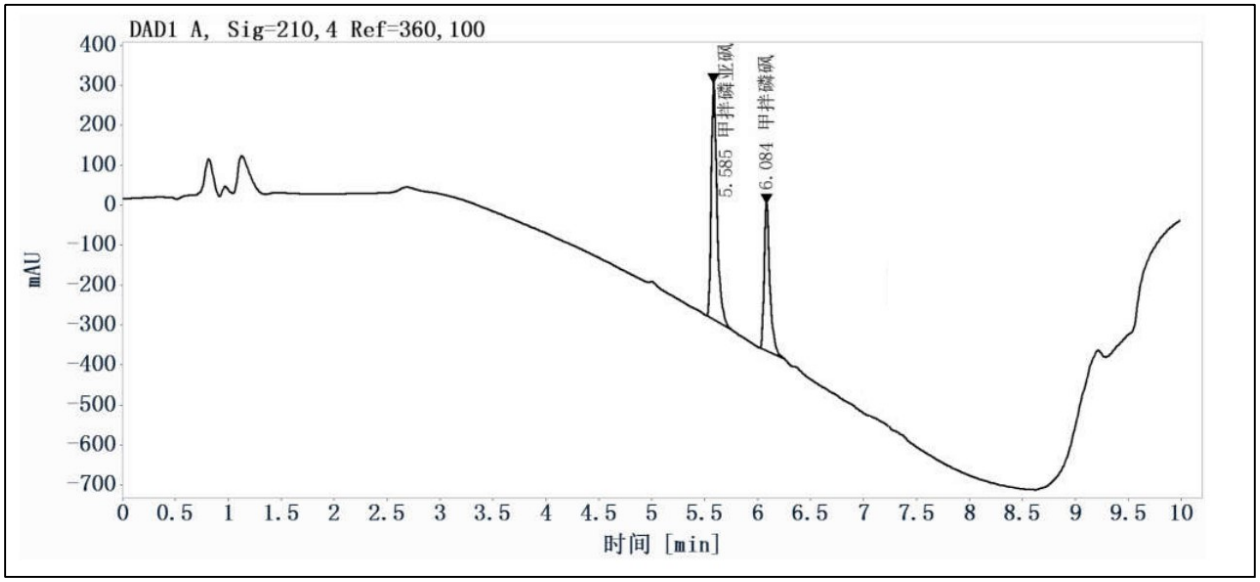

图 B.3 甲拌磷砜、甲拌磷亚砜标准溶液色谱图（10.0 mg/L）

B.4　涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威、甲拌磷砜、甲拌磷亚砜标准溶液提取离子流图（第 4 部分 液相色谱-质谱法）

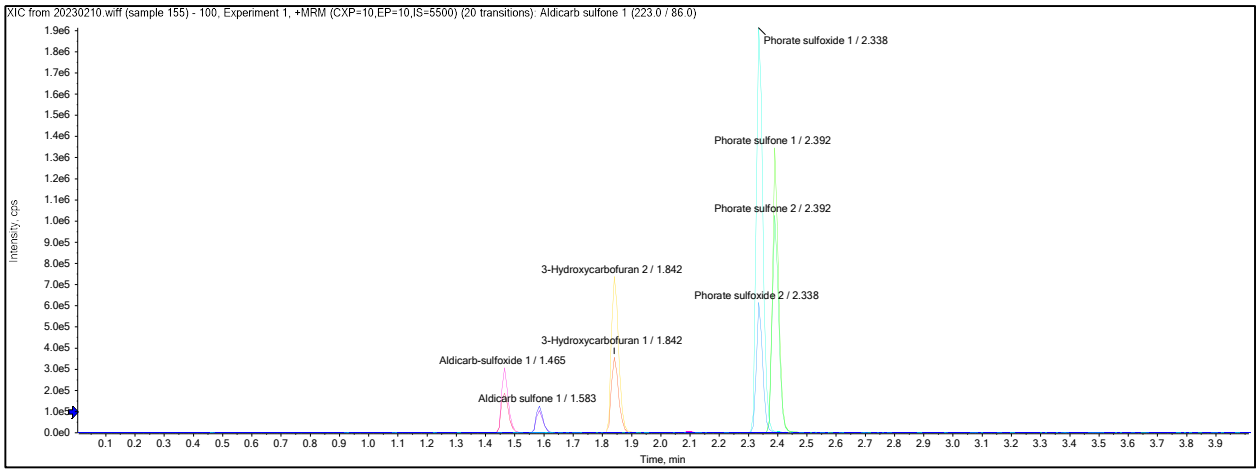

图 B.4 涕灭威砜、涕灭威亚砜、3-羟基克百威、甲拌磷砜、甲拌磷亚砜标准溶液提取离子流图（0.1 mg/L）

B.5　氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚标准溶液提取离子流图（第 4 部分 液相色谱-质谱法）

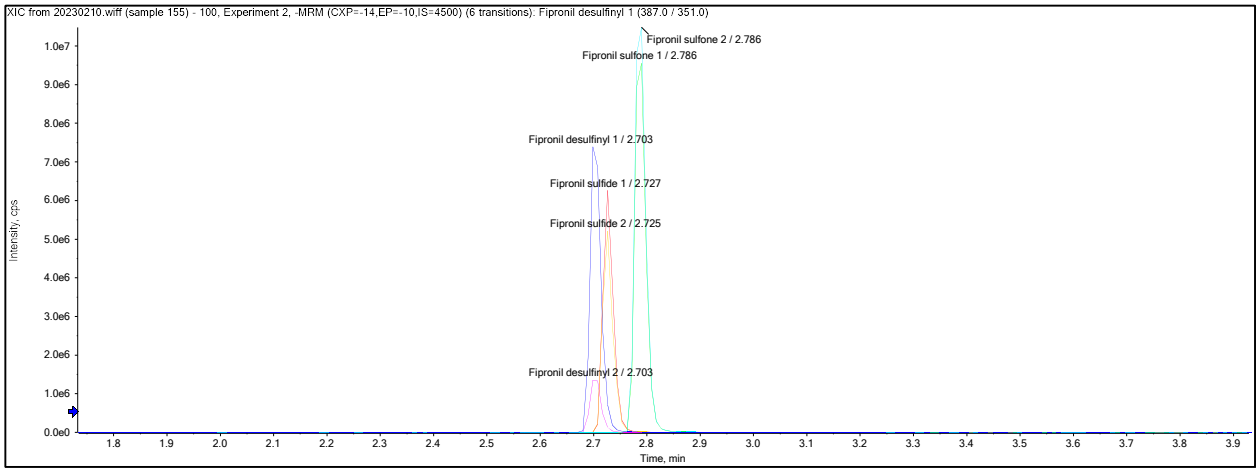

图 B.5 氟甲腈、氟虫腈砜、氟虫腈硫醚标准溶液提取离子流图（0.1 mg/L）