**附 件3**



中华人民共和国国家标准

201×-××-××发布 201×-××-××实施

发 布

**中华人民共和国国家**

**卫生健康委员会**

**中华人民共和国农业农村部**

**国家市场监督管理总局**

食品安全国家标准

植物源性食品中91种有机磷类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法

National food safety standard

Determination of 91 organophosphorus pesticides and metabolites residues in foods of plant origin—gas

chromatography method

**（征求意见稿）**

GB xxxxx—xxxx

ICS

G

前 言

本标准系首次发布。

食品安全国家标准

植物源性食品中91种有机磷类农药及其代谢物残留量的测定

气相色谱法

方法一 气相色谱双柱法

1范围

本标准规定了植物源性食品中91种有机磷农药及其代谢物（见附录A）残留量的气相色谱测定方法。

本标准适用于植物源性食品中91种有机磷农药及其代谢物残留量的测定。

2规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的应用文件，仅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

GB/T 8855新鲜水果和蔬菜的取样方法

3原理

试样用乙腈提取，提取液经固相萃取或分散固相萃取净化，使用带火焰光度检测器的气相色谱仪检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

4试剂与材料

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（CH3CN，CAS号：75-05-8）。

4.1.2丙酮（C3H6O，CAS号：67-64-1），色谱纯。

4.1.3甲苯（C7H8，CAS号：108-88-3) ，色谱纯。

4.1.4硫酸镁（MgSO4，CAS号：7487-88-9）。

4.1.5氯化钠（NaCl，CAS号：7647-14-5），140 ℃烘烤4 h。

4.1.6醋酸钠（CH3COONa,CAS 号: 6131-90-4）。

4.2溶液配制

乙腈-甲苯溶液（3+1）：量取100 mL甲苯加入300 mL乙腈中，混匀。

4.3 标准品

 农药标准品：名称见附录A，纯度≥96%。

4.4标准溶液配制

4.4.1 标准储备溶液（1000 mg/L）：准确称取10 mg(精确至0.1 mg）农药各标准品，用丙酮溶解并分别定容到10 mL。标准储备溶液避光且低于-18 ℃保存，有效期一年。

4.4.2混合标准溶液(Ⅰ、Ⅱ、Ⅲ、Ⅳ、Ⅴ和Ⅵ）详见附录A。

将91种农药及其代谢物分成6个组，分别准确吸取一定量的单个农药储备溶液于50 mL容量瓶中，用丙酮定容至刻度。混合标准溶液，避光0℃～4 ℃保存，有效期一个月。

4.5材料

4.5.1固相萃取柱：石墨化炭黑（GCB）500 mg /氨基（NH2）500 mg，6 mL。

4.5.2乙二胺-N-丙基硅烷硅胶（PSA),40μm ~60μm。

4.5.3 C18 固相萃取填料, 40μm ~60μm。

4.5.4陶瓷均质子，2 cm（长）×1 cm（外径）。

4.5.5微孔滤膜(有机相)： 0.22 μm×25 mm。。

5仪器和设备

5.1气相色谱仪：配有双火焰光度检测器(FPD 磷滤光片）。

5.2分析天平：感量0.1 mg和0.01 g。

5.3高速匀浆机：转速≥15 000 r/min。

5.4离心机：转速≥4 200 r/min。

5.5组织捣碎机。

5.6旋转蒸发仪。

5.7氮吹仪，可控温。

5.8旋涡振荡器。

6试样制备

6.1 试样制备

蔬菜和水果的取样量按照GB/T 8855规定执行，食用菌样品随机取样1 kg。样品取样部位按照GB 2763规定执行。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；对于细长、扁平或组分含量在各部分有差异的样品，可在不同部位切取小片或截成小段后处理；取后的样品将其切碎，充分混匀，用四分法取样或直接放入组织捣碎机中捣碎成匀浆，放入聚乙烯瓶中。

取谷类样品500 g，粉碎后使其全部可通过425 μm的标准网筛，放入聚乙烯瓶或袋中。取油料作物、茶叶、坚果和香辛料各500 g，粉碎后充分混匀，放入聚乙烯瓶或袋中。

植物油类搅拌均匀，放入聚乙烯瓶中。

6.2 试样贮存

 将试样按照测试和备用分别存放。于-18 ℃条件下保存。

7 分析步骤

7.1提取和净化

7.1.1蔬菜、水果和食用菌

称取20 g试样（精确到0.01 g）于150 mL烧杯中，加入40 mL乙腈，用高速匀浆机15 000 r/min匀浆2 min，提取液过滤至装有5 g~7 g氯化钠的100 mL具塞量筒中，盖上塞子，剧烈震荡1 min，在室温下静置30 min。

从具塞量筒中准确吸取10 mL上清液于100 mL烧杯中，80 ℃水浴中氮吹蒸发近干，加入2.0 mL丙酮溶解，盖上铝箔，备用。

将上述备用液完全转移至15 mL刻度离心管中，再用约3 mL丙酮分三次冲洗烧杯，并转移至离心管，最后定容至5.0 mL，涡旋0.5 min，过微孔滤膜（4.5.5），分别移入两个2 mL样品瓶中，待测。

7.1.2 油料作物和坚果

称取10 g试样（精确到0.01 g）于150 mL烧杯中，加入20 mL水，混匀后，静置30 min，再加入50 mL乙腈，用高速匀浆机15 000 r/min匀浆2 min，提取液过滤至装有5 g~7 g氯化钠的100 mL具塞量筒中，盖上塞子，剧烈震荡1 min，在室温下静置30 min。准确吸取8 mL上清液于15 mL刻度离心管中，加入900 mg无水硫酸镁，150 mgPSA，150 mgC18，旋涡0.5 min，4 200 r/min离心5 min，准确吸取5 mL上清液加入到10 mL刻度离心管中，80 ℃水浴中氮吹蒸发近干，准确加入1.00 mL丙酮，涡旋0.5 min，过微孔滤膜（4.5.5），分别移入两个2 mL样品瓶中，待测。

7.1.3谷物

称取10 g试样（精确到0.01 g）于150 mL具塞锥形瓶中，加入20 mL水浸润30 min，加入50 mL乙腈，在振荡器上200 r/min振荡30 min，提取液过滤至装有5 g~7 g氯化钠的100 mL具塞量筒中，盖上塞子，剧烈震荡1 min，在室温下静置30 min。

准确吸取10 mL 上清液于100 mL烧杯中，80 ℃水浴中氮吹蒸发近干，加入2.0 mL丙酮溶解，盖上铝箔，备用。

将上述溶液完全转移至10.0 mL刻度试管中，再用5 mL丙酮分三次冲洗烧杯，收集淋洗液于刻度试管中，50 ℃水浴氮吹蒸发近干，准确加入2.00 mL丙酮，涡旋0.5 min，过微孔滤膜（4.5.5），分别移入两个2 mL样品瓶中，待测。

7.1.4 茶叶和香辛料

称取5 g试样（精确到0.01 g）于150 mL烧杯中，加入20 mL水浸润30 min，加入50 mL 乙腈，15 000 r/min高速匀浆2 min后用滤纸过滤，滤纸收集到装有5 g~7 g氯化钠的100 mL具塞量筒中，盖上塞子，剧烈振荡1 min，在室温下静置30 min。

准确吸取10 mL上清液于100 mL烧杯中，80 ℃水浴中氮吹蒸发近干，加入2 mL乙腈-甲苯溶液（3+1）溶解残余物，待净化。

将固相萃取柱（4.5.1）用5 mL乙腈-甲苯溶液（3+1）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100 mL茄型瓶收集洗脱液，用2 mL乙腈-甲苯溶液（3+1）涮洗烧杯后过柱，并重复一次，再用15 mL乙腈-甲苯溶液（3+1）洗脱柱子，收集的洗脱液于40 ℃水浴中旋转蒸发近干，用5 mL丙酮冲洗茄型瓶并转移到10 mL离心管中，50 ℃水浴中氮吹蒸发近干，准确加入1.00 mL丙酮，旋涡混匀，过微孔滤膜（4.5.5），分别移入两个2 mL样品瓶中，待测。

7.1.5植物油

称取3 g试样（精确到0.01 g）于50 mL离心管中，加入5 mL水后，再加入15 mL 乙腈，剧烈振荡1 min后，加入6 g无水硫酸镁，1.5 g醋酸钠，涡旋混合，4 200 r/min离心5 min。

准确吸取8 mL上清液到内有900 mg无水硫酸镁，150 mgPSA，150 mgC18的15 mL离心管中，涡旋0.5 min，4 200 r/min离心5 min，准确吸取5 mL上清液放入10 mL刻度离心管中，80 ℃水浴中氮吹蒸发近干，准确加入1.00 mL丙酮，涡旋0.5 min，过微孔滤膜（4.5.5），分别移入两个2 mL样品瓶中，待测。

7.2测定

7.2.1 仪器参考条件

1. 色谱柱：A柱：50%聚苯基甲基硅氧烷石英毛细管柱，30 m×0.53 mm(内径）×1.0μm，或相当者；B 柱：100%聚苯基甲基硅氧烷石英毛细管柱，30 m×0.53 mm (内径）×1.5μm，或相当者；
2. 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；
3. 载气：氮气，纯度≥99.999 %，流速为8.4 mL/min；
4. 进样口温度：250 ℃；
5. 检测器温度：300 ℃；
6. 进样量：1 μL；
7. 进样方式：不分流进样；
8. 燃气：氢气，纯度≥99.999%，流速为80 mL/min。

 助燃气：空气，流速为110 mL/min。

7.2.2标准曲线

 将混合标准中间溶液用丙酮稀释成质量浓度为0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L和1 mg/L的系列标准溶液，参考色谱条件测定。以农药质量浓度为横坐标，色谱的峰面积积分值为纵坐标，绘制标准曲线。

7.2.3定性及定量

7.2.3.1定性测定

以目标农药的保留时间定性。被测试样中目标农药双柱上色谱峰的保留时间与相应标准色谱峰的保留时间相比较，相差应在±0.05 min之内。

7.2.3.2定量测定

以外标法定量。

7.3 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，根据公式（1），得到各农药组分含量。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。

7.4平行试验

按以上步骤对同一试样进行平行试验测定。

7.5空白试验

除不加试料外，采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

8结果计算

试样中被测农药残留量以质量分数*ω*计，数值以毫克/千克（mg/kg）表示，按公式（1）计算：

$ω=\frac{V\_{1}×A×V\_{3}}{V\_{2}×A\_{S}×m}×ρ$…………………………（1）

式中：

*ρ*—标准溶液中农药的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

*A*—试样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，单位为毫升(mL)；

*V*2—吸取出用于检测用的提取溶液的体积，单位为毫升(mL)；

*V*3—试样溶液定容体积，单位为毫升(mL)；

*m*—试样的质量，单位为克(g)。

计算结果应扣除空白值，计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，保留两位有效数字，结果超过1 mg/kg时保留三位有效数字。

9精密度

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过重复性限（*r*），参见附录B。

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过再现性限（*R*），参见附录B。

10 其他

 本标准方法各农药组分定量限见附录C表C.1。

11色谱图

色谱图见图1~图6，质量浓度均为0.1mg/L标准溶液。



A-柱



B-柱

**图1 第Ⅰ组农药标准溶液**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 敌敌畏 |  |  |  |  |  | 11 | 倍硫磷 |
| 2 | 乙酰甲胺磷 |  |  |  |  |  | 12 | 灭蚜磷 |
| 3 | 虫线磷 |  |  |  |  |  | 13 | 丙虫磷 |
| 4 | 甲基异内吸磷 |  |  |  |  |  | 14 | 抑草磷 |
| 5 | 百治磷 |  |  |  |  |  | 15 | 灭菌磷 |
| 6 | 乙拌磷 |  |  |  |  |  | 16 | 硫丙磷 |
| 7 | 乐果 |  |  |  |  |  | 17 | 三唑磷 |
| 8 | 甲基对硫磷 |  |  |  |  |  | 18 | 莎稗磷 |
| 9 | 毒死蜱 |  |  |  |  |  | 19 | 亚胺硫磷 |
| 10 | 嘧啶磷 |  |  |  |  |  |  |  |

****

A-柱

****

B-柱

**图2 第Ⅱ组农药标准溶液**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 20 | 灭线磷 |  |  |  |  |  | 29 | 溴硫磷 |
| 21 | 甲拌磷 |  |  |  |  |  | 30 | 乙基溴硫磷 |
| 22 | 氧乐果 |  |  |  |  |  | 31 | 巴毒磷 |
| 23 | 二嗪磷 |  |  |  |  |  | 32 | 丙溴磷 |
| 24 | 地虫硫磷 |  |  |  |  |  | 6-2 | 乙拌磷砜 |
| 25 | 异稻瘟净 |  |  |  |  |  | 33 | 乙硫磷 |
| 26 | 甲基毒死蜱 |  |  |  |  |  | 34 | 溴苯磷 |
| 27 | 对氧磷 |  |  |  |  |  | 35 | 吡菌磷 |
| 28 | 杀螟硫磷 |  |  |  |  |  |  |  |

****

A-柱

****

B-柱

**图3 第Ⅲ组农药标准溶液**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 36 甲胺磷 |  |  |  |  |  | 44 | 异柳磷 |
| 37 治螟磷 |  |  |  |  |  | 45 | 脱叶磷 |
| 38 特丁硫磷 |  |  |  |  |  | 46 | 杀扑磷 |
| 39 久效磷 |  |  |  |  |  | 47 | 虫螨磷 |
| 40 除线磷 |  |  |  |  |  | 48 | 伐灭磷 |
| 41 皮蝇磷 |  |  |  |  |  | 49 | 哌草磷 |
| 42 甲基嘧啶硫磷 |  |  |  |  |  | 50 | 伏杀硫磷 |
| 43 对硫磷 |  |  |  |  |  | 51 | 益棉磷 |

****

A-柱



B-柱

**图4 第Ⅳ组农药标准溶液**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 52 | 二溴磷 |  |  |  |  |  | 60 | 喹硫磷 |
| 53 | 速灭磷 |  |  |  |  |  | 61 | 丙硫磷 |
| 54 | 胺丙畏 |  |  |  |  |  | 62 | 杀虫畏 |
| 55 | 八甲磷 |  |  |  |  |  | 63 | 苯线磷 |
| 56 | 磷胺 |  |  |  |  |  | 64 | 甲基硫环磷 |
| 57 | 地毒磷 |  |  |  |  |  | 65 | 三硫磷 |
| 58 | 马拉硫磷 |  |  |  |  |  | 66 | 苯硫磷 |
| 21-1 | 甲拌磷亚砜 |  |  |  |  |  | 63-1 | 苯线磷亚砜 |
| 59 | 水胺硫磷 |  |  |  |  |  |  |  |

****

A-柱



B-柱

**图5 第Ⅴ组农药标准溶液**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 6-1 | 乙拌磷亚砜 |  |  |  |  |  | 74 | 蚜灭磷 |
| 67 | 内吸磷 |  |  |  |  |  | 75 | 丰索磷 |
| 68 | 乙嘧硫磷 |  |  |  |  |  | 11-2 | 倍硫磷砜 |
| 69 | 氯唑磷 |  |  |  |  |  | 76 | 甲基吡啶磷 |
| 70 | 甲基立枯磷 |  |  |  |  |  | 77 | 哒嗪硫磷 |
| 71 | 甲基异柳磷 |  |  |  |  |  | 78 | 保棉磷 |
| 38-1 | 特丁硫磷砜 |  |  |  |  |  | 79 | 蝇毒磷 |
| 72 | 噻唑硫磷 |  |  |  |  |  |  |  |
| 73 | 溴苯烯磷 |  |  |  |  |  |  |  |



A-柱



B-柱

**图6 第Ⅵ组农药标准溶液**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 80 | 吡唑硫磷 |  |  |  |  |  | 87 | 稻丰散 |
| 81 | 甲基内吸磷 |  |  |  |  |  | 88 | 碘硫磷 |
| 82 | 硫线磷 |  |  |  |  |  | 89 | 恶唑磷 |
| 83 | 丁基嘧啶磷 |  |  |  |  |  | 90 | 硫环磷 |
| 84 | 敌恶磷 |  |  |  |  |  | 11-1 | 倍硫磷亚砜 |
| 85 | 甲基对氧磷 |  |  |  |  |  | 91 | 敌瘟磷 |
| 86 | 安硫磷 |  |  |  |  |  | 63-2 | 苯线磷砜 |
| 44-1 | 氧异柳磷 |  |  |  |  |  |  |  |
| 21-2 | 甲拌磷砜 |  |  |  |  |  |  |  |

**方法二 气相色谱单柱法**

12范围

 同方法一。

13规范性引用文件

 同方法一。

14原理

试样用乙腈提取，提取液经固相萃取或分散固相萃取净化，使用带火焰光度检测器的气相色谱仪检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

15试剂和材料

 同方法一。

16仪器设备

16.1气相色谱仪：配有火焰光度检测器(FPD 磷滤光片），毛细管进样口。

16.2 除气相色谱仪外，其余同方法一。

17试样制备

 同方法一。

18 测定步骤

18.1 提取和净化

 同方法一。

18.2测定

18.2.1仪器参考条件

 色谱柱：50%聚苯基甲基硅氧烷石英毛细管柱，30m×0.53mm(内径）×1.0μm，或相当者。

18.2.2标准曲线

 同方法一。

18.2.3定性及定量

18.2.3.1定性测定

以目标农药的保留时间定性。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，相差在±0.05 min之内，需更换不同极性色谱柱再次确认，才可判断样品中存在这种农药。

18.2.3.2定量测定

 同方法一。

18.2.3平行试验

 同方法一。

18.2.4空白试验

 同方法一。

19结果计算

 同方法一。

20精密度

 同方法一。

21色谱图

色谱图见方法一中A柱色谱图。

**附录A**

**(资料性附录）**

**91种有机磷农药及其代谢物中英文名称、CAS号、分子式和分组**

91种有机磷农药及其代谢物的中英文名称、CAS号、分子式和分组，见表A.1。

表A.1 91种有机磷农药及其代谢物**中英文名称、CAS号、分子式和分组**

| 序号 | 农药中文名 | 农药英文名 | CAS 号 | 分子式 | 质量浓度mg/L | 组别 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 敌敌畏 | Dichlorvos | 62-73-7 | C4H7Cl2O4P | 20 | Ⅰ |
| 2 | 乙酰甲胺磷 | Acephate | 30560-19-1 | C4H10NO3PS | 40 | Ⅰ |
| 3 | 虫线磷 | Thionazin | 297-97-2 | C8H13N2O3PS | 20 | Ⅰ |
| 4 | 甲基异内吸磷 | Deneton-S-methyl | 919-86-8 | C6H15O3PS2 | 20 | Ⅰ |
| 5 | 百治磷 | Dicrotophos | 141-66-2 | C8H16NO5P | 20 | Ⅰ |
| 6 | 乙拌磷 | Disulfoton | 298-04-4 | C8H19O2PS3 | 20 | Ⅰ |
| 7 | 乐果 | Dimethoate | 60-51-5 | C5H12NO3PS2 | 20 | Ⅰ |
| 8 | 甲基对硫磷 | Parathion-methyl | 298-00-0 | C8H10NO5PS | 20 | Ⅰ |
| 9 | 毒死蜱 | Chlorpyriphos | 2921-88-2 | C9H11Cl3NO3PS | 20 | Ⅰ |
| 10 | 嘧啶磷 | Pirimiphos-ethyl | 23505-41-1 | C13H24N3O3PS | 20 | Ⅰ |
| 11 | 倍硫磷 | Fenthion | 55-38-9 | C10H15O3PS2 | 20 | Ⅰ |
| 12 | 灭蚜磷 | Mecarbam | 2595-54-2 | C10H20NO5PS2 | 20 | Ⅰ |
| 13 | 丙虫磷 | Propaphos | 7292-16-2 | C13H21O4PS | 20 | Ⅰ |
| 14 | 抑草磷 | Butamifos | 36335-67-8 | C13H21N2O4PS | 20 | Ⅰ |
| 15 | 灭菌磷 | Ditalimfos | 5131-24-8 | C12H14NO4PS | 20 | Ⅰ |
| 16 | 硫丙磷 | Sulprofos | 35400-43-2 | C12H19O2PS3 | 20 | Ⅰ |
| 17 | 三唑磷 | Triazophos | 24017-47-8 | C12H16N3O3PS | 20 | Ⅰ |
| 18 | 莎稗磷 | Anilofos | 64249-01-0 | C13H19ClNO3PS2 | 20 | Ⅰ |
| 19 | 亚胺硫磷 | Phosmet | 732-11-6 | C11H12NO4PS2 | 40 | Ⅰ |
| 20 | 灭线磷 | Ethoprophos | 13194-48-4 | C8H19O2PS2 | 20 | Ⅱ |
| 21 | 甲拌磷 | Phorate | 298-02-2 | C7H17O2PS3 | 20 | Ⅱ |
| 22 | 氧乐果 | Omethoate | 1113-02-6 | C5H12NO4PS | 40 | Ⅱ |
| 23 | 二嗪磷 | Diazinon | 333-41-5 | C12H21N2O3PS | 20 | Ⅱ |
| 24 | 地虫硫磷 | Fonofos | 944-22-9 | C10H15OPS2 | 20 | Ⅱ |
| 25 | 异稻瘟净 | Iprobenfos | 26087-47-8 | C13H21O3PS | 20 | Ⅱ |
| 26 | 甲基毒死蜱 | Chlorpyrifos-methyl | 5598-13-0 | C7H7Cl3NO3PS | 20 | Ⅱ |
| 27 | 对氧磷 | Paraoxon | 311-45-5 | C10H14NO6P | 20 | Ⅱ |
| 28 | 杀螟硫磷 | Fenitrothion | 122-14-5 | C9H12NO5PS | 20 | Ⅱ |
| 29 | 溴硫磷 | Bromophos | 2104-96-3 | C8H8BrCl2O3PS | 20 | Ⅱ |
| 30 | 乙基溴硫磷 | Bromophos-ethyl | 4824-78-6 | C10H12BrCl2O3PS | 20 | Ⅱ |
| 31 | 巴毒磷 | Crotoxyphos | 7700-17-6 | C14H19O6P | 40 | Ⅱ |
| 32 | 丙溴磷 | Profenofos | 41198-08-7 | C11H15BrClO3PS | 20 | Ⅱ |
| 6-2 | 乙拌磷砜 | Disulfoton sulfone | 2497-06-5 | C8H19O4PS3 | 20 | Ⅱ |
| 33 | 乙硫磷 | Ethion | 563-12-2 | C9H22O4P2S4 | 20 | Ⅱ |
| 34 | 溴苯磷 | Leptophos | 21609-90-5 | C13H10BrCl2O2PS | 40 | Ⅱ |
| 35 | 吡菌磷 | Pyrazophos | 13457-18-6 | C14H20N3O5PS | 20 | Ⅱ |
| 36 | 甲胺磷 | Methamidophos | 10265-92-6 | C2H8NO2PS | 20 | Ⅲ |
| 37 | 治螟磷 | Sulfotep | 3689-24-5 | C8H20O5P2S2 | 20 | Ⅲ |
| 38 | 特丁硫磷 | Terbufos | 13071–79–9 | C9H21O2PS3 | 20 | Ⅲ |
| 39 | 久效磷 | Monocrotophos | 6923–22–4 | C7H14NO5P | 20 | Ⅲ |
| 40 | 除线磷 | Dichlofenthion | 97–17–6 | C10H13Cl2O3PS | 20 | Ⅲ |
| 41 | 皮蝇磷 | Fenchlorphos | 299–84–3 | C8H8Cl3O3PS | 20 | Ⅲ |
| 42 | 甲基嘧啶磷 | Pirimiphos-methyl | 29232–93–7 | C11H20N3O3PS | 20 | Ⅲ |
| 43 | 对硫磷 | Parathion | 56–38–2 | C10H14NO5PS | 20 | Ⅲ |
| 44 | 异柳磷 | Isofenphos | 25311–71–1 | C15H24NO4PS | 20 | Ⅲ |
| 45 | 脱叶磷 | Merphos | 150-50-5 | C12H27PS3 | 20 | Ⅲ |
| 46 | 杀扑磷 | Methidathion | 950–37–8 | C6H11N2O4PS3 | 20 | Ⅲ |
| 47 | 虫螨磷 | Chlorthiophos | 60238-56-4 | C11H15Cl2O3PS2 | 20 | Ⅲ |
| 48 | 伐灭磷 | Famphur | 52–85–7 | C10H16NO5PS2 | 20 | Ⅲ |
| 49 | 哌草磷 | Piperophos | 24151-93-7 | C14H28NO3PS2 | 20 | Ⅲ |
| 50 | 伏杀硫磷 | Phoslone | 2310–17–0 | C12H15ClNO4PS2 | 20 | Ⅲ |
| 51 | 益棉磷 | Azinphos-ethyl | 2642-71-9 | C12H16N3O3PS2 | 40 | Ⅲ |
| 52 | 二溴磷 | Naled | 300–76–5 | C4H7Br2Cl2O4P | 80 | Ⅳ |
| 53 | 速灭磷 | Mevinphos | 7786-34-7 | C7H13O6P | 20 | Ⅳ |
| 54 | 胺丙畏 | Propetamphos | 31218–83–4 | C10H20NO4PS | 20 | Ⅳ |
| 55 | 八甲磷 | Schradan | 152–16–9 | C8H24N4O3P2 | 20 | Ⅳ |
| 56 | 磷胺 | Phosphamidon | 13171-21-6 | C10H19ClNO5P | 20 | Ⅳ |
| 57 | 地毒磷 | Trichloronat | 327–98–0 | C10H12Cl3O2PS | 20 | Ⅳ |
| 58 | 马拉硫磷 | Malathion | 121–75–5 | C10H19O6PS2 | 20 | Ⅳ |
| 21-1 | 甲拌磷亚砜 | Phorate sulfoxide | 2588-05-8 | C7H17O4PS2 | 20 | Ⅳ |
| 59 | 水胺硫磷 | Isocarbophos | 24353-61-5 | C11H16NO4PS | 20 | Ⅳ |
| 60 | 喹硫磷 | Quinalphos | 13593–03–8 | C12H15N2O3PS | 20 | Ⅳ |
| 61 | 丙硫磷 | Prothiofos | 34643–46–4 | C11H15Cl2O2PS2 | 20 | Ⅳ |
| 62 | 杀虫畏 | Tetrachlorvinphos | 22248-79-9 | C10H9Cl4O4P | 20 | Ⅳ |
| 63 | 苯线磷 | Fenamiphos | 22224-92-6 | C13H22NO3PS | 40 | Ⅳ |
| 64 | 甲基硫环磷 | Phosfolan-methyl | 14731-55-2 | C5H10NO3PS2 | 20 | Ⅳ |
| 65 | 三硫磷 | Carbophenothion | 786-19-6 | C11H16ClO2PS3 | 20 | Ⅳ |
| 66 | 苯硫磷 | EPN | 2104–64–5 | C14H14NO4PS | 20 | Ⅳ |
| 63-1 | 苯线磷亚砜 | Fenamiphos-sulfoxide | 31972-43-7 | C13H22NO4PS | 40 | Ⅳ |
| 6-1 | 乙拌磷亚砜 | Disulfoton sulfoxide | 2497-07-6 | C8H19O3PS3 | 40 | Ⅴ |
| 67 | 内吸磷-S | Demeton-S | 126-75-0 | C8H19O3PS2 | 20 | Ⅴ |
| 内吸磷-O | Demeton-O | 298-03-3 | C8H19O3PS2 | 20 | Ⅴ |
| 68 | 乙嘧硫磷 | Etrimfos | 38260-54-7 | C10H17N2O4PS | 20 | Ⅴ |
| 69 | 氯唑磷 | Isazofos | 42509-80-8 | C9H17ClN3O3PS | 20 | Ⅴ |
| 70 | 甲基立枯磷 | Tolclofos-methyl | 57018–04–9 | C9H11Cl2O3PS | 20 | Ⅴ |
| 71 | 甲基异柳磷 | Isofenphos-methyl | 99675-03-3 | C14H22NO4PS | 20 | Ⅴ |
| 38-1 | 特丁硫磷砜 | Terbufos sulfone | 56070-16-7 | C9H21O4PS3 | 20 | Ⅴ |
| 72 | 噻唑硫磷 | Fosthiazate | 98886–44–3 | C9H18NO3PS2 | 20 | Ⅴ |
| 73 | 溴苯烯磷 | Bromfenvinfos | 33399-00-7 | C12H14BrCl2O4P | 20 | Ⅴ |
| 74 | 蚜灭磷 | Vamidothion | 2275–23–2 | C8H18NO4PS2 | 20 | Ⅴ |
| 75 | 丰索磷 | Fensulfothion | 115–90–2 | C11H17O4PS2 | 20 | Ⅴ |
| 11-2 | 倍硫磷砜 | Fenthion-sulfone | 3761-42-0 | C10H15O5PS2 | 20 | Ⅴ |
| 76 | 甲基吡啶磷 | Azamethiphos | 35575–96–3 | C9H10ClN2O5PS | 20 | Ⅴ |
| 77 | 哒嗪硫磷 | Pyridaphenthion | 119-12-0 | C14H17N2O4PS | 20 | Ⅴ |
| 78 | 保棉磷 | Azinphos-methyl | 86-50-0 | C10H12N3O3PS2 | 20 | Ⅴ |
| 79 | 蝇毒磷 | Coumaphos | 56-72-4 | C14H16ClO5PS | 20 | Ⅴ |
| 80 | 吡唑硫磷 | Pyraclofos | 89784-60-1 | C14H18ClN2O3PS | 20 | Ⅵ |
| 81 | 甲基内吸磷 | Demeton-O-methyl | 8022-00-2 | C6H15O4PS | 20 | Ⅵ |
| 82 | 硫线磷 | Cadusafos | 95465-99-9 | C10H23O2PS2 | 10 | Ⅵ |
| 83 | 丁基嘧啶磷 | Tebupirimfos | 96182-53-5 | C13H23N2O3PS | 20 | Ⅵ |
| 84 | 敌恶磷 | Dioxathion | 78-34-2 | C12H26O6P2S4 | 20 | Ⅵ |
| 85 | 甲基对氧磷 | Paraoxon-methyl | 950-35-6 | C8H10NO6P | 20 | Ⅵ |
| 86 | 安硫磷 | Formothion | 2540-82-1 | C6H12NO4PS2 | 20 | Ⅵ |
| 44-1 | 氧异柳磷 | Isofenphos oxon | 31120-85-1 | C15H24NO5P | 20 | Ⅵ |
| 21-2 | 甲拌磷砜 | Phorate sulfone | 2588-04-7 | C7H17O4PS3 | 20 | Ⅵ |
| 87 | 稻丰散 | Phenthoate | 2597-03-7 | C12H17O4PS2 | 20 | Ⅵ |
| 88 | 碘硫磷 | Iodofenphos | 18181-70-9 | C8H8Cl2IO3PS | 20 | Ⅵ |
| 89 | 恶唑磷 | Isoxathion | 18854-01-8 | C13H16NO4PS | 20 | Ⅵ |
| 90 | 硫环磷 | Phosfolan | 947-02-4 | C7H14NO3PS2 | 20 | Ⅵ |
| 11-1 | 倍硫磷亚砜 | Fenthion-sulfoxide | 3761-41-9 | C10H15O4PS2 | 20 | Ⅵ |
| 91 | 敌瘟磷 | Edifenphos | 17109-49-8 | C14H15O2PS2 | 20 | Ⅵ |
| 63-2 | 苯线磷砜 | Fenamiphos-sulfone | 31972-44-8 | C13H22NO4PS | 40 | Ⅵ |

附 录 B

(资料性附录）

**方法的精密度**

 方法的重复性限（*r*）见表B.1

**表B.1** 重复性限（*r***）**

| 序号 |  农药 | 含量mg/kg | 重复性限 | 含量mg/kg | 重复性限 | 含量mg/kg | 重复性限 | 含量mg/kg | 重复性限 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 敌敌畏 | 0.01 | 0.0044 | 0.05 | 0.022 | 0.1 | 0.030 | 1.0 | 0.24 |
| 2 | 乙酰甲胺磷 | 0.02 | 0.0085 | 0.05 | 0.020 | 0.1 | 0.035 | 1.0 | 0.24 |
| 3 | 虫线磷 | 0.01 | 0.0058 | 0.05 | 0.014 | 0.1 | 0.030 | 1.0 | 0.16 |
| 4 | 甲基异内吸磷 | 0.01 | 0.0060 | 0.05 | 0.025 | 0.1 | 0.026 | 1.0 | 0.23 |
| 5 | 百治磷 | 0.01 | 0.0059 | 0.05 | 0.019 | 0.1 | 0.030 | 1.0 | 0.26 |
| 6 | 乙拌磷 | 0.01 | 0.0058 | 0.05 | 0.021 | 0.1 | 0.032 | 1.0 | 0.24 |
| 6-1 | 乙拌磷亚砜 | 0.02 | 0.0094 | 0.05 | 0.018 | 0.1 | 0.026 | 1.0 | 0.17 |
| 6-2 | 乙拌磷砜 | 0.01 | 0.0034 | 0.05 | 0.028 | 0.1 | 0.038 | 1.0 | 0.24 |
| 7 | 乐果 | 0.01 | 0.0036 | 0.05 | 0.025 | 0.1 | 0.033 | 1.0 | 0.22 |
| 8 | 甲基对硫磷 | 0.01 | 0.0064 | 0.05 | 0.011 | 0.1 | 0.033 | 1.0 | 0.22 |
| 9 | 毒死蜱 | 0.01 | 0.0048 | 0.05 | 0.018 | 0.1 | 0.022 | 1.0 | 0.20 |
| 10 | 嘧啶磷 | 0.01 | 0.0047 | 0.05 | 0.019 | 0.1 | 0.029 | 1.0 | 0.26 |
| 11 | 倍硫磷 | 0.01 | 0.0030 | 0.05 | 0.023 | 0.1 | 0.019 | 1.0 | 0.19 |
| 11-1 | 倍硫磷亚砜 | 0.01 | 0.0060 | 0.05 | 0.020 | 0.1 | 0.029 | 1.0 | 0.20 |
| 11-2 | 倍硫磷砜 | 0.01 | 0.0047 | 0.05 | 0.023 | 0.1 | 0.031 | 1.0 | 0.24 |
| 12 | 灭蚜磷 | 0.01 | 0.0058 | 0.05 | 0.032 | 0.1 | 0.028 | 1.0 | 0.21 |
| 13 | 丙虫磷 | 0.01 | 0.0058 | 0.05 | 0.017 | 0.1 | 0.032 | 1.0 | 0.34 |
| 14 | 抑草磷 | 0.01 | 0.0064 | 0.05 | 0.025 | 0.1 | 0.035 | 1.0 | 0.20 |
| 15 | 灭菌磷 | 0.01 | 0.0061 | 0.05 | 0.017 | 0.1 | 0.036 | 1.0 | 0.25 |
| 16 | 硫丙磷 | 0.01 | 0.0061 | 0.05 | 0.014 | 0.1 | 0.029 | 1.0 | 0.19 |
| 17 | 三唑磷 | 0.01 | 0.0058 | 0.05 | 0.017 | 0.1 | 0.031 | 1.0 | 0.28 |
| 18 | 莎稗磷 | 0.01 | 0.0067 | 0.05 | 0.028 | 0.1 | 0.029 | 1.0 | 0.30 |
| 19 | 亚胺硫磷 | 0.02 | 0.0091 | 0.05 | 0.018 | 0.1 | 0.028 | 1.0 | 0.23 |
| 20 | 灭线磷 | 0.01 | 0.0034 | 0.05 | 0.016 | 0.1 | 0.027 | 1.0 | 0.21 |
| 21 | 甲拌磷 | 0.01 | 0.0038 | 0.05 | 0.017 | 0.1 | 0.028 | 1.0 | 0.17 |
| 21-1 | 甲拌磷亚砜 | 0.01 | 0.0060 | 0.05 | 0.014 | 0.1 | 0.028 | 1.0 | 0.33 |
| 21-2 | 甲拌磷砜 | 0.01 | 0.0058 | 0.05 | 0.024 | 0.1 | 0.038 | 1.0 | 0.19 |
| 22 | 氧乐果 | 0.02 | 0.0096 | 0.05 | 0.022 | 0.1 | 0.028 | 1.0 | 0.23 |
| 23 | 二嗪磷 | 0.01 | 0.0064 | 0.05 | 0.019 | 0.1 | 0.033 | 1.0 | 0.25 |
| 24 | 地虫硫磷 | 0.01 | 0.0050 | 0.05 | 0.018 | 0.1 | 0.023 | 1.0 | 0.17 |
| 25 | 异稻瘟净 | 0.01 | 0.0054 | 0.05 | 0.016 | 0.1 | 0.032 | 1.0 | 0.17 |
| 26 | 甲基毒死蜱 | 0.01 | 0.0055 | 0.05 | 0.015 | 0.1 | 0.044 | 1.0 | 0.17 |
| 27 | 对氧磷 | 0.01 | 0.0050 | 0.05 | 0.021 | 0.1 | 0.032 | 1.0 | 0.22 |
| 28 | 杀螟硫磷 | 0.01 | 0.0060 | 0.05 | 0.011 | 0.1 | 0.031 | 1.0 | 0.21 |
| 29 | 溴硫磷 | 0.01 | 0.0056 | 0.05 | 0.019 | 0.1 | 0.026 | 1.0 | 0.21 |
| 30 | 乙基溴硫磷 | 0.01 | 0.0053 | 0.05 | 0.023 | 0.1 | 0.022 | 1.0 | 0.21 |
| 31 | 巴毒磷 | 0.02 | 0.0063 | 0.05 | 0.009 | 0.1 | 0.031 | 1.0 | 0.27 |
| 32 | 丙溴磷 | 0.01 | 0.0039 | 0.05 | 0.020 | 0.1 | 0.031 | 1.0 | 0.23 |
| 33 | 乙硫磷 | 0.01 | 0.0031 | 0.05 | 0.023 | 0.1 | 0.028 | 1.0 | 0.22 |
| 34 | 溴苯磷 | 0.02 | 0.010 | 0.05 | 0.016 | 0.1 | 0.039 | 1.0 | 0.18 |
| 35 | 吡菌磷 | 0.01 | 0.0064 | 0.05 | 0.020 | 0.1 | 0.031 | 1.0 | 0.24 |
| 36 | 甲胺磷 | 0.01 | 0.0035 | 0.05 | 0.008 | 0.1 | 0.028 | 1.0 | 0.16 |
| 37 | 治螟磷 | 0.01 | 0.0055 | 0.05 | 0.012 | 0.1 | 0.028 | 1.0 | 0.24 |
| 38 | 特丁硫磷 | 0.01 | 0.0057 | 0.05 | 0.014 | 0.1 | 0.034 | 1.0 | 0.27 |
| 38-1 | 特丁硫磷砜 | 0.01 | 0.0038 | 0.05 | 0.019 | 0.1 | 0.032 | 1.0 | 0.18 |
| 39 | 久效磷 | 0.01 | 0.0058 | 0.05 | 0.017 | 0.1 | 0.021 | 1.0 | 0.24 |
| 40 | 除线磷 | 0.01 | 0.0041 | 0.05 | 0.013 | 0.1 | 0.027 | 1.0 | 0.34 |
| 41 | 皮蝇磷 | 0.01 | 0.0057 | 0.05 | 0.011 | 0.1 | 0.031 | 1.0 | 0.29 |
| 42 | 甲基嘧啶磷 | 0.01 | 0.0033 | 0.05 | 0.010 | 0.1 | 0.026 | 1.0 | 0.25 |
| 43 | 对硫磷 | 0.01 | 0.0049 | 0.05 | 0.011 | 0.1 | 0.027 | 1.0 | 0.18 |
| 44 | 异柳磷 | 0.01 | 0.0035 | 0.05 | 0.018 | 0.1 | 0.029 | 1.0 | 0.26 |
| 44-1 | 氧异柳磷 | 0.01 | 0.0060 | 0.05 | 0.022 | 0.1 | 0.033 | 1.0 | 0.25 |
| 45 | 脱叶磷 | 0.01 | 0.0059 | 0.05 | 0.024 | 0.1 | 0.024 | 1.0 | 0.26 |
| 46 | 杀扑磷 | 0.01 | 0.0056 | 0.05 | 0.010 | 0.1 | 0.035 | 1.0 | 0.27 |
| 47 | 虫螨磷 | 0.01 | 0.0051 | 0.05 | 0.006 | 0.1 | 0.033 | 1.0 | 0.19 |
| 48 | 伐灭磷 | 0.01 | 0.0063 | 0.05 | 0.021 | 0.1 | 0.029 | 1.0 | 0.23 |
| 49 | 哌草磷 | 0.01 | 0.0061 | 0.05 | 0.025 | 0.1 | 0.030 | 1.0 | 0.22 |
| 50 | 伏杀硫磷 | 0.01 | 0.0058 | 0.05 | 0.014 | 0.1 | 0.046 | 1.0 | 0.20 |
| 51 | 益棉磷 | 0.02 | 0.010 | 0.05 | 0.015 | 0.1 | 0.034 | 1.0 | 0.23 |
| 52 | 二溴磷 | 0.04 | 0.030 | 0.05 | 0.012 | 0.1 | 0.029 | 1.0 | 0.22 |
| 53 | 速灭磷 | 0.01 | 0.0038 | 0.05 | 0.015 | 0.1 | 0.032 | 1.0 | 0.19 |
| 54 | 胺丙畏 | 0.01 | 0.0062 | 0.05 | 0.013 | 0.1 | 0.035 | 1.0 | 0.25 |
| 55 | 八甲磷 | 0.01 | 0.0055 | 0.05 | 0.032 | 0.1 | 0.034 | 1.0 | 0.29 |
| 56 | 磷胺 | 0.01 | 0.0051 | 0.05 | 0.021 | 0.1 | 0.037 | 1.0 | 0.21 |
| 57 | 地毒磷 | 0.01 | 0.0053 | 0.05 | 0.020 | 0.1 | 0.025 | 1.0 | 0.21 |
| 58 | 马拉硫磷 | 0.01 | 0.0051 | 0.05 | 0.008 | 0.1 | 0.019 | 1.0 | 0.22 |
| 59 | 水胺硫磷 | 0.01 | 0.0063 | 0.05 | 0.015 | 0.1 | 0.030 | 1.0 | 0.23 |
| 60 | 喹硫磷 | 0.01 | 0.0048 | 0.05 | 0.027 | 0.1 | 0.035 | 1.0 | 0.22 |
| 61 | 丙硫磷 | 0.01 | 0.0062 | 0.05 | 0.017 | 0.1 | 0.025 | 1.0 | 0.26 |
| 62 | 杀虫畏 | 0.01 | 0.0058 | 0.05 | 0.016 | 0.1 | 0.030 | 1.0 | 0.22 |
| 63 | 苯线磷 | 0.02 | 0.0097 | 0.05 | 0.016 | 0.1 | 0.041 | 1.0 | 0.28 |
| 63-1 | 苯线磷亚砜 | 0.02 | 0.0100 | 0.05 | 0.021 | 0.1 | 0.022 | 1.0 | 0.19 |
| 63-2 | 苯线磷砜 | 0.02 | 0.010 | 0.05 | 0.022 | 0.1 | 0.031 | 1.0 | 0.22 |
| 64 | 甲基硫环磷 | 0.01 | 0.0049 | 0.05 | 0.007 | 0.1 | 0.031 | 1.0 | 0.30 |
| 65 | 三硫磷 | 0.01 | 0.0052 | 0.05 | 0.018 | 0.1 | 0.032 | 1.0 | 0.23 |
| 66 | 苯硫磷 | 0.01 | 0.0050 | 0.05 | 0.027 | 0.1 | 0.032 | 1.0 | 0.24 |
| 67 | 内吸磷 | 0.01 | 0.0052 | 0.05 | 0.016 | 0.1 | 0.022 | 1.0 | 0.21 |
| 68 | 乙嘧硫磷 | 0.01 | 0.0045 | 0.05 | 0.014 | 0.1 | 0.027 | 1.0 | 0.20 |
| 69 | 氯唑磷 | 0.01 | 0.0068 | 0.05 | 0.023 | 0.1 | 0.029 | 1.0 | 0.22 |
| 70 | 甲基立枯磷 | 0.01 | 0.0056 | 0.05 | 0.027 | 0.1 | 0.033 | 1.0 | 0.22 |
| 71 | 甲基异柳磷 | 0.01 | 0.0034 | 0.05 | 0.023 | 0.1 | 0.030 | 1.0 | 0.18 |
| 72 | 噻唑硫磷 | 0.01 | 0.0041 | 0.05 | 0.022 | 0.1 | 0.040 | 1.0 | 0.28 |
| 73 | 溴苯烯磷 | 0.01 | 0.0048 | 0.05 | 0.030 | 0.1 | 0.035 | 1.0 | 0.28 |
| 74 | 蚜灭磷 | 0.01 | 0.0066 | 0.05 | 0.020 | 0.1 | 0.028 | 1.0 | 0.28 |
| 75 | 丰索磷 | 0.01 | 0.0050 | 0.05 | 0.022 | 0.1 | 0.035 | 1.0 | 0.28 |
| 76 | 甲基吡啶磷 | 0.01 | 0.007 | 0.05 | 0.037 | 0.1 | 0.040 | 1.0 | 0.33 |
| 77 | 哒嗪硫磷 | 0.01 | 0.0053 | 0.05 | 0.025 | 0.1 | 0.037 | 1.0 | 0.30 |
| 78 | 保棉磷 | 0.01 | 0.0069 | 0.05 | 0.028 | 0.1 | 0.029 | 1.0 | 0.28 |
| 79 | 蝇毒磷 | 0.01 | 0.0069 | 0.05 | 0.023 | 0.1 | 0.033 | 1.0 | 0.35 |
| 80 | 吡唑硫磷 | 0.01 | 0.0063 | 0.05 | 0.019 | 0.1 | 0.028 | 1.0 | 0.18 |
| 81 | 甲基内吸磷 | 0.01 | 0.0056 | 0.05 | 0.015 | 0.1 | 0.039 | 1.0 | 0.28 |
| 82 | 硫线磷 | 0.005 | 0.0026 | 0.05 | 0.027 | 0.1 | 0.031 | 1.0 | 0.27 |
| 83 | 丁基嘧啶磷 | 0.01 | 0.0056 | 0.05 | 0.013 | 0.1 | 0.026 | 1.0 | 0.20 |
| 84 | 敌恶磷 | 0.01 | 0.005 | 0.05 | 0.027 | 0.1 | 0.039 | 1.0 | 0.23 |
| 85 | 甲基对氧磷 | 0.01 | 0.0048 | 0.05 | 0.026 | 0.1 | 0.033 | 1.0 | 0.26 |
| 86 | 安硫磷 | 0.01 | 0.0052 | 0.05 | 0.018 | 0.1 | 0.030 | 1.0 | 0.21 |
| 87 | 稻丰散 | 0.01 | 0.0060 | 0.05 | 0.022 | 0.1 | 0.026 | 1.0 | 0.18 |
| 88 | 碘硫磷 | 0.01 | 0.0054 | 0.05 | 0.026 | 0.1 | 0.024 | 1.0 | 0.22 |
| 89 | 恶唑磷 | 0.01 | 0.0044 | 0.05 | 0.021 | 0.1 | 0.028 | 1.0 | 0.21 |
| 90 | 硫环磷 | 0.01 | 0.0045 | 0.05 | 0.021 | 0.1 | 0.027 | 1.0 | 0.26 |
| 91 | 敌瘟磷 | 0.01 | 0.0063 | 0.05 | 0.028 | 0.1 | 0.029 | 1.0 | 0.26 |

 方法的再现性限（*R）*见表B.2。

表B.2 实验室间再现性限（*R*）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 农药 | 含量mg/kg | 再现性限*R* | 含量mg/kg | 再现性限*R* | 含量mg/kg | 再现性限*R* | 含量mg/kg | 再现性限*R* |
| 1 | 敌敌畏 | 0.01 | 0.0063 | 0.05 | 0.033 | 0.1 | 0.048 | 1.0 | 0.41 |
| 2 | 甲胺磷 | 0.01 | 0.0059 | 0.05 | 0.011 | 0.1 | 0.044 | 1.0 | 0.41 |
| 3 | 乙酰甲胺磷 | 0.02 | 0.011 | 0.05 | 0.032 | 0.1 | 0.051 | 1.0 | 0.48 |
| 4 | 虫线磷 | 0.01 | 0.0074 | 0.05 | 0.019 | 0.1 | 0.056 | 1.0 | 0.42 |
| 5 | 氧乐果 | 0.02 | 0.012 | 0.05 | 0.038 | 0.1 | 0.062 | 1.0 | 0.44 |
| 6 | 乙拌磷 | 0.01 | 0.0072 | 0.05 | 0.036 | 0.1 | 0.048 | 1.0 | 0.57 |
| 7 | 异稻瘟净 | 0.01 | 0.0063 | 0.05 | 0.029 | 0.1 | 0.045 | 1.0 | 0.50 |
| 8 | 安硫磷 | 0.01 | 0.0056 | 0.05 | 0.030 | 0.1 | 0.062 | 1.0 | 0.46 |
| 9 | 氧异柳磷 | 0.01 | 0.0065 | 0.05 | 0.030 | 0.1 | 0.049 | 1.0 | 0.63 |
| 10 | 甲基异柳磷 | 0.01 | 0.0063 | 0.05 | 0.026 | 0.1 | 0.047 | 1.0 | 0.39 |
| 11 | 特丁硫磷砜 | 0.01 | 0.0057 | 0.05 | 0.023 | 0.1 | 0.042 | 1.0 | 0.35 |
| 12 | 苯线磷 | 0.02 | 0.011 | 0.05 | 0.031 | 0.1 | 0.059 | 1.0 | 0.35 |
| 13 | 虫螨磷 | 0.01 | 0.0077 | 0.05 | 0.011 | 0.1 | 0.061 | 1.0 | 0.38 |
| 14 | 三硫磷 | 0.01 | 0.0064 | 0.05 | 0.021 | 0.1 | 0.046 | 1.0 | 0.38 |
| 15 | 倍硫磷砜 | 0.01 | 0.058 | 0.05 | 0.027 | 0.1 | 0.050 | 1.0 | 0.43 |
| 16 | 苯线磷亚砜 | 0.02 | 0.091 | 0.05 | 0.035 | 0.1 | 0.068 | 1.0 | 0.53 |
| 17 | 溴苯磷 | 0.02 | 0.082 | 0.05 | 0.032 | 0.1 | 0.061 | 1.0 | 0.39 |
| 18 | 益棉磷 | 0.02 | 0.098 | 0.05 | 0.033 | 0.1 | 0.042 | 1.0 | 0.49 |
| 19 | 乙拌磷亚砜 | 0.02 | 0.088 | 0.05 | 0.035 | 0.1 | 0.090 | 1.0 | 0.45 |
| 20 | 速灭磷 | 0.01 | 0.0056 | 0.05 | 0.020 | 0.1 | 0.055 | 1.0 | 0.32 |
| 21 | 内吸磷 | 0.01 | 0.0073 | 0.05 | 0.035 | 0.1 | 0.071 | 1.0 | 0.45 |
| 22 | 甲拌磷 | 0.01 | 0.0054 | 0.05 | 0.044 | 0.1 | 0.054 | 1.0 | 0.47 |
| 23 | 地虫硫磷 | 0.01 | 0.0072 | 0.05 | 0.024 | 0.1 | 0.065 | 1.0 | 0.47 |
| 24 | 磷胺 | 0.01 | 0.0085 | 0.05 | 0.039 | 0.1 | 0.062 | 1.0 | 0.36 |
| 25 | 倍硫磷 | 0.01 | 0.0062 | 0.05 | 0.023 | 0.1 | 0.059 | 1.0 | 0.37 |
| 26 | 甲拌磷砜 | 0.01 | 0.0061 | 0.05 | 0.030 | 0.1 | 0.055 | 1.0 | 0.59 |
| 27 | 稻丰散 | 0.01 | 0.0069 | 0.05 | 0.023 | 0.1 | 0.041 | 1.0 | 0.29 |
| 28 | 乙拌磷砜 | 0.01 | 0.0065 | 0.05 | 0.028 | 0.1 | 0.050 | 1.0 | 0.35 |
| 29 | 硫环磷 | 0.01 | 0.010 | 0.05 | 0.021 | 0.1 | 0.041 | 1.0 | 0.33 |
| 30 | 硫丙磷 | 0.01 | 0.0072 | 0.05 | 0.019 | 0.1 | 0.065 | 1.0 | 0.42 |
| 31 | 倍硫磷亚砜 | 0.01 | 0.0082 | 0.05 | 0.026 | 0.1 | 0.047 | 1.0 | 0.36 |
| 32 | 敌瘟磷 | 0.01 | 0.0066 | 0.05 | 0.027 | 0.1 | 0.043 | 1.0 | 0.44 |
| 33 | 苯线磷砜 | 0.02 | 0.012 | 0.05 | 0.028 | 0.1 | 0.064 | 1.0 | 0.46 |
| 34 | 亚胺硫磷 | 0.01 | 0.011 | 0.05 | 0.030 | 0.1 | 0.067 | 1.0 | 0.39 |

附 录 C

(资料性附录）

91种有机磷农药及其代谢物**方法定量限、分组、检测时间参考和定量限**

 91种有机磷农药及其代谢物中文与英文名称、检测时间参考、方法定量限、分组，见表C.1。

| **表C.1 91种有机磷农药及其代谢物中文与英文名称、检测时间参考、分组和方法定量限** |
| --- |
| 序号 | 中文名称 | 英文名称 | 相对保留时间 | 定量限mg/kg | 茶叶、香辛料定量限mg/kg |
| A-RRT DB-17 | B-RRT DB-1 |
| Ⅰ组 |
| 1 | 敌敌畏 | Dichlorvos | 0.21 | 0.21 | 0.010  | 0.050  |
| 2 | 乙酰甲胺磷 | Acephate | 0.49 | 0.34 | 0.020  | 0.050  |
| 3 | 虫线磷 | Thionazin | 0.60 | 0.55 | 0.010  | 0.050  |
| 4 | 甲基异内吸磷 | Deneton-s-methyl | 0.65 | 0.56 | 0.010  | 0.050  |
| 5 | 百治磷 | Dicrotophos | 0.74 | 0.60 | 0.010  | 0.050  |
| 6 | 乙拌磷 | Disulfoton | 0.79 | 0.79 | 0.010  | 0.050  |
| 7 | 乐果 | Dimethoate | 0.84 | 0.67 | 0.010  | 0.050  |
| 8 | 甲基对硫磷 | Methyl parathion | 0.95 | 0.87 | 0.010  | 0.050  |
| 9 | 毒死蜱 | Chlorpyriphos | 1.00 | 1.00 | 0.010  | 0.050  |
| 10 | 嘧啶磷 | Pirimiphos-ethyl | 1.04 | 1.06 | 0.010  | 0.050  |
| 11 | 倍硫磷 | Fenthion | 1.08 | 0.98 | 0.010  | 0.050  |
| 12 | 灭蚜磷 | Mecarbam | 1.15 | 1.10 | 0.010  | 0.050  |
| 13 | 丙虫磷 | Propaphos | 1.20 | 1.14 | 0.010  | 0.050  |
| 14 | 抑草磷 | Butamifos | 1.23 | 1.20 | 0.010  | 0.050  |
| 15 | 灭菌磷 | Ditalimfos | 1.32 | 1.17 | 0.010  | 0.050  |
| 16 | 硫丙磷 | Sulprofos | 1.47 | 1.40 | 0.010  | 0.050  |
| 17 | 三唑磷 | Triazophos | 1.61 | 1.37 | 0.010  | 0.050  |
| 18 | 莎稗磷 | Anilofos | 1.89 | 1.65 | 0.010  | 0.050  |
| 19 | 亚胺硫磷 | Phosmet | 1.95 | 1.56 | 0.020  | 0.050  |
| Ⅱ组 |
| 20 | 灭线磷 | Ethoprophos | 0.60 | 0.59 | 0.010  | 0.050  |
| 21 | 甲拌磷 | Phorate | 0.67 | 0.66 | 0.010  | 0.050  |
| 22 | 氧乐果 | Omethoate | 0.71 | 0.52 | 0.020  | 0.050  |
| 23 | 二嗪磷 | Diazinon | 0.76 | 0.78 | 0.010  | 0.050  |
| 24 | 地虫硫磷 | Fonofos | 0.79 | 0.76 | 0.010  | 0.050  |
| 25 | 异稻瘟净 | Iprobenfos | 0.84 | 0.83 | 0.010  | 0.050  |
| 26 | 甲基毒死蜱 | Chlorpyrifos-methyl | 0.92 | 0.88 | 0.010  | 0.050  |
| 27 | 对氧磷 | Paraxon | 0.96 | 0.90 | 0.010  | 0.050  |
| 28 | 杀螟硫磷 | Fenitrothion | 1.02 | 0.94 | 0.010  | 0.050  |
| 29 | 溴硫磷 | Bromophos | 1.07 | 1.05 | 0.010  | 0.050  |
| 30 | 乙基溴硫磷 | Bromophos-ethyl | 1.13 | 1.16 | 0.010  | 0.050  |
| 31 | 巴毒磷 | Crotoxyphos pantozol | 1.21 | 1.11 | 0.020  | 0.050  |
| 32 | 丙溴磷 | Profenofos | 1.27 | 1.23 | 0.010  | 0.050  |
| 6-2 | 乙拌磷砜 | Disulfoton sulfone | 1.31 | 1.14 | 0.010  | 0.050  |
| 33 | 乙硫磷 | Ethion | 1.42 | 1.36 | 0.010  | 0.050  |
| 34 | 溴苯磷 | Leptophos | 1.93 | 1.74 | 0.020  | 0.050  |
| 35 | 吡菌磷 | Pyrazophos | 2.03 | 1.86 | 0.010  | 0.050  |
| Ⅲ组 |
| 36 | 甲胺磷 | Methamidophos | 0.27 | 0.19 | 0.010  | 0.050  |
| 37 | 治螟磷 | Sulfotep | 0.66 | 0.64 | 0.010  | 0.050  |
| 38 | 特丁硫磷 | Terbufos | 0.73 | 0.76 | 0.010  | 0.050  |
| 39 | 久效磷 | Monocrotophos | 0.80 | 0.60 | 0.010  | 0.050  |
| 40 | 除线磷 | Dichlofenthion | 0.84 | 0.87 | 0.010  | 0.050  |
| 41 | 皮蝇磷 | Fenchlorphos | 0.92 | 0.92 | 0.010  | 0.050  |
| 42 | 甲基嘧啶硫磷 | Pirimiphos-methyl | 0.97 | 0.95 | 0.010  | 0.050  |
| 43 | 对硫磷 | Parathion | 1.02 | 1.00 | 0.010  | 0.050  |
| 44 | 异柳磷 | Isofenphos | 1.11 | 1.10 | 0.010  | 0.050  |
| 45 | 脱叶磷 | Merphos | 1.20 | 1.26 | 0.010  | 0.050  |
| 46 | 杀扑磷 | Methidathion | 1.30 | 1.13 | 0.010  | 0.050  |
| 47 | 虫螨磷1 | Chlorthiophos-1 | 1.37 | 1.32 | 0.010  | 0.050  |
| 虫螨磷2 | Chlorthiophos-2 | 1.39 | 1.35 |
| 虫螨磷3 | Chlorthiophos-3 | 1.42 | 1.38 |
| 48 | 伐灭磷 | Famphur | 1.61 | 1.40 | 0.010  | 0.050  |
| 49 | 哌草磷 | Piperphos | 1.72 | 1.62 | 0.010  | 0.050  |
| 50 | 伏杀硫磷 | Phoslone | 1.91 | 1.71 | 0.010  | 0.050  |
| 51 | 益棉磷 | Azinphos-ethyl | 2.39 | 1.83 | 0.020  | 0.050  |
| Ⅳ组 |
| 52 | 二溴磷1 | Naled-1 | 0.21 | 0.21 | 0.040  | 0.050  |
| 二溴磷2 | Naled-2 | 0.68 | 0.61 |
| 53 | 速灭磷 | Mevinphos | 0.40 | 0.35 | 0.010  | 0.050  |
| 54 | 胺丙畏 | Propetamphos | 0.75 | 0.75 | 0.010  | 0.050  |
| 55 | 八甲磷 | Schradan | 0.78 | 0.70 | 0.010  | 0.050  |
| 56 | 磷胺1 | Phosphamidon-1 | 0.85 | 0.77 | 0.010  | 0.050  |
| 磷胺2 | Phosphamidon-2 | 0.94 | 0.85 |
| 57 | 地毒磷 | Trichloronat | 0.98 | 1.05 | 0.010  | 0.050  |
| 58 | 马拉硫磷 | Malathion | 1.02 | 0.96 | 0.010  | 0.050  |
| 21-2 | 甲拌磷亚砜 | Phorate sulfoxide | 1.08 | 0.95 | 0.010  | 0.050  |
| 59 | 水胺硫磷 | Isocarophos | 1.13 | 1.00 | 0.010  | 0.050  |
| 60 | 喹硫磷 | Quinalphos | 1.17 | 1.10 | 0.010  | 0.050  |
| 61 | 丙硫磷 | Prothiofos | 1.21 | 1.23 | 0.010  | 0.050  |
| 62 | 杀虫畏 | Tetraclorvinphose | 1.25 | 1.17 | 0.010  | 0.050  |
| 63 | 苯线磷 | Fenamiphos | 1.27 | 1.19 | 0.020  | 0.050  |
| 64 | 甲基硫环磷 | Phosfolan-methyl | 1.37 | 1.04 | 0.010  | 0.050  |
| 65 | 三硫磷 | Carbophenothion | 1.48 | 1.43 | 0.010  | 0.050  |
| 66 | 苯硫磷 | Epn | 1.76 | 1.60 | 0.010  | 0.050  |
| 63-1 | 苯线磷亚砜 | Fenamiphos-sulfoxide | 1.83 | 1.54 | 0.020  | 0.050  |
| Ⅴ组 |
| 6-1 | 乙拌磷亚砜 | Disulfoton sulfoxide | 0.26 | 0.28 | 0.020  | 0.050  |
| 67 | 内吸磷-1 | Demeton-o-1 | 0.56 | 0.56 | 0.010  | 0.050  |
| 内吸磷-2 | Demeton-o-2 | 0.73 | 0.69 |
| 68 | 乙嘧硫磷 | Etrimfos | 0.81 | 0.82 | 0.010  | 0.050  |
| 69 | 氯唑磷 | Isazophos | 0.86 | 0.80 | 0.010  | 0.050  |
| 70 | 甲基立枯磷 | Tolclofos-methyl | 0.96 | 0.89 | 0.010  | 0.050  |
| 71 | 甲基异柳磷 | Isofenphos-methyl | 1.09 | 1.06 | 0.010  | 0.050  |
| 38-1 | 特丁硫磷砜 | Terbufos sulfone | 1.18 | 1.07 | 0.010  | 0.050  |
| 72 | 噻唑硫磷 | Fosthiazate | 1.21 | 1.01 | 0.010  | 0.050  |
| 73 | 溴苯烯磷 | Bromfonvinfos | 1.27 | 1.20 | 0.010  | 0.050  |
| 74 | 蚜灭磷 | Vamidothion | 1.38 | 1.13 | 0.010  | 0.050  |
| 75 | 丰索磷 | Fensulfothion | 1.50 | 1.31 | 0.010  | 0.050  |
| 11-2 | 倍硫磷砜 | Fenthion-sulfone | 1.57 | 1.32 | 0.010  | 0.050  |
| 76 | 甲基吡啶磷 | Azamethiphos | 1.65 | 1.38 | 0.010  | 0.050  |
| 77 | 哒嗪硫磷 | Pyridafenthion | 1.84 | 1.57 | 0.010  | 0.050  |
| 78 | 保棉磷 | Azinphos-methyl | 2.26 | 1.69 | 0.010  | 0.050  |
| 79 | 蝇毒磷 | Coumaphos | 2.45 | 2.03 | 0.010  | 0.050  |
| Ⅵ组 |
| 80 | 吡唑硫磷-1 | Pyraclofos-1 | 0.30 | 0.30 | 0.010  | 0.050  |
| 吡唑硫磷2 | Pyraclofos-2 | 2.19 | 1.88 |
| 81 | 甲基内吸磷 | Demeton-s-methyl | 0.47 | 0.45 | 0.010  | 0.050  |
| 82 | 硫线磷 | Cadusafos | 0.62 | 0.66 | 0.005  | 0.050  |
| 83 | 丁基嘧啶磷 | Tebupirimfos | 0.73 | 0.84 | 0.010  | 0.050  |
| 84 | 敌恶磷-1 | Dioxathion-1 | 0.82 | 0.73 | 0.010  | 0.050  |
| 敌恶磷-2 | Dioxathion-2 |  | 2.06 |
| 85 | 甲基对氧磷 | Paraoxon-methyl | 0.89 | 0.77 | 0.010  | 0.050  |
| 86 | 安硫磷 | Formothion | 0.97 | 0.81 | 0.010  | 0.050  |
| 44-1 | 氧异柳磷 | Isofenphos oxon | 1.05 | 1.01 | 0.010  | 0.050  |
| 21-2 | 甲拌磷砜 | Phorate sulfone | 1.10 | 0.96 | 0.010  | 0.050  |
| 87 | 稻丰散 | Phenthoate | 1.21 | 1.10 | 0.010  | 0.050  |
| 88 | 碘硫磷 | Idofenphos | 1.29 | 1.21 | 0.010  | 0.050  |
| 89 | 恶唑磷 | Isoxathion | 1.37 | 1.28 | 0.010  | 0.050  |
| 90 | 硫环磷 | Phosfolan | 1.42 | 1.03 | 0.010  | 0.050  |
| 11-1 | 倍硫磷亚砜 | Fenthion-sulfoxide | 1.56 | 1.31 | 0.010  | 0.050  |
| 91 | 敌瘟磷 | Edifenphos | 1.65 | 1.42 | 0.010  | 0.050  |
| 63-2 | 苯线磷砜 | Fenamiphos-sulfone | 1.84 | 1.55 | 0.020  | 0.050  |
| 注1：伏杀硫磷、益棉磷、保棉磷、吡菌磷、蝇毒磷、亚胺硫磷、敌百虫、甲级吡啶磷、甲拌磷亚砜、甲拌磷砜、苯线磷、苯线磷亚砜、苯线磷砜在DB-1柱上比DB-17柱上灵敏度高。注2：除敌敌畏和二溴磷、甲基立枯磷和对氧磷、稻丰散和巴毒磷、乙硫磷和虫螨磷4组农药在DB-17和DB-1柱子上均重叠，同时检测时需质谱辅助定性，其他在DB-17柱上重叠的组分在DB-1柱上能分离。 |