

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1379—2007

蔬菜中 334 种农药多残留的测定 气相色谱质谱法和液相色谱质谱法

Multi-residue Determination of 334 Pesticides in Vegetable by
GC/MS and LC/MS

2007-06-14 发布

2007-09-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：中国水稻研究所、农业部稻米及制品质量监督检验测试中心、浙江大地农作物产品质量安全检测中心。

本标准主要起草人：陈铭学、牟仁祥、朱智伟、金连登、应兴华、吴俐、闵捷。

蔬菜中 334 种农药多残留的测定 气相色谱质谱法和液相色谱质谱法

1 范围

本标准规定了蔬菜中 305 种农药(参见附录 A)的气相色谱质谱多残留测定方法和 29 种农药(参见附录 C)液相色谱质谱多残留测定方法。

本标准适用于蔬菜中 334 种农药残留量的测定。

本标准检出限为 0.001mg/kg~0.05mg/kg(参见附录 A 和附录 C)。

2 原理

试样用乙腈匀浆提取,提取液经盐析,石墨碳黑、丙氨基固相小柱净化后,用气相色谱质谱仪检测 305 种农药(参见附录 A)。质谱图由解卷积(deconvolution)软件经噪音处理、基线漂移的修正和共流出谱峰当中单个化合物的识别等处理后,根据被处理的质谱图和保留时间定性,内标法定量;提取液经乙二胺基-N-丙基(PSA)分散固相萃取净化后,用液相色谱质谱仪检测 29 种农药(参见附录 C),根据选择离子丰度比和保留时间定性,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和去离子水或相当纯度的水。

3.1 乙腈:色谱纯。

3.2 甲醇:色谱纯。

3.3 甲苯:色谱纯。

3.4 丙酮:色谱纯。

3.5 无水硫酸镁:500℃烘烤 4 h,在干燥器内冷却至室温,贮于干燥器中备用。

3.6 流动相 A 液:准确称取 0.385 g 乙酸铵,溶解在 1 000 mL 甲醇中,过 0.22 μm 滤膜。

3.7 流动相 B 液:准确称取 0.385 g 乙酸铵,溶解在 1 000 mL 水中,过 0.22 μm 滤膜。

3.8 乙二胺基-N-丙基(PSA):40 μm,60 Å。

3.9 石墨碳黑固相萃取柱:容积 6 mL,填料 500 mg。

3.10 丙氨基固相萃取柱:容积 6 mL,填料 500 mg。

3.11 农药标准品:纯度≥95%。

3.12 内标:氘代毒死蜱,准确称取一定量氘代毒死蜱,用丙酮溶解稀释配成 1 000 mg/L 储备溶液, -18℃ 以下贮存。吸取一定体积的内标储备溶液,用丙酮逐级稀释成 5 mg/L 的内标添加溶液。

3.13 农药标准溶液

3.13.1 气相色谱质谱法测定用标准溶液

单一农药标准溶液:分别准确称取某农药标准品,用丙酮溶解稀释,逐一配成 1 000 mg/L 的单一农药标准储备溶液, -18℃ 以下贮存。使用时根据各农药在质谱中的响应值,吸取适量的标准储备液,用丙酮稀释配制成所需的标准工作溶液。

混合农药标准溶液:根据各农药在质谱中的响应值,逐一吸取一定体积的农药标准储备液分别注入同一容量瓶中,用丙酮稀释至刻度,配制成农药混合标准储备溶液。使用前用丙酮稀释成所需的标准工

作液,其间加入一定量的内标使用溶液。混合标准工作溶液浓度和内标浓度见附录 A。

3.13.2 液相色谱质谱法测定用标准溶液

单一农药标准溶液:分别准确称取某农药标准品,用乙腈溶解稀释,逐一配成 1 000 mg/L 的单一农药标准储备溶液, -18℃ 以下贮存。使用时根据各农药在质谱中的响应值,吸取适量的标准储备液,用甲醇稀释配制成所需的标准工作溶液。

混合农药标准溶液:根据各农药在质谱中的响应值,逐一吸取一定体积的农药标准储备液分别注入同一容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,配制成农药混合标准储备溶液。使用前用甲醇稀释成所需的标准工作液。混合标准工作溶液浓度见附录 C。

4 仪器

4.1 气相色谱-质谱仪:附电子轰击源(EI),带冷阱的程序升温进样口(PTV),解卷积软件,NIST05 质谱库。

4.2 液相色谱-质谱仪:附电喷雾离子源(ESI)。

4.3 高速分散机:转速不低于 20 000 r/min。

4.4 离心机。

4.5 旋转蒸发仪。

4.6 氮吹仪。

5 试样的制备

将采集的样品去除其中杂物,取可食部分,用干净纱布轻轻擦去样品表面的附着物,采用对角线分割法,取对角部分,将其切碎,充分混匀放入食品加工器粉碎后密封,于 4℃ 冷藏保存。

6 分析步骤

6.1 样品处理

6.1.1 提取

称取 15 g 试样(精确到 0.01 g)于 100 mL 离心管中,加入 30.0 mL 乙腈,在高速分散机中匀浆 2 min,加入 7.5 g 无水硫酸镁,再匀浆 1 min,然后于 3 000 r/min 离心 5 min。

6.1.2 浓缩

取上清液 10 mL 至 50 mL 鸡心瓶中,于旋转蒸发仪上 50℃ 以下减压浓缩,当浓缩至约 1 mL 时,加入 10 mL 乙腈,使提取液中少量水分与乙腈形成共沸物除去,最后使试液体积约为 1 mL,待净化。

6.1.3 净化

将石墨碳黑固相萃取柱和丙氨基固相萃取柱自上而下串联,先用 5 mL 乙腈 + 甲苯(3+1)预淋洗,当溶剂液面到达柱吸附层表面时,立即加入 6.1.2 浓缩试液,鸡心瓶用 10 mL 乙腈 + 甲苯(3+1)分次淋洗,并将淋洗液加入柱中,用 25 mL 乙腈 + 甲苯(3+1)洗脱农药,洗脱液合并于鸡心瓶中,并在旋转蒸发仪上 50℃ 以下减压浓缩近干。用丙酮定量转移并定容至 2.5 mL,其间加入 125 μ L 5 mg/L 的内标添加溶液,混匀,用于气相色谱质谱测定。

移取 6.1.1 上层乙腈提取液 1 mL 于 2 mL 离心管中,加入 50 mg PSA 和 200 mg 无水硫酸镁,涡旋振荡 1 min 后于 7 000 r/min 离心 5 min。取 0.5 mL 于 50℃ 用氮气缓慢吹干后,加入 0.5 mL 甲醇,混匀,过 0.22 μ m 滤膜,用于液相色谱质谱测定。

6.2 测定

6.2.1 气相色谱质谱法

6.2.1.1 仪器参考条件

- a) 色谱柱:HP-5MS(30 m×0.25 mm×0.25 μm)石英毛细管柱或相当者;
- b) 柱箱温度:70℃保持5 min,然后以25℃/min升温至150℃,再以3℃/min升温至200℃,再以8℃/min升温至280℃,保持10 min;
- c) 进样方式:溶剂排空模式;
- d) 进样程序:初始温度5℃,保持2.5 min,然后以720℃/min升温至280℃,保持2 min,再以720℃/min升温至450℃,保持5 min;溶剂排空流量:50.0 mL/min;溶剂排空压力:0.0 psi;进样口压力:20.0 psi(恒压模式);
- e) 进样量:20 μL;
- f) 冷却气:液体CO₂;
- g) 载气:氦气,纯度≥99.999%;
- h) 质谱参数:电子轰击源:70 eV;离子源温度:230℃;四极杆温度:150℃;
GC-MS接口温度:280℃;
- i) 数据采集模式:全扫描;扫描范围:35 m/z~550 m/z。

6.2.1.2 目标化合物质谱库和保留因子校正库的建立

将一定浓度的单一农药标准溶液注入气相色谱-质谱仪,获得该农药的保留时间和质谱图,利用解卷积软件根据质谱图建立目标化合物质谱库,根据保留时间建立保留因子校正库。根据不同出峰时间段,选择三种以上农药的保留时间,建立保留因子校正曲线。

6.2.1.3 定性和定量测定

样品中未知组分的色谱保留时间与标准品一致,且相应的质谱图经解卷积后与标准质谱图一致,则可认定为该农药。

采用内标法单离子定量,选择解卷积后质谱图中基峰的峰高或峰面积与标准相比进行定量。

6.2.2 液相色谱质谱法

6.2.2.1 仪器参考条件

- a) 色谱柱:C18柱,3.0 μm,150 mm×2.1 mm;
- b) 柱温:40℃;
- c) 进样量:10 μL;
- d) 离子源:电喷雾ESI;
- e) 扫描方式:多信号扫描;
- f) 雾化气、帘幕气均为高纯氮气;使用前应根据仪器状况调节各气体流量和温度以使质谱灵敏度达到检测要求;
- g) 离子源温度:350℃;
- h) 电喷雾电压:3 000 V;
- i) 监测定性定量离子对、碰撞电压参见附录D;
- j) 流动相及流速见表1。

表1 流动相及流速(梯度洗脱)

时间 t min	流速 mL/min	A液 %	B液 %
0.00	0.300	25.0	75.0
20.00	0.300	90.0	10.0
30.00	0.300	90.0	10.0
30.50	0.300	25.0	75.0
40.00	0.300	25.0	75.0

6.2.2.2 定性和定量测定

样品中未知组分的色谱保留时间与标准品一致,且相应的定性离子和定量离子的丰度比同标准相一致则可认定为该农药。

采用外标法单离子定量,各农药的定量离子参见附录 D。

7 结果计算

7.1 气相色谱质谱法

样品中被测农药残留量以质量分数 W 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按下列公式计算:

$$W = \frac{A}{A'} \times \frac{A'_i}{A_i} \times \frac{V_1 \times V_3}{V_2 \times m} \times C$$

式中:

A ——试样中被测农药基峰的峰高或峰面积;

A' ——农药标准溶液中被测农药基峰的峰高或峰面积;

A'_i ——试样溶液中内标基峰的峰高或峰面积;

A_i ——标准溶液中内标基峰的峰高或峰面积;

V_1 ——提取溶剂总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取用于检测的提取液的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——样品定容体积,单位为毫升(mL);

m ——样品的质量,单位为克(g);

C ——标准工作溶液中被测农药的浓度,单位为毫升每升(mg/L);

计算结果表示到二位有效数字。样品含量超 1mg/kg 时表示到三位有效数字。

7.2 液相色谱质谱法

样品中被测农药残留量以质量分数 W 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按下列公式计算:

$$W = c \times \frac{V \times 1\,000}{m \times 1\,000}$$

式中:

W ——试样中被测组分残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——从标准曲线上得到的被测组分溶液浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——样品提取时加入乙腈的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到二位有效数字。样品含量超 1 mg/kg 时表示到三位有效数字。

8 准确度和精密度

蔬菜中 0.05 mg/kg~1.0 mg/kg 添加水平,气相色谱质谱法回收率在 60%~130%之间,变异系数小于 20%。

蔬菜中 0.01 mg/kg~1.0 mg/kg 添加水平,液相色谱质谱法回收率在 70%~120%之间,变异系数小于 20%。

9 总离子流图 and 选择离子监测图

气相色谱质谱法总离子流图及峰号见附录 B。

液相色谱质谱法选择离子监测图见附录 E。

附 录 A
(资料性附录)

表 A.1 给出了用气相色谱-质谱仪分析的 305 种农药的中英文名称、保留时间、总离子流图的峰号、方法检出限和混和标准溶液浓度等信息。

表 A.1 305 种农药中英文名称、保留时间、方法检出限和混和标准溶液浓度

序号	农药英文名称	农药中文名称	保留时间 min	峰号	混合标准溶液浓度 mg/L	方法检测限 mg/kg
内标	d10-chlorpyrifos	氘代毒死蜱	22.006	129	0.25	—
1	acephate	乙酰甲胺磷	11.038	12	0.5	0.01
2	acetamiprid	啉虫脒	31.474	263	1.0	0.01
3	acetochlor	乙草胺	19.595	98	0.25	0.007
4	acrinathrin	氟丙菊酯	33.285	283	0.25	0.01
5	alachlor	甲草胺	20.072	107	0.25	0.007
6	aldrin	艾氏剂	21.456	124	0.25	0.007
7	allethrin	烯丙菊酯	24.62	159	1.0	0.03
8	allidochlor	二丙烯草胺	9.225	3	0.25	0.007
9	ametryn	莠灭净	20.196	108	0.25	0.007
10	aramite I	杀螨特 I	27.484	207	0.5	0.01
	aramite II	杀螨特 II	27.909	217		
11	atrazine	莠去津	16.441	62	0.5	0.007
12	azaconazole	氧环唑	27.491	209	0.25	0.005
13	azinphos-ethyl	益棉磷	33.583	287	0.25	0.007
14	azoxystrobin	嘧菌酯	39.523	327	0.5	0.01
15	benalaxyl	苯霜灵	29.642	236	0.125	0.005
16	benazolin-ethyl	草除灵	23.915	150	0.25	0.007
17	bendiocarb	恶虫威	14.79	40	0.25	0.007
18	benfluralin	乙丁氟灵	14.946	43	0.25	0.007
19	benfuresate	呋草黄	19.09	91	0.25	0.007
20	benoxacor	解草啉	18.528	87	0.25	0.007
21	bifenox	甲羧除草醚	32.105	275	0.25	0.007
22	bifenthrin	联苯菊酯	31.765	269	0.05	0.004
23	bitertanol I	联苯三唑醇 I	34.15	291	0.5	0.007
	bitertanol II	联苯三唑醇 II	34.288	292		
24	bromacil	除草定	21.708	126	0.5	0.01
25	bromobutide	溴丁酰草胺	19.301	95	0.125	0.005
26	bromophos	溴硫磷	23.034	143	0.25	0.007

表 A.1 (续)

序号	农药英文名称	农药中文名称	保留时间 min	峰号	混合标准溶液浓度 mg/L	方法检测限 mg/kg
27	bromophos-ethyl	乙基溴硫磷	25.453	172	0.25	0.01
28	bromopropylate	溴螨酯	31.546	264	0.25	0.007
29	bupirimate	乙嘧酚磺酸酯	27.752	214	0.25	0.007
30	buprofezin	噻嗪酮	27.463	206	0.25	0.007
31	butachlor	丁草胺	26.127	181	0.25	0.007
32	butafenacil	氟丙嘧草酯	34.936	299	0.25	0.005
33	butamifos	抑草磷	26.481	187	0.25	0.007
34	butralin	仲丁灵	23.181	145	0.25	0.007
35	butylate	丁草敌	10.683	8	1.0	0.02
36	cadusafos	硫线磷	14.999	44	0.5	0.01
37	cafenstrole	苯酮唑	35.101	300	0.25	0.005
38	carbaryl	甲萘威	19.931	105	0.25	0.007
39	carbofuran	克百威	16.269	58	0.25	0.007
40	carboxin	萎锈灵	27.268	202	0.25	0.007
41	carfentrazone-ethyl	唑草酮	29.847	242	0.25	0.005
42	chlorbenside	氯杀螨	24.726	163	0.25	0.007
43	chlorbufam	氯炔灵	16.327	59	0.25	0.007
44	chlordimeform	杀虫脒	14.392	36	0.5	0.02
45	chlorethoxyfos	氯氧磷	13.703	32	1.0	0.02
46	chlorfenapyr	虫螨腈	28.207	223	0.25	0.007
47	chlorfenson	杀螨酯	26.258	183	0.25	0.007
48	chlorfenvinphos	毒虫畏	24.537	157	0.25	0.007
49	chlormephos	氯甲硫磷	10.836	10	0.5	0.01
50	chlorobenzilate	乙酯杀螨醇	28.329	225	0.25	0.005
51	chloroneb	氯苯甲醚	11.821	19	0.25	0.005
52	chlorpropham	氯苯胺灵	14.31	35	0.25	0.007
53	chlorpyrifos	毒死蜱	22.191	133	0.25	0.007
54	chlorpyrifos-methyl	甲基毒死蜱	19.614	99	0.25	0.007
55	chlorthal-dimethyl	氯酞酸甲酯	22.417	137	0.25	0.007
56	chlorthiophos	虫螨磷	29.016	232	0.25	0.007
57	cinmethylin	环庚草醚	20.226	109	0.25	0.007
58	cis-chlordane	顺式氯丹	25.716	179	0.25	0.007
	trans-chlordane	反式氯丹	25.011	248		
59	clodinafop-propargyl	炔草酸	30.152	61	0.25	0.007
60	clomazone	异恶草松	16.41	276	0.125	0.005
61	clomeprop	氯甲酰草胺	32.2	270	0.125	0.004

表 A.1 (续)

序号	农药英文名称	农药中文名称	保留时间 min	峰号	混合标准溶液浓度 mg/L	方法检测限 mg/kg
62	cloquintocet-mexyl	解毒唑	31.765	240	0.125	0.005
63	cyanofenphos	苯腈磷	29.748	70	0.25	0.005
64	cyanophos	杀螟腈	16.934	221	0.25	0.007
65	cyflufenamid	环氟菌胺	28.118	299	0.25	0.007
66	cyfluthrin I	氟氯氰菊酯 I	35.153	302	0.5	0.01
	cyfluthrin II	氟氯氰菊酯 II	35.298	303		
	cyfluthrin III	氟氯氰菊酯 III	35.41	304		
	cyfluthrin IV	氟氯氰菊酯 IV	35.474	305		
67	cyhalofop-butyl	氰氟草酯	32.954	282	0.125	0.005
68	cypermethrin I	氰氟菊酯 I	35.614	306	0.5	0.02
	cypermethrin II	氰氟菊酯 II	35.778	308		
	cypermethrin III	氰氟菊酯 III	35.892	310		
	cypermethrin IV	氰氟菊酯 IV	35.956	311		
69	cyproconazole	环丙唑醇	27.867	216	0.25	0.007
70	cyprodinil	噻菌环胺	23.568	147	0.25	0.007
71	o,p'-DDD	o,p'-滴滴滴	27.259	201	0.125	0.005
72	p,p'-DDD	p,p'-滴滴滴	28.624	228	0.125	0.005
73	o,p'-DDE	o,p'-滴滴伊	25.378	171	0.125	0.005
74	p,p'-DDE	p,p'-滴滴伊	26.923	195	0.125	0.005
75	o,p'-DDT	o,p'-滴滴涕	28.683	229	0.125	0.005
76	p,p'-DDT	p,p'-滴滴涕	29.893	243	0.125	0.005
77	deltamethrin	溴氰菊酯	38.784	325	0.5	0.02
78	demeton-s	内吸磷 S	15.858	54	0.25	0.005
79	demeton-s-methyl	甲基内吸磷	13.677	31	0.5	0.02
80	di-allate I	燕麦敌 I	15.13	45	0.5	0.007
	di-allate II	燕麦敌 II	15.445	50		
81	diazinon	二嗪磷	17.561	77	0.25	0.007
82	dichlobenil	敌草腈	9.836	4	0.25	0.005
83	dichlofenthion	除线磷	19.209	92	0.25	0.007
84	dichlorvos	敌敌畏	8.866	2	0.25	0.005
85	diclobutrazol	苄氯三唑醇	27.353	204	0.5	0.01
86	diclofop-methyl	禾草灵	30.559	254	0.25	0.007
87	dicloran	氯硝胺	15.818	53	0.5	0.01
88	dicrotophos	百治磷	14.753	39	0.25	0.007
89	dieldrin	狄氏剂	26.746	191	0.25	0.01
90	diethofencarb	乙霉威	22.173	132	0.25	0.007

表 A.1 (续)

序号	农药英文名称	农药中文名称	保留时间 min	峰号	混合标准溶液浓度 mg/L	方法检测限 mg/kg
91	difenocoazole I	苯醚甲环唑 I	37.999	322	0.5	0.01
	difenocoazole II	苯醚甲环唑 II	38.142	323		
92	diflufenican	吡氟酰草胺	30.718	255	0.25	0.007
93	dimepiperate	啶草丹	24.465	154	0.25	0.007
94	dimethametryn	异戊乙净	24.465	155	0.25	0.007
95	dimethenamid	二甲吩草胺	19.276	93	0.25	0.01
96	dimethipin	噻节因	16.398	60	1.0	0.02
97	dimethoate	乐果	15.959	55	0.5	0.01
98	dimethylvinphos	甲基毒虫畏	22.131	131	0.5	0.01
99	diniconazole	烯啶醇	28.526	227	0.25	0.005
100	diofenolan I	苯虫醚 I	29.708	239	0.25	0.007
	diofenolan II	苯虫醚 II	29.939	246		
101	dioxabenzofos	蔬果磷	14.683	38	0.25	0.007
102	dioxathion	敌恶磷	16.716	66	0.25	0.01
103	diphenamid	双苯酰草胺	23.202	146	0.25	0.007
104	diphenylamine	二苯胺	13.71	33	0.25	0.005
105	disulfoton	乙拌磷	17.62	78	0.25	0.02
106	dithiopyr	氟硫草定	21.052	117	0.25	0.007
107	edifenphos	敌瘟磷	29.654	237	0.25	0.007
108	endosulfan I	硫丹 I	25.512	176	0.5	0.02
109	endosulfan II	硫丹 II	28.072	219	0.25	0.007
110	endrin	异狄氏剂	27.639	211	0.25	0.007
111	EPN	苯硫磷	31.564	265	0.25	0.007
112	epoxiconazole	氟环唑	30.949	258	0.25	0.007
113	EPTC	茵草敌	9.868	5	0.5	0.01
114	esprocarb	戊草丹	21.237	121	0.25	0.007
115	ethalfuralin	乙丁烯氟灵	14.49	37	0.25	0.007
116	ethiofencarb	乙硫苯威	18.731	89	0.25	0.007
117	ethion	乙硫磷	28.897	231	0.25	0.007
118	ethobenzanid	乙氧苯草胺	34.908	298	0.125	0.005
119	ethofumesate	乙氧夫草黄	21.34	123	0.25	0.007
120	ethoprophos	灭线磷	13.938	34	0.25	0.007
121	etofenprox	醚菊酯	36.1	313	0.125	0.005
122	etoxazole	乙螨唑	31.94	273	0.125	0.005
123	etridiazole	土菌灵	11.063	15	0.25	0.007
124	etrimfos	乙嘧硫磷	18.233	84	0.25	0.007

表 A.1 (续)

序号	农药英文名称	农药中文名称	保留时间 min	峰号	混合标准溶液浓度 mg/L	方法检测限 mg/kg
125	fenamiphos	苯线磷	26.604	188	0.25	0.007
126	fenarimol	氟苯嘧啶醇	33.332	285	0.25	0.007
127	fenbuconazole	腈苯唑	35.136	301	0.25	0.005
128	fenitrothion	杀螟硫磷	21.11	118	0.25	0.007
129	fenobucarb	仲丁威	13.499	28	0.25	0.005
130	fenothiocarb	苯硫威	25.656	178	0.25	0.007
131	fenoxanil	稻瘟酰胺	28.198	222	0.5	0.01
132	fenoxaprop-ethyl	恶唑禾草灵	33.874	290	0.25	0.007
133	fenoxycarb	苯氧威	31.613	266	0.5	0.007
134	fenpropathrin	甲氟菊酯	31.922	272	0.125	0.005
135	fensulfthion	丰索磷	28.509	226	0.5	0.007
136	fenthion	倍硫磷	22.109	130	0.25	0.007
137	fenvalerate I	氟戊菊酯 I	37.197	317	0.5	0.01
	fenvalerate II	氟戊菊酯 II	37.596	319		
138	fipronil	氟虫腈	24.889	164	0.25	0.01
139	fluacrypyrim	啉啉酯	29.635	235	0.25	0.007
140	fluazifop butyl	吡氟禾草灵	28.243	224	0.115	0.005
141	flucythrinate I	氟氰戊菊酯 I	35.972	312	0.5	0.02
	flucythrinate II	氟氰戊菊酯 II	36.298	314		
142	fludioxonil	咯菌腈	27.146	200	0.5	0.01
143	flumiclorac-pentyl	氟烯草酸	39.197	326	0.5	0.01
144	flumioxazin	丙炔氟草胺	37.263	318	0.25	0.007
145	fluquinconazole	氟唑唑	34.589	296	0.25	0.005
146	fluridone	氟啶草酮	36.8	315	0.5	0.007
147	flusilazole	氟硅唑	27.529	210	0.25	0.007
148	flutolanil	氟酰胺	26.821	192	0.25	0.007
149	flutriafol	粉唑醇	26.14	182	0.5	0.01
150	fonofos	地虫硫磷	17.007	71	0.25	0.007
151	formothion	安硫磷	18.727	88	0.5	0.01
152	fosthiazate I	噻唑磷 I	23.02	142	0.5	0.01
	fosthiazate II	噻唑磷 II	23.174	144		
153	fthalide	四氯苯酞	9.902	6	0.25	0.005
154	furathiocarb	呋线威	32.51	278	0.25	0.005
155	furilazole	解草恶唑	16.107	56	0.25	0.007
156	halfenprox	苜蓿醚	35.671	307	0.13	0.005
157	heptachlor	七氯	19.77	102	0.25	0.007

表 A.1 (续)

序号	农药英文名称	农药中文名称	保留时间 min	峰号	混合标准溶液浓度 mg/L	方法检测限 mg/kg
158	heptachlorepoxyd	环氧七氯	23.632	149	0.25	0.01
159	hexachlorobenzene	六氯苯	15.569	52	0.25	0.005
160	hexaconazole	已唑醇	26.47	186	0.25	0.007
161	hexythiazox	噻螨酮	25.101	167	1.0	0.05
162	indoxacarb	茚虫威	38.744	324	0.5	0.01
163	iodofenphos	碘硫磷	26.458	185	0.5	0.01
164	iprobenfos	异稻瘟净	18.42	86	0.25	0.007
165	iprodione	异菌脲	31.359	261	0.5	0.01
166	iprovalicarb I	维霉威 I	27.484	208	0.5	0.01
	iprovalicarb II	维霉威 II	27.913	218		
167	isazofos	氯唑磷	18.131	83	0.25	0.007
168	isocarbamid	丁脲酰胺	16.864	68	0.5	0.01
169	isocarbophos	水胺硫磷	22.673	138	0.25	0.007
170	isodrin	异艾试剂	22.954	141	0.25	0.01
171	isofenphos	异柳磷	24.531	156	0.25	0.007
172	isoprocarb	异丙威	12.296	22	0.13	0.005
173	isoprothiolane	稻瘟灵	26.84	194	0.25	0.007
174	kresoxim-methyl	醚菌酯	27.822	215	0.25	0.007
175	lactofen	乳氟禾草灵	33.398	286	0.25	0.01
176	lambda-cyhalothrin	三氟氯氰菊酯	33.298	284	0.25	0.01
177	lenacil	环草啶	29.93	244	1.0	0.01
178	macbal	二甲威	12.654	23	0.125	0.004
179	malathion	马拉硫磷	21.798	127	0.25	0.007
180	mecarbam	灭蚜磷	24.682	162	0.25	0.01
181	mefenacet	苯噻酰草胺	32.905	281	0.25	0.007
182	mepronil	灭锈胺	29.23	233	0.25	0.007
183	metalaxyl	甲霜灵	20.383	113	0.25	0.007
184	methacrifos	虫螨畏	11.698	18	0.25	0.007
185	methamidophos	甲胺磷	8.777	1	0.25	0.007
186	methidathion	杀扑磷	25.241	169	0.5	0.01
187	methiocarb	甲硫威	21.11	119	0.25	0.007
188	methomyl	灭多威	12.753	24	0.5	0.02
189	methoprene	烯虫酯	25.195	168	0.25	0.007
190	methoxychlor	甲氧滴滴涕	31.778	271	0.125	0.005
191	metolachlor	异丙甲草胺	21.906	128	0.25	0.007
192	metominostrobin	苯氧菌胺	26.993	197	0.25	0.005

表 A.1 (续)

序号	农药英文名称	农药中文名称	保留时间 min	峰号	混合标准溶液浓度 mg/L	方法检测限 mg/kg
193	metribuzin	噻草酮	19.395	97	0.5	0.01
194	mevinphos	速灭磷	10.703	9	0.25	0.007
195	molinate	禾草敌	12.229	21	0.25	0.007
196	monocrotophos	久效磷	15.196	47	0.5	0.007
197	myclobutanil	腈菌唑	27.416	205	0.25	0.007
198	napropamide	敌草胺	26.392	184	0.25	0.007
199	nitralin	甲磺乐灵	31.136	259	0.25	0.01
200	nitrapyrin	三氯甲基吡啶	11.042	13	0.25	0.007
201	nitrothal-isopropyl	酞菌酯	22.858	139	0.25	0.007
202	norflurazon	氟草敏	29.936	245	0.25	0.007
203	omethoate	氧乐果	13.227	26	0.5	0.01
204	oxadiazon	恶草酮	27.339	203	0.25	0.007
205	oxadixyl	恶霜灵	28.879	230	0.25	0.007
206	oxyfluorfen	乙氧氟草醚	27.651	212	0.25	0.007
207	paclobutrazol	多效唑	25.519	177	1.0	0.01
208	paraoxon	对氧磷	20.413	114	0.25	0.007
209	paraoxon-methyl	甲基对氧磷	17.71	79	1.0	0.02
210	parathion	对硫磷	22.261	135	0.5	0.01
211	parathion-methyl	甲基对硫磷	19.67	100	0.5	0.01
212	pebulate	克草敌	11.083	16	0.25	0.005
213	penconazole	戊菌唑	23.984	152	0.25	0.007
214	pencycuron	戊菌隆	14.854	41	1.0	0.01
215	pendimethalin	二甲戊灵	23.961	151	0.25	0.007
216	permethrin I	氯菊酯 I	34.291	293	0.25	0.005
	permethrin II	氯菊酯 II	34.465	295		
217	perthane	乙滴涕	28.074	220	0.125	0.005
218	phenthoate	稻丰散	24.654	160	0.25	0.007
219	o-phenylphenol	联苯酚	11.962	20	0.25	0.007
220	phorate	甲拌磷	15.176	46	0.25	0.007
221	phosalone	伏杀硫磷	32.599	279	0.5	0.007
222	phosphamidon I	磷胺 I	17.514	76	0.5	0.01
	phosphamidon II	磷胺 II	19.28	94		
223	picolinafen	吡氟酰草胺	31.704	267	0.125	0.005
224	piperonyl-butoxide	增效醚	30.789	256	0.5	0.01
225	piperophos	哌草磷	31.752	268	0.25	0.007
226	pirimicarb	抗蚜威	18.754	90	0.25	0.007

表 A.1 (续)

序号	农药英文名称	农药中文名称	保留时间 min	峰号	混合标准溶液浓度 mg/L	方法检测限 mg/kg
227	pirimiphos-ethyl	噻啉磷	23.589	148	0.25	0.007
228	pirimiphos-methyl	甲基噻啉磷	21.286	122	0.25	0.007
229	prallethrin	炔菊酯	25.504	175	0.5	0.01
230	pretilachlor	丙草胺	27.063	199	0.125	0.004
231	prochloraz	咪鲜胺	34.664	297	1.0	0.01
232	procymidone	腐霉利	24.943	165	0.25	0.01
233	profenofos	丙溴磷	26.834	193	0.25	0.007
234	promecarb	猛杀威	15.2	48	0.25	0.005
235	prometryne	扑草净	20.424	115	0.25	0.007
236	propachlor	毒草胺	13.557	29	0.25	0.007
237	propamocarb	霜霉威	10.223	7	0.25	0.007
238	propanil	敌稗	19.372	96	0.25	0.007
239	propaphos	丙虫磷	25.488	173	0.125	0.005
240	propargite	炔螨特	20.308	111	0.25	0.01
241	propazine	扑灭津	16.588	64	0.25	0.007
242	propetamphos	胺丙畏	17.057	73	0.25	0.007
243	propham	苯胺灵	11.043	14	0.25	0.007
244	propiconazole I	丙环唑 I	29.808	241	0.5	0.01
	propiconazole II	丙环唑 II	30.019	247		
245	propoxur	残杀威	13.579	30	0.25	0.007
246	propyzamide	炔苯酰草胺	17.126	74	0.25	0.007
247	prothiofos	丙硫磷	26.657	190	0.25	0.007
248	pyraclofos	吡唑硫磷	33.77	289	0.25	0.007
249	pyraflufen-ethyl	吡草醚	30.33	251	0.25	0.007
250	pyrazophos	吡菌磷	33.596	288	0.5	0.007
251	pyributicarb	稗草丹	31.242	260	0.13	0.005
252	pyridaben	吡螨灵	34.456	294	0.13	0.005
253	pyridafenthion	吡啶硫磷	31.441	262	0.5	0.007
254	pyrifenoX I	啉斑肟 I	24.097	153	1.0	0.02
	pyrifenoX II	啉斑肟 II	25.5	174		
255	pyrimethanil	噻霉胺	17.316	75	0.25	0.005
256	pyrimidifen	噻螨醚	36.875	316	0.125	0.005
257	pyriminobac-methyl	噻草醚	30.285	250	0.125	0.005
258	pyriproxyfen	吡丙醚	32.775	280	0.25	0.005
259	quinalphos	喹硫磷	24.585	158	0.25	0.01
260	quinoclamine	灭藻醌	21.222	120	0.5	0.01

表 A.1 (续)

序号	农药英文名称	农药中文名称	保留时间 min	峰号	混合标准溶液浓度 mg/L	方法检测限 mg/kg
261	quinoxifen	喹氧灵	29.687	238	0.25	0.007
262	quintozene	五氯硝基苯	16.821	67	0.5	0.01
263	quizalofop-ethyl	精喹禾灵	35.848	309	0.25	0.007
264	resmethrin	苳味菊酯	30.906	257	0.125	0.005
265	ronnel	皮蝇磷	20.34	112	0.25	0.007
266	simazine	西玛津	16.234	57	0.25	0.007
267	simeconazole	硅氟唑	19.894	104	0.25	0.007
268	simetryn	西草净	19.947	106	0.25	0.007
269	tau-fluvalinate I	氟胺氰菊酯 I	37.628	320	0.5	0.01
	tau-fluvalinate II	氟胺氰菊酯 II	37.762	321		
270	tebuconazole	戊唑醇	30.382	252	0.25	0.007
271	tebufenpyrad	吡螨胺	32.002	274	0.125	0.005
272	tecnazene	四氯硝基苯	13.42	27	0.25	0.007
273	tefluthrin	七氟菊酯	18.126	82	0.25	0.007
274	TEPP	特普	12.779	25	0.25	0.007
275	terbacil	特草定	18.262	85	1.0	0.02
276	terbufos	特丁硫磷	16.903	69	0.25	0.007
277	terbuthylazine	特丁津	17.044	72	0.25	0.007
278	terbutryn	特丁净	21.041	116	0.25	0.007
279	tetrachlorvinphos	杀虫畏	25.893	180	0.5	0.01
280	tetraconazole	氟醚唑	22.863	140	0.25	0.007
281	tetradifon	三氯杀螨砜	32.3	277	0.25	0.007
282	thenylchlor	噻吩草胺	30.394	253	0.125	0.005
283	thiazopyr	噻唑烟酸	22.226	134	0.25	0.007
284	thifluzamide	噻呋酰胺	27.751	213	0.5	0.01
285	thiobencarb	禾草丹	21.604	125	0.25	0.007
286	thiometon	甲基乙拌磷	15.541	51	0.5	0.02
287	tolclofos-methyl	甲基立枯磷	19.84	103	0.25	0.007
288	triadimefon	三唑酮	22.385	166	0.25	0.007
289	triadimenol	三唑醇	24.678	136	0.5	0.01
290	triallate	野麦畏	18.031	161	0.25	0.007
291	triazophos	三唑磷	29.417	81	0.25	0.007
292	tribufos	脱叶磷	27.012	234	0.25	0.007
293	trichlorfon	敌百虫	11.24	198	0.5	0.01
294	tricyclazole	三环唑	26.61	17	1.0	0.02
295	tridiphan	灭草环	20.23	189	0.5	0.007

表 A.1 (续)

序号	农药英文名称	农药中文名称	保留时间 min	峰号	混合标准溶液浓度 mg/L	方法检测限 mg/kg
296	trifloxystrobin	肟菌酯	30.218	110	0.125	0.005
297	triflumizole	氟菌唑	25.263	249	0.5	0.01
298	trifluralin	氟乐灵	14.856	170	0.25	0.007
299	uniconazole	烯效唑	26.963	42	0.25	0.007
300	vernolate	灭草敌	10.894	196	0.5	0.01
301	vinclozolin	乙烯菌核利	19.696	11	0.25	0.007
302	α -BHC	α -六六六	15.283	101	0.25	0.007
303	β -BHC	β -六六六	16.452	49	0.25	0.007
304	γ -BHC	γ -六六六	16.601	63	0.25	0.007
305	δ -BHC	δ -六六六	17.717	65	0.25	0.007

附录 B
(资料性附录)

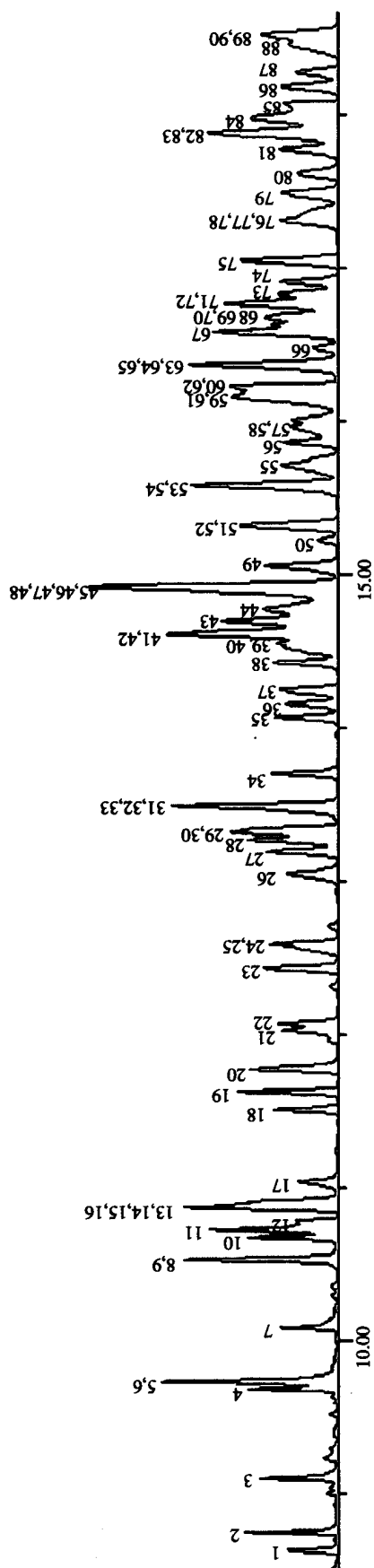


图 B.1 305 种标准物质中峰号为 1~90 的总离子流图

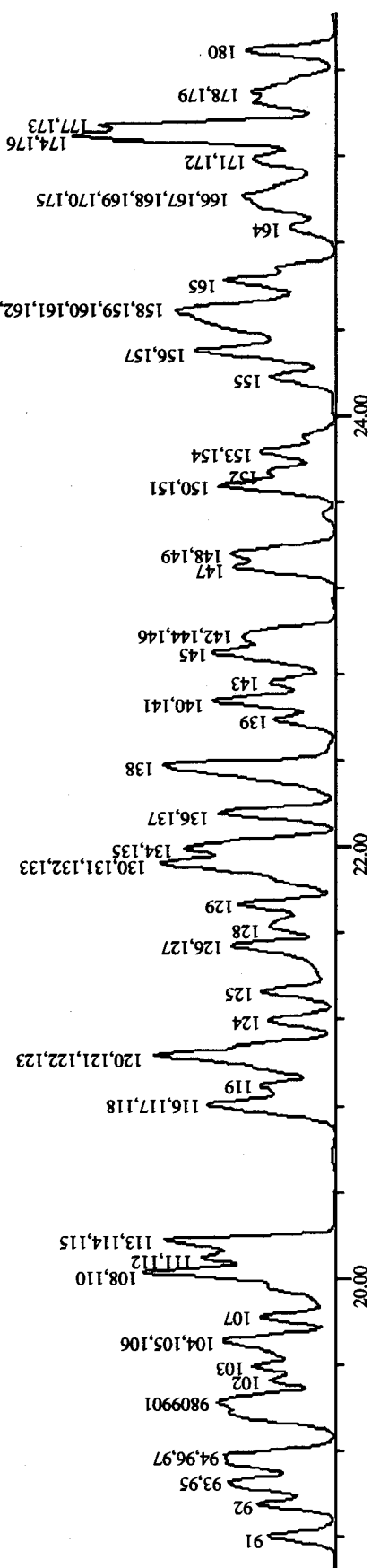


图 B.2 305 种标准物质中峰号为 91~180 的总离子流图

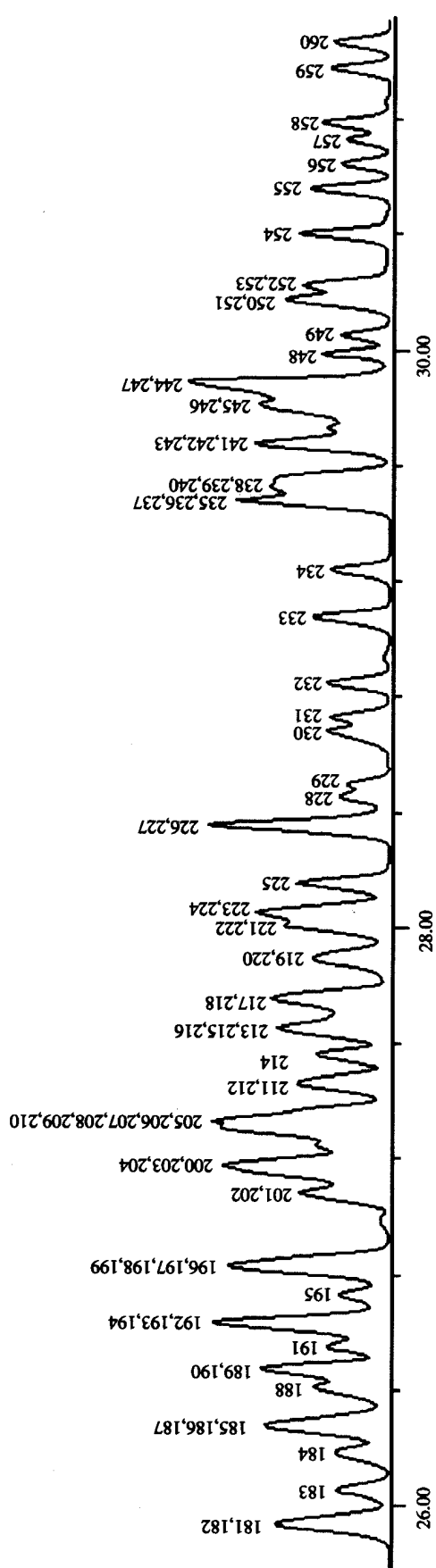


图 B.3 305 种标准物质中峰号为 181~260 的总离子流图

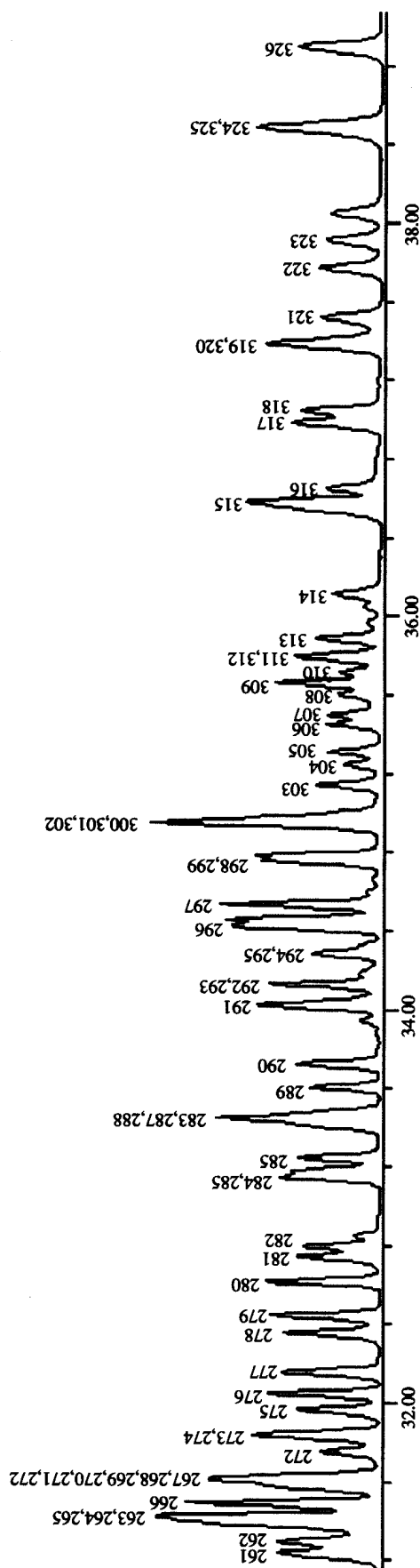


图 B.4 305 种标准物质中峰号为 260~327 的总离子流图

附 录 C
(资料性附录)

表 C.1 给出了用液相色谱-质谱仪分析的 29 种农药的中英文名称、保留时间、检出限和混和标准溶液浓度等信息。

表 C.1 29 种农药的中英文名称、保留时间、法检测限和混和标准溶液浓度

序号	中文名称	英文名称	保留时间	标准溶液的浓度 (mg/L)	方法检测限 mg/kg
1	阿维菌素	abamectin	26.402	0.05	0.007
2	杀草强	amitrole	1.363	0.05	0.001
3	丙硫克百威	benfuracarb	23.045	0.05	0.001
4	苄嘧磺隆	bensulfuron-methyl	14.945	0.05	0.001
5	溴敌隆 I	bromadiolone I	19.803	0.10	0.004
	溴敌隆 II	bromadiolone II	20.205		
6	丁硫克百威	carbosulfan	26.771	0.05	0.004
7	灭幼脲	chlorbenzuron	20.971	0.02	0.007
8	氟啶脲	chlorfluazuron	24.821	0.05	0.001
9	氯嘧磺隆	Chlorimuron-ethyl	12.576	0.05	0.001
10	氯磺隆	chlorsulfuron	7.104	0.05	0.001
11	霜脲氰	cymoxanil	9.213	0.10	0.001
12	烯酰吗啉 I	dimethomorph I	18.315	0.05	0.003
	烯酰吗啉 II	dimethomorph II	18.904		
13	敌草隆	diuron	16.444	0.05	0.002
14	唑螨酯	fenpyroximate	24.828	0.10	0.001
15	氟虫脲	flufenoxuron	24.240	0.05	0.009
16	氟铃脲	hexaflumuron	22.439	0.25	0.01
17	恶霉灵	hymexazol	1.615	0.10	0.001
18	吡虫啉	imidacloprid	6.548	0.05	0.004
19	利谷隆	linuron	17.870	0.10	0.003
20	虱螨脲	lufenuron	23.521	0.05	0.009
21	甲氧虫酰肼	methoxyfenozide	19.106	0.05	0.002
22	甲磺隆	metsulfuron-methyl	5.388	0.05	0.001
23	灭草隆	monuron	12.657	0.05	0.002
24	氧氟乐灵	oryzalin	19.979	0.05	0.009
25	辛硫磷	phoxim	21.603	0.05	0.002
26	多杀霉素 I	Spinosad I	27.407	0.05	0.003
	多杀霉素 II	spinosad II	28.751		

表 C.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	保留时间	标准溶液的浓度 (mg/L)	方法检测限 mg/kg
27	虫酰肼	tebufenozide	20.578	0.05	0.009
28	氟苯脲	teflubenzuron	23.421	0.05	0.001
29	噻虫嗪	thiamethoxam	4.043	0.05	0.002

附 录 D
(资料性附录)

表 D.1 给出了用液相色谱-质谱仪分析的 29 种农药的中英文名称、碰撞电压、扫描方式及定性离子、定量离子及定量离子与定性离子的丰度比值等信息。

**表 D.1 29 种农药的中英文名称、碰撞电压、扫描方式及定性离子定量离子
及定量离子与定性离子丰度比值表**

序号	中文名称	英文名称	碰撞电压	正负性	定量离子	定性离子
1	阿维菌素	abamectin	130	正	895.6(100)	896.6(57.2)
2	杀草强	amitrole	130	正	85.2(100)	
3	丙硫克百威	benfuracarb	130	正	411.3(100)	412.3(37.7)
4	苄嘧磺隆	bensulfuron-methyl	130	正	411.2(100)	412.3(20.3)
5	溴敌隆 I	bromadiolone I	130	负	525.2(100)	527.2(65.2)
	溴敌隆 II	bromadiolone II	130	负	525.2(100)	527.2(62.1)
6	丁硫克百威	carbosulfan	130	正	381.3(100)	382.3(23.6)
7	灭幼脲	chlorbenzuron	130	正	309.1(100)	311.1(96.0)
8	氟啶脲	chlorfluazuron	130	负	538.1(100)	540.1(73.0)
9	氯嘧磺隆	Chlorimuron-ethyl	130	正	415.1(100)	417.2(44.1)
10	氯磺隆	chlorsulfuron	130	正	358.2(100)	360.2(42.0)
11	霜脲氰	cymoxanil	110	正	199.2(100)	200.2(12.2)
12	烯酰吗啉 I	dimethomorph I	130	正	388.2(100)	390.2(24.7)
	烯酰吗啉 II	dimethomorph II	130	正	388.2(100)	390.2(24.8)
13	敌草隆	diuron	130	正	233.1(100)	235.1(90.4)
14	唑螨酯	fenpyroximate	130	正	422.3(100)	423.3(47.2)
15	氟虫脲	flufenoxuron	130	正	489.2(100)	491.2(37.5)
16	氟铃脲	hexaflumuron	130	正	461.1(100)	463.1(47.4)
17	恶霉灵	hymexazol	130	正	100.2(100)	102.3(18.2)
18	吡虫啉	imidacloprid	130	正	256.1(100)	258.1(35.3)
19	利谷隆	linuron	130	正	249.1(100)	251.1(87.4)
20	虱螨脲	lufenuron	130	正	511.1(100)	513.1(68.7)
21	甲氧虫酰肼	methoxyfenozide	130	正	369.3(100)	370.3(32.7)
22	甲磺隆	metsulfuron-methyl	130	正	382.2(100)	363.2(18.3)
23	灭草隆	monuron	130	正	199.1(100)	201.2(32.4)
24	氟乐灵	oryzalin	130	正	347.2(100)	348.2(23.4)
25	辛硫磷	phoxim	130	正	299.1(100)	300.2(14.9)
26	多杀霉素 I	Spinosad I	130	正	732.6(100)	733.6(48.0)
	多杀霉素 II	spinosad II	130	正	746.6(100)	747.6(58.7)

表 D.1 (续)

序号	中文名称	英文名称	碰撞电压	正负性	定量离子	定性离子
27	虫酰肼	tebufenozide	130	正	353.3(100)	354.3(30.5)
28	氟苯脲	teflubenzuron	130	负	381.1(100)	383.1(17.2)
29	噻虫嗪	thiamethoxam	130	正	292.1(100)	294.1(38.6)

附录 E
(资料性附录)

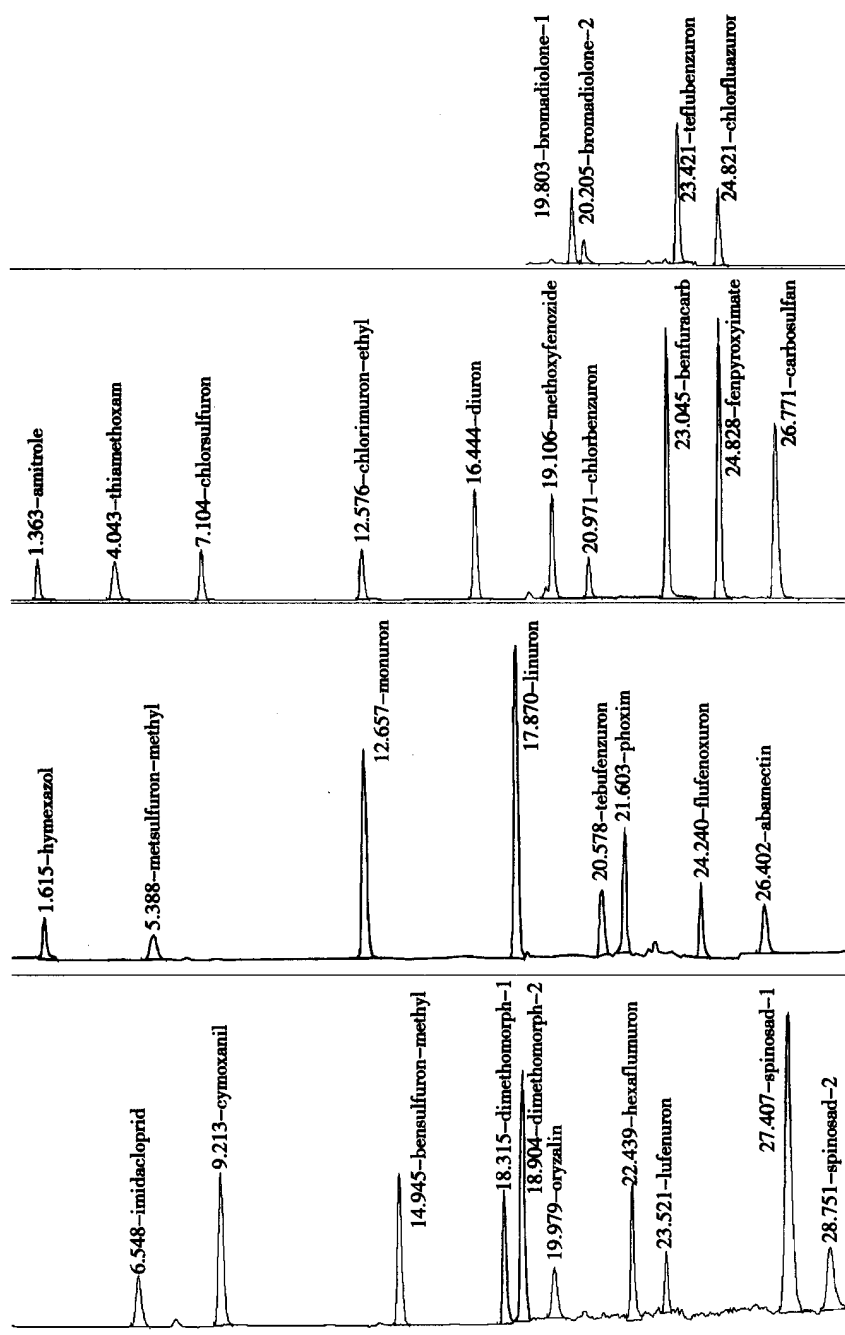


图 E.1 29 种标准物质选择离子监测图

中 华 人 民 共 和 国
农 业 行 业 标 准
蔬 菜 中 334 种 农 药 多 残 留 的 测 定
气 相 色 谱 质 谱 法 和 液 相 色 谱 质 谱 法
NY/T 1379—2007

* * *

中 国 农 业 出 版 社 出 版
(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)
(邮政编码: 100026 网址: www.ccap.com.cn)
中 国 农 业 出 版 社 印 刷 厂 印 刷
新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行 各 地 新 华 书 店 经 销

* * *

开 本 880mm×1230mm 1/16 印 张 1.75 字 数 18 千 字
2007 年 8 月 第 1 版 2007 年 8 月 北 京 第 1 次 印 刷
书 号: 16109·1252 印 数: 1~500 册
定 价: 18.00 元



NY/T 1379-2007

版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话: (010) 65005894