

# 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-201□

---

## 土壤和沉积物 有机磷、菊酯类等 49 种农药 的测定 气相色谱-质谱法

Soil and Sediment Determination of 49 Organophosphorous and Pyrethroid  
Pesticide With Gas chromatography-Mass Spectrometry

（征求意见稿）

20□□-□□-□□发布

20□□-□□-□□实施

---

环 境 保 护 部 发 布

# 目 次

|                             |    |
|-----------------------------|----|
| 前 言 .....                   | I  |
| 1 适用范围.....                 | 1  |
| 2 规范性引用文件 .....             | 1  |
| 3 方法原理.....                 | 1  |
| 4 试剂和材料 .....               | 1  |
| 5 仪器和设备 .....               | 2  |
| 6 样品 .....                  | 2  |
| 7 分析步骤.....                 | 3  |
| 8 结果计算与表示 .....             | 6  |
| 9 精密度和准确度 .....             | 7  |
| 10 质量保证和质量控制.....           | 7  |
| 11 废物处理 .....               | 8  |
| 12 注意事项 .....               | 8  |
| 附录A （规范性附录）方法检出限和测定下限 ..... | 9  |
| 附录B （资料性附录）目标化合物的特征离子 ..... | 11 |
| 附录C （资料性附录）参考谱图.....        | 13 |
| 附录D （资料性附录）方法精密度和准确度.....   | 15 |

## 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范土壤和沉积物中有机磷、菊酯类等49种农药的气相色谱-质谱测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤和沉积物中有机磷、菊酯类等49种农药的气相色谱-质谱法。

本标准首次发布。

本标准的附录A为规范性附录，附录B～附录D为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准起草单位：浙江省环境监测中心、环境保护部环境保护标准研究所。

本标准验证单位：江苏省环境监测中心、湖北省环境监测中心站、杭州市环境监测中心站、宁波市环境监测中心、绍兴市环境监测中心站、嘉兴市环境保护监测站。

本标准环境保护部201□年□□月□□日批准。

本标准自201□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

# 土壤和沉积物 有机磷、菊酯类等 49 种农药的测定

## 气相色谱-质谱法

### 1 适用范围

本标准规定了土壤和沉积物中有机磷、菊酯类等 49 种农药的气相色谱-质谱法。

本标准适用于土壤和沉积物中有机磷、菊酯类等 49 种农药的测定。

当取样量为 10.0g 时，49 种有机磷、菊酯类等农药的方法检出限为 0.2~0.9mg/kg，测定下限为 0.8~3.6mg/kg，详见附录 A。目标物详见附录 B。

### 2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

|                |                          |
|----------------|--------------------------|
| GB 17378.3     | 海洋监测规范 第 3 部分：样品采集、储存与运输 |
| GB 17378.5(19) | 海洋监测规范 第 5 部分：沉积物分析      |
| HJ/T166        | 土壤环境监测技术规范               |
| HJ 613         | 土壤 干物质和水分的测定 重量法         |

### 3 方法原理

取冻干后的土壤或沉积物样品（或者直接取鲜样品），于索氏提取器或加速溶剂萃取装置中，用正己烷/丙酮（1+1）混合溶剂提取，提取液经浓缩、净化、定容后经气相色谱—质谱分离和测定。根据保留时间、碎片离子质荷比及不同离子丰度比定性，内标法定量。

### 4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂。

4.1 实验用水：二次蒸馏水或纯水设备制备的水。使用前需经过空白试验检验，确认在目标化合物的保留时间区间内没有干扰色谱峰出现或其中的目标化合物低于方法检出限。

4.2 丙酮（C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O）：农残级。

4.3 甲苯（C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>）：农残级。

4.4 正己烷（C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>）：农残级。

4.5 甲醇（CH<sub>4</sub>O）：农残级。

4.6 二氯甲烷（CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>）：农残级。

4.7 乙腈（C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>N）：农残级。

4.8 正己烷-丙酮混合溶剂：1+1(v/v)。

4.9 乙腈-甲苯混合溶剂：3+1(v/v)。

4.10 无水硫酸钠（Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>）：优级纯。660℃焙烧 6h，待冷却至 150℃后，转移至干燥器中，冷却后装入试剂瓶中，于干燥器中保存。

4.11 硅藻土：粒状硅藻土，30 目，使用前应对其进行净化处理，具体方法：于 400℃下烘烤 4

h, 或用二氯甲烷(4.6)进行提取净化, 使用前需验证硅藻土不存在干扰物。

4.12 石墨化炭黑填料小柱: 6ml, 500mg 或者相当。

4.13 氨丙基键合硅胶填料小柱: 3ml, 500mg 或者相当。

4.14 氮气: 高纯氮气。

4.15 氦气: 纯度 $\geq 99.999\%$ 。

4.16 标准贮备液: 可直接购买市售有证标准溶液, 也可用标准物质配制。贮备液于 $-20^{\circ}\text{C}$ 避光保存。有机磷和杂环类农药  $\rho = 500\text{mg/L}$ ; 菊酯类农药  $\rho = 500.0\text{mg/L}$ 。

4.17 标准使用液:  $\rho = 5\sim 50\text{mg/L}$ 。用甲苯(4.3)、正己烷(4.4)或二氯甲烷(4.6)稀释标准贮备液(4.16), 于 $-20^{\circ}\text{C}$ 避光保存, 保存期一般为三个月。按照农药及相关化学品的保留时间、以及农药的类别性质, 将农药分成 2 组, 其中 A 组主要包括 10 种菊酯类农药, B 组包括 39 种有机磷农药和杂环类农药。具体化合物名称见附录 B。

4.18 内标贮备溶液: 可以选择四氯间二甲苯(TCMX)作为内标溶液,  $\rho = 1000\text{mg/L}$ , 可直接购买市售有证标准溶液, 也可用标准物质配制。在满足方法要求且不干扰目标化合物测定的前提下, 也可使用其它内标。

4.19 内标使用液:  $\rho = 20\text{mg/L}$ 。取  $20.0\mu\text{l}$  内标贮备溶液(4.18)用甲苯(4.3)、正己烷(4.4)或二氯甲烷(4.6)稀释至 1.0ml。

4.20 质谱调谐溶液: 十氟三苯基膦(DFTPP),  $\rho = 5\text{mg/L}$ 。可直接购买市售有证标准溶液, 或用标准物质制备。

## 5 仪器和设备

### 5.1 采样设备

应符合 HJ/T166 和 GB17378.3 技术规范的要求, 并使用对农药无吸附作用的不锈钢或铝合金材质器具。

5.2 提取装置: 索氏提取装置或加压流体萃取仪, 也可采用其它性能相当的提取装置。

5.3 浓缩装置: 旋转蒸发浓缩器、氮吹仪以及其它性能相当的浓缩装置

5.4 净化装置: 胶色谱仪, 具紫外检测器, 净化柱填料为 Bio-Beads, 或同等规格的填料。固相萃取设备, 手动或自动。

注: 所有样品提取、浓缩和净化等设备和装置要用碱性洗涤剂和水(4.1)充分洗净, 使用前依次用甲醇(4.5)或丙酮(4.2)、正己烷(4.4)或二氯甲烷(4.6)等溶剂冲洗, 定期进行空白试验。所有接口处严禁使用油脂。

5.5 气相色谱—质谱联用仪: 气相色谱部分具有分流/不分流进样口, 可程序升温。质谱部分具有电子轰击电离(EI)源。

## 6 样品

### 6.1 采集与保存

按照 HJ/T 166 和 GB 17378.3 要求进行采样, 样品保存在事先清洗洁净、并用有机溶剂处理、不存在干扰物的磨口棕色玻璃瓶中。运输过程中应密封避光、冷藏, 尽快送至实验室进行样品提取。如暂不能分析应在  $4^{\circ}\text{C}$  以下冷藏保存, 7d 内完成样品提取。

### 6.2 试样的制备

### 6.2.1 样品的提取

可以选择索氏提取或加压流体萃取，或者在满足样品提取效率的情况下选择其它合适的提取方法。提取液经浓缩设备（5.3）浓缩后采用小柱净化或者凝胶渗透色谱净化，收集净化后样品，用浓缩设备（5.3）浓缩至 1ml 以下，加入内标，定容至 1.0ml。转移到样品瓶中待分析。样品提取液在 4℃ 以下冷藏保存，30 日内完成分析。

#### 6.2.1.1 索氏提取

称取一定量的冻干样品或直接取湿样加入足量无水硫酸钠（4.10）混匀干燥后，放入索氏提取器（5.2.1）的提取杯中，用 200~300ml 左右的正己烷-丙酮混合溶剂（4.8）提取 8 小时以上，待冷却后，将提取液浓缩定容至 5ml（根据情况可以进行溶剂转换），待净化分析。

#### 6.2.1.2 加压流体萃取

在小烧杯中称取一定量的冻干样品或直接取湿样加入足量硅藻土（4.11）混匀干燥后，将样品转移至萃取池中。推荐的萃取条件，压力 10.345Mpa（1500psi），温度 120℃。用正己烷-丙酮混合溶剂（4.8），100% 充满萃取池模式，高温高压静置 5min，循环三次。提取后的样品按 6.2.1.1 方法浓缩定容。

### 6.2.2 提取液的净化

#### 6.2.2.1 凝胶渗透色谱净化

凝胶渗透色谱净化主要用于清除提取液中大分子干扰物，使用之前首先用校正液进行校正，收集玉米油流出峰 85% 之后至硫最大峰高处之前的流动相。将 5.0ml 的提取液装载于凝胶渗透色谱上，按照设定程序用二氯甲烷（4.6）进行淋洗，也可以用其它适合的溶剂进行淋洗。

收集淋洗液用浓缩设备（5.3）浓缩到 5ml 以下，氮吹浓缩至 1ml 以下，加入内标后定容至 1.0ml，待仪器分析。

#### 6.2.2.2 固相萃取柱净化

将提取液用浓缩装置（5.3）继续浓缩至 1.0ml 用于固相萃取柱净化。在石墨化炭黑小柱（4.12）中加入 1g 无水硫酸钠（4.10），下面串接氨丙基键合硅胶小柱（4.13）。使用前用 4ml 乙腈-甲苯混合液（4.9）预淋洗串联柱。转移样品至净化柱上，用 25ml 乙腈-甲苯混合液（4.9）淋洗。收集淋洗液浓缩至 1ml 以下，加入内标物，定容至 1.0ml，待仪器分析。

#### 6.2.2.3 其它净化方法

在满足本方法质量控制要求的情况下，可以使用其它自动或者手动净化方法。

### 6.3 含水率的测定

称取试样制备样品的同时，按照 HJ613 和 GB17378.5(19) 的相关要求测定土壤和沉积物样品中的含水率。

## 7 分析步骤

### 7.1 仪器参考条件

#### 7.1.1 气相色谱仪参考条件

推荐气相色谱条件如下：

程序升温：40℃ 保持 1min，以 30℃/min 升温至 130℃，再以 5℃/min 升温至 250℃，再以 10

℃/min升温至280℃，保持5min。进样口温度：270℃。载气：氦气；流速，1.4ml/min。

石英毛细管柱，长30m，内径0.32mm，膜厚0.25μm，固定相为14%氰丙基苯基—86%二甲基聚硅氧烷，或其它等效的色谱柱。

7.1.2 质谱参考条件

离子源：EI 源；离子源温度：230℃；接口温度：280℃。离子化能量：70eV；扫描方式：选择离子（SIM）扫描。溶剂延迟：4.3min；电子倍增电压：与调谐电压一致；其余参数参照仪器使用说明书进行设定。

7.2 质谱仪的校正

在每天分析之前，GC/MS 系统必须进行仪器性能检查。进 1μL DFTPP 溶液(4.20)，GC/MS 系统得到的 DFTPP 关键离子丰度应满足表 1 中规定的标准，否则需对质谱仪的一些参数进行调整或清洗离子源。

表1 十氟三苯基膦（DFTPP）离子丰度标准

| 质荷比 | 离子丰度标准          | 质荷比 | 离子丰度标准          |
|-----|-----------------|-----|-----------------|
| 51  | 强度为198碎片的30-60% | 199 | 强度为198碎片的5-9%   |
| 68  | 强度为69碎片的2%      | 275 | 强度为198碎片的10-30% |
| 70  | 强度为69碎片的2%      | 365 | 强度大于198碎片的1%    |
| 127 | 强度为198碎片的40-60% | 441 | 存在但不超过443碎片的强度  |
| 197 | 强度为198碎片的1<%    | 442 | 强度大于198碎片的40%   |
| 198 | 基峰，相对强度100%     | 443 | 强度为442碎片的17-23% |

7.3 SIM 测定操作

7.3.1 按照所定技术条件设定 GC/MS。

7.3.2 导入质量校正用标准物质或连续校正标准，待校正结果偏差合乎规范要求后，进行样品测定。

7.3.3 按照设定的质量数记录色谱图。

7.3.4 测定结束后，对每个样品确认有没有干扰成分。不同目标物是否很好地分离。

7.4 校准

7.4.1 标准系列配制

分别取10.0、20.0、40.0、60.0、100 μl的标准贮备液（4.16），并同时加入20.0μl的内标贮备液（4.18），用甲苯（4.3）、正己烷（4.4）或二氯甲烷（4.6）稀释至1.0ml，配制成浓度为5.0、10.0、20.0、30.0、50.0mg/L的标准系列。也可以使用其它合适的内标物质，根据保留时间就近原则。

注：配置至少5个不同浓度的标准系列，其中一点浓度应相当于或低于样品浓度，其余点应参考实际样品的浓度范围，应不超过气相色谱-质谱的定量范围。

7.4.2 标准曲线建立

对制作标准系列的标准溶液按照 7.3 的 SIM 测定要求进行操作，计算各个目标物的响应因子  $RRF_i$  和相对标准偏差，确认各目标物的响应因子的相对标准偏差变化值在±20%以内。若标准系列中某个目标物相对响应因子的相对标准偏差大于 20%，则此目标物需要用最小二

乘法校准曲线进行校准，以目标物与内标物的浓度比为横坐标，以其对应目标物的峰面积与内标物峰面积的比值为纵坐标，建立校准曲线。

#### 7.4.3 峰面积强度比确认

从得到的色谱图上，确认各个标准物质对应的两个或两个以上监测离子的峰面积强度比是否符合该物质的离子强度比。

#### 7.4.4 用平均相对响应因子计算

标准系列第*i*个目标物的相对响应因子（ $RRF_i$ ），按照公式（1）计算：

$$RRF_i = \frac{A_i}{A_{ISi}} \times \frac{C_{ISi}}{C_i} \quad (1)$$

式中：

$RRF_i$ ——标准系列中第*i*个目标物的相对响应因子；

$A_i$ ——标准系列中第*i*个目标物的峰面积；

$A_{ISi}$ ——内标物的峰面积；

$C_{IS}$ ——内标物的浓度，mg/L；

$C_i$ ——标准系列中第*i*个目标物的浓度，mg/L。

目标物的平均相对响应因子  $\overline{RRF}$ ，按照公式（2）计算：

$$\overline{RRF} = \frac{\sum_{i=1}^n RRF_i}{n} \quad (2)$$

式中：

$\overline{RRF}$ ——目标物的平均相对响应因子；

$RRF_i$ ——标准系列中第*i*点目标物的相对响应因子；

$n$ ——标准系列点数，5。

$RRF$  的标准偏差（ $SD$ ），按照公式（3）计算：

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RRF_i - \overline{RRF})^2}{n-1}} \quad (3)$$

$RRF$  的相对标准偏差（ $RSD$ ），按照公式（4）计算：

$$RSD = \frac{SD}{\overline{RRF}} \times 100\% \quad (4)$$

标准系列目标物的相对响应因子的相对标准偏差（ $RSD$ ）应小于等于 20%。

### 7.5 测定

#### 7.5.1 样品测定

将处理好的实际样品加入一定量的内标，按照 7.3 的 SIM 测定程序进行操作。

### 7.5.2 灵敏度变化检查

选择标准曲线的中间浓度点，按照一定的周期（每天至少一次）按照 7.3 的SIM测定程序进行操作，计算各个化合物的响应因子RRF<sub>i</sub>，与标准曲线进行对比，确认变化值在±20%以内，如果超过这个范围，应查找原因，重新测定。如果保留时间在一天内变化超过±5%，或者与内标物的相对保留时间在±2%以上，应查找原因，重新测定。

### 7.5.3 空白试验

在分析样品的同时应做空白试验，即不加实际样品，按相同步骤分析，检查分析过程中是否有污染。

## 8 结果计算与表示

### 8.1 定性分析

根据样品中目标物的保留时间、碎片离子质荷比及其丰度比定性。目标物出峰顺序见附录 C。

注：样品中目标化合物的保留时间与标准溶液保留时间的相对偏差应控制在±3%以内；样品中目标化合物的不同选择离子丰度比与标准溶液中不同选择离子丰度比的相对偏差应控制在±30%以内。

### 8.2 定量分析

#### 8.2.1 提取液中目标物的浓度计算

##### 8.2.1.1 用平均相对响应因子计算

$$C_{ex} = \frac{A_x \times C_{IS}}{A_{IS} \times \overline{RRF}} \quad (5)$$

式中：

$C_{ex}$  ——提取液中目标物的浓度，mg/L；

$A_x$  ——目标物的峰面积；

$A_{IS}$  ——内标物的峰面积；

$C_{IS}$  ——内标物的浓度，mg/L；

$\overline{RRF}$  ——目标物的平均相对响应因子。

##### 8.2.1.2 用校准曲线计算

当目标物采用校准曲线进行校准时，提取液中目标物浓度  $C_{ex}$  通过校准曲线计算。

#### 8.2.2 土壤样品中目标物的浓度计算

$$C_x = \frac{C_{ex} \times V}{m \times W_{dm}} \quad (6)$$

式中：

$C_x$  ——样品浓度，mg/kg；

$C_{ex}$  ——提取液中目标物浓度，mg/L；

$V$  ——定容体积，ml；

$m$  ——采样量（湿重），g；

$W_{dm}$  ——样品干物质含量，%。

### 8.2.3 沉积物样品中目标物的浓度计算

$$C_x = \frac{C_{ex} \times V}{m \times (1 - w)} \quad (7)$$

式中：

$C_x$ ——样品浓度，mg/kg；

$C_{ex}$ ——提取液中目标物浓度，mg/L；

$V$ ——定容体积，ml；

$m$ ——采样量（湿重），g；

$w$ ——样品含水率，%。

### 8.3 结果的表示

当测定结果小于 10.0mg/kg 时，数据保留至小数点后 1 位；当测定结果大于等于 10.0mg/kg 时，数据保留 3 位有效数字。

## 9 精密度和准确度

### 9.1 精密度

6 家实验室对沉积物样品中农药含量为 1.0mg/kg 的统一样品各进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差为 1.8%~39%；实验室间相对标准偏差为 4.4%~64%；重复性限为 0.1mg/kg~0.6mg/kg；再现性限为 0.2mg/kg~1.2mg/kg。

6家实验室对沉积物样品中农药含量为5.0 mg/kg的统一样品各进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差为0.068%~49%；实验室间相对标准偏差为3.9%~116%；重复性限为0.3mg/kg~2.2mg/kg；再现性限为0.6mg/kg~6.6mg/kg。

### 9.2 准确度

6 家实验室对沉积物基体加标样品进行了测定，样品加标量为 1.0mg/kg，加标回收率范围为 51.8%~121%。样品加标量为 5.0 mg/kg，加标回收率范围为 35.7%~89.2%。

方法精密度和准确度验证数据见本标准附录D。

## 10 质量保证和质量控制

10.1 每批样品分析之前或 24 小时之内，必须进行仪器性能检查，测定校准溶液和空白溶液。

### 10.2 样品测定

#### 10.2.1 空白实验

每批样品（以 20 个样品为一批次）需要至少分析一个实验室空白。

空白实验分析结果应满足如下任一条件的最大者：

- （1） 目标物浓度小于方法检出限；
- （2） 目标物浓度小于相关环保标准限值的 5%；
- （3） 目标物浓度小于样品分析结果的 5%。

如不能满足上述条件，需重新更换试剂、清洗分析器具，重新调整分析仪器。

#### 10.2.2 平行样和基体加标

每批次样品（最多 20 个）应至少选择一个样品进行平行样测试和基体加标测试，80%以上目标物平行样分析结果相对偏差应在 25%范围之内，绝大部分目标化合物的基体加标回收率应在 60%-130%之间。

## **11 废物处理**

11.1 气相色谱分流及质谱机械泵废气应通过活性碳柱、含油或高沸点醇的吸收管后排出。

11.2 实验过程中产生的有机废液应统一收集，送交有资质单位进行处理。

## **12 注意事项**

12.1 采集后的样品应保存在密闭容器内，样品储存和运输过程中要避光。样品的干燥应采用快速冻干法，或者直接采用湿样分析。不得使用风干法处理。

12.2 凝胶渗透色谱净化处理前，应确保提取液中无悬浊液。

12.3 试验使用的溶剂、气体、玻璃器皿和其它处理设备都可能会给测定带来干扰，因此，必须进行空白试验，如不能满足要求，必须更换相应耗材或对系统进行清洗。

12.4 分析完高浓度样品后要多进几针空白样，检查交叉污染。

附录A  
(规范性附录)

方法检出限和测定下限

表 A.1 给出了目标化合物的方法检出限和测定下限。

表 A.1 目标化合物的方法检出限和测定下限

| 序号 | 化合物     | 检出限 (mg/kg) | 测定下限 (mg/kg) |
|----|---------|-------------|--------------|
| 1  | 反式丙烯菊酯  | 0.4         | 1.6          |
| 2  | 联苯菊酯    | 0.2         | 0.8          |
| 3  | 胺菊酯     | 0.4         | 1.6          |
| 4  | 甲氰菊酯    | 0.2         | 0.8          |
| 5  | 除虫菊酯    | 0.9         | 3.6          |
| 6  | 氯菊酯     | 0.2         | 0.8          |
| 7  | 顺式氯氟氰菊酯 | 0.6         | 2.4          |
| 8  | 氯氰菊酯    | 0.5         | 2.0          |
| 9  | 氰戊菊酯    | 0.4         | 1.6          |
| 10 | 溴氰菊酯    | 0.4         | 1.6          |
| 11 | 敌敌畏     | 0.3         | 1.2          |
| 12 | 速灭磷     | 0.4         | 1.6          |
| 13 | 内吸磷     | 0.6         | 2.4          |
| 14 | 虫线磷     | 0.3         | 1.2          |
| 15 | 灭克磷     | 0.3         | 1.2          |
| 16 | 甲拌磷     | 0.4         | 1.6          |
| 17 | 治螟磷     | 0.4         | 1.6          |
| 18 | 二嗪农     | 0.3         | 1.2          |
| 19 | 乙拌磷     | 0.3         | 1.2          |
| 20 | 乐果      | 0.4         | 1.6          |
| 21 | 皮蝇磷     | 0.3         | 1.2          |
| 22 | 毒死蜱     | 0.3         | 1.2          |
| 23 | 甲基对硫磷   | 0.4         | 1.6          |
| 24 | 毒壤磷     | 0.3         | 1.2          |
| 25 | 安硫磷     | 0.6         | 2.4          |
| 26 | 倍硫磷     | 0.3         | 1.2          |
| 27 | 马拉硫磷    | 0.5         | 2.0          |
| 28 | 粉锈宁     | 0.3         | 1.2          |
| 29 | 对硫磷     | 0.4         | 1.6          |
| 30 | 育富磷     | 0.6         | 2.4          |
| 31 | 甲拌磷砒    | 0.4         | 1.6          |
| 32 | 灭蚜磷     | 0.4         | 1.6          |
| 33 | 丙硫磷     | 0.3         | 1.2          |
| 34 | 脱叶亚磷    | 0.4         | 1.6          |

|    |       |     |     |
|----|-------|-----|-----|
| 35 | 乐本松   | 0.5 | 2.0 |
| 36 | 地胺磷   | 0.9 | 3.6 |
| 37 | 三硫磷   | 0.4 | 1.6 |
| 38 | 增效醚   | 0.5 | 2.0 |
| 39 | 锐劲特   | 0.6 | 2.4 |
| 40 | 丰索磷   | 0.5 | 2.0 |
| 41 | 倍硫磷砒  | 0.5 | 2.0 |
| 42 | 硫丹硫酸酯 | 0.3 | 1.2 |
| 43 | 溴螨酯   | 0.3 | 1.2 |
| 44 | 溴苯磷   | 0.3 | 1.2 |
| 45 | 苯硫磷   | 0.4 | 1.6 |
| 46 | 苯线磷亚砒 | 0.9 | 3.6 |
| 47 | 苯线磷砒  | 0.9 | 3.6 |
| 48 | 吡啉硫磷  | 0.8 | 3.2 |
| 49 | 蝇毒磷   | 0.7 | 2.8 |

附录 B  
(资料性附录)

目标化合物的特征离子

表 B 按出峰顺序给出了目标化合物的中英文名称、CAS 号、出峰时间、定量离子、定性离子。

表 B 有机磷、菊酯类、杂环类农药的特征离子

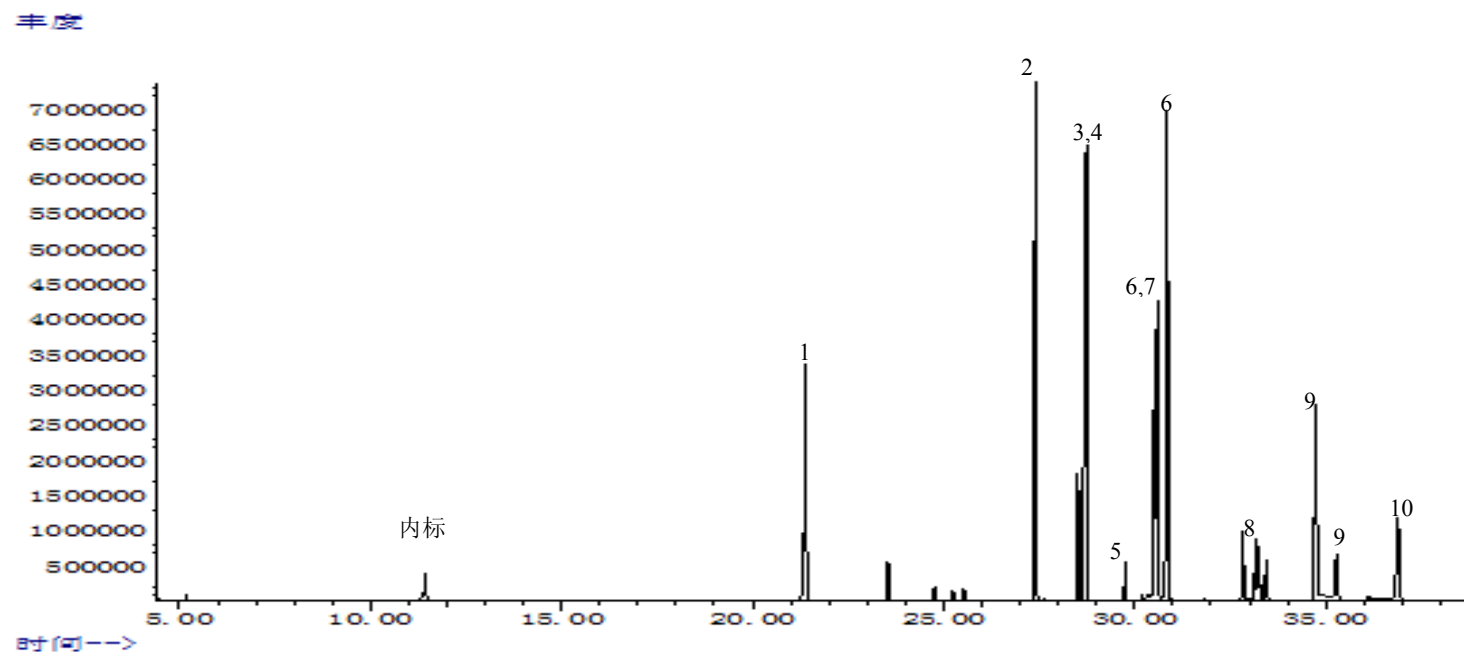
| 序号                | 化合物     | 英文名称             | CAS No     | 出峰时间(min)                   | 定量离子 | 定性离子        |
|-------------------|---------|------------------|------------|-----------------------------|------|-------------|
| A 组 (菊酯类农药)       |         |                  |            |                             |      |             |
| 1                 | 反式丙烯菊酯  | s-bioallethrin   | 28434-00-6 | 22.04                       | 123  | 136,79      |
| 2                 | 联苯菊酯    | bifenthrin       | 82657-04-3 | 28.11                       | 181  | 165,166     |
| 3                 | 胺菊酯     | tetramethrin     | 7696-12-0  | 29.14;29.33                 | 164  | 123,107     |
| 4                 | 甲氰菊酯    | fenpropathrin    | 39515-41-8 | 29.29                       | 97   | 125,55      |
| 5                 | 除虫菊酯    | pyrethrins       | 8003-34-7  | 30.31                       | 107  | 121,167,93  |
| 6                 | 氯菊酯     | permethrin       | 52645-53-1 | 31.05;31.36                 | 183  | 163         |
| 7                 | 顺式氯氟氰菊酯 | L-cyhalothrin    | 91465-08-6 | 31.09                       | 181  | 197,208     |
| 8                 | 氯氰菊酯    | cypermethrin     | 52315-07-8 | 33.59;33.96;<br>34.06;34.27 | 165  | 163,181,209 |
| 9                 | 氰戊菊酯    | fenvalerate      | 51630-58-1 | 35.74;36.38                 | 125  | 167,152,225 |
| 10                | 溴氰菊酯    | deltamethrin     | 52918-63-5 | 38.18                       | 253  | 209,255     |
| B 组 (有机磷农药及杂环类农药) |         |                  |            |                             |      |             |
| 11                | 敌敌畏     | dichlorvos       | 62-73-7    | 7.61                        | 109  | 185,220     |
| 12                | 速灭磷     | mevinphos        | 7786-34-7  | 10.98                       | 127  | 109,193,192 |
| 13                | 内吸磷     | demeon           | 8065-48-3  | 13.41                       | 88   | 89,171      |
| 14                | 虫线磷     | thionazin        | 297-97-2   | 13.69                       | 97   | 96,107,192  |
| 15                | 灭克磷     | ethoprop         | 13194-48-4 | 13.97                       | 158  | 200,139,126 |
| 16                | 甲拌磷     | phorate          | 298-02-2   | 14.94                       | 75   | 121,97,260  |
| 17                | 治螟磷     | sulfotep         | 3689-24-5  | 15.21                       | 322  | 266,238,202 |
| 18                | 二嗪农     | diazinon         | 333-41-5   | 16.60                       | 137  | 152,179,199 |
| 19                | 乙拌磷     | disulfoton       | 298-04-4   | 17.25                       | 88   | 89,97,153   |
| 20                | 乐果      | dimethoate       | 60-51-5    | 18.77                       | 87   | 93,125,143  |
| 21                | 皮蝇磷     | ronnel           | 299-84-3   | 19.16                       | 285  | 287,125,167 |
| 22                | 毒死蜱     | chlorpyrifos     | 2921-88-2  | 20.35                       | 197  | 199,314,258 |
| 23                | 甲基对硫磷   | methyl parathion | 298-00-0   | 20.48                       | 109  | 125,263     |
| 24                | 毒壤磷     | trichloronate    | 327-98-0   | 20.50                       | 297  | 299,269,109 |
| 25                | 安硫磷     | fomothion        | 2540-82-1  | 20.99                       | 125  | 126,93,170  |
| 26                | 倍硫磷     | fenthion         | 55-38-9    | 21.00                       | 278  | 169,153,125 |
| 27                | 马拉硫磷    | malathion        | 121-75-5   | 21.19                       | 173  | 125,127,158 |
| 28                | 粉锈宁     | Triadimefon      | 43121-43-3 | 21.84                       | 208  | 181,128,210 |
| 29                | 对硫磷     | parathion        | 56-38-2    | 21.98                       | 291  | 139,155     |
| 30                | 育畜磷     | crufomate        | 299-86-5   | 22.63                       | 256  | 276,291     |

(续)表 B 有机磷、菊酯类、杂环类农药的特征离子

| 序号                | 化合物      | 英文名称                    | CAS No      | 出峰时间(min) | 定量离子 | 定性离子            |
|-------------------|----------|-------------------------|-------------|-----------|------|-----------------|
| B 组 (有机磷农药及杂环类农药) |          |                         |             |           |      |                 |
| 31                | 甲拌磷砒     | phorate sulfone         | 251386      | 23.13     | 199  | 153,199,125,97  |
| 32                | 灭蚜磷      | mecarbam                | 2595-54-2   | 23.28     | 131  | 159,97          |
| 33                | 丙硫磷      | tokuthion               | 34643-46-4  | 23.39     | 309  | 267,311,162     |
| 34                | 脱叶亚磷     | merphos                 | 150-50-5    | 23.59     | 169  | 202,170,226     |
| 35                | 乐本松      | strophos                | 961-11-5    | 23.93     | 329  | 331,109         |
| 36                | 地胺磷      | mephosfolan             | 950-10-7    | 25.24     | 196  | 140,168,227     |
| 37                | 三硫磷      | carbophenothion         | 786-19-6    | 26.67     | 157  | 199,342         |
| 38                | 增效醚      | piperonyl<br>butoxide   | 51-03-6     | 27.00     | 176  | 177,149         |
| 39                | 锐劲特(氟虫腈) | fipronil                | 120068-37-3 | 27.68     | 367  | 369,213,255     |
| 40                | 丰索磷      | fensulfothion           | 115-90-2    | 27.75     | 293  | 292,156,140     |
| 41                | 倍硫磷砒     | fenthione sulfone       | 3761-42-0   | 28.52     | 125  | 279,169,294,278 |
| 42                | 硫丹硫酸酯    | endosulfan sulfate      | 1031-07-8   | 28.71     | 272  | 422,387,342,157 |
| 43                | 溴螨酯      | brompropylate           | 18181-80-1  | 28.84     | 341  | 343,339,183     |
| 44                | 溴苯磷      | leptophos               | 73270-49-2  | 29.64     | 377  | 375,171         |
| 45                | 苯硫磷      | EPN                     | 2104-64-5   | 29.76     | 157  | 169,185,141     |
| 46                | 苯线磷亚砒    | fenamiphos<br>sulfoxide | 31972-43-7  | 31.01     | 304  | 303,154,288     |
| 47                | 苯线磷砒     | fenamiphos<br>sulfone   | 31972-44-8  | 31.45     | 320  | 292,335         |
| 48                | 吡唑硫磷     | pyraclofos              | 77458-01-6  | 31.69     | 360  | 194,139         |
| 49                | 蝇毒磷      | coumaphos               | 56-72-4     | 33.67     | 362  | 226,210,109     |

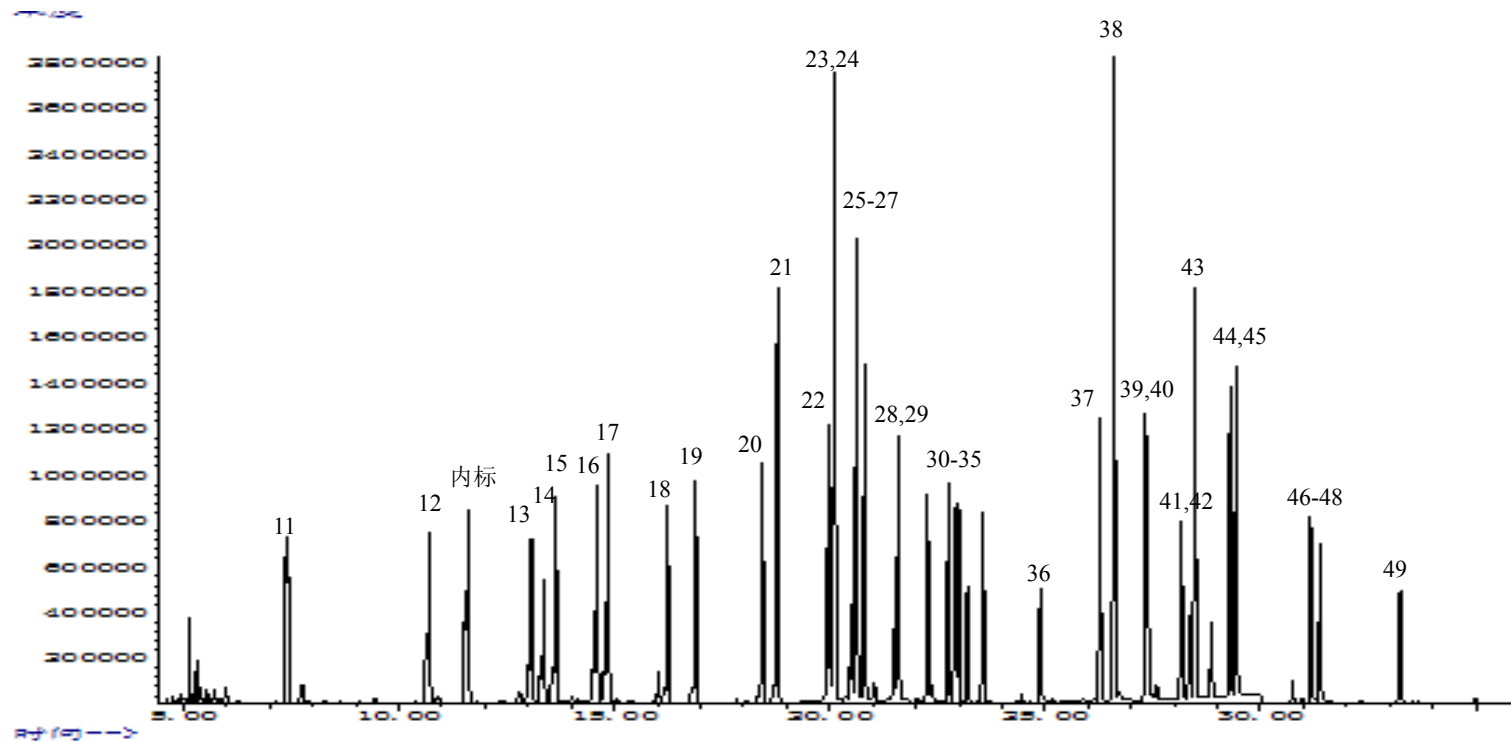
附录 C  
(资料性附录)  
参考谱图

按照仪器参考条件 (7.1), 使用 14%氰丙基苯基—86%二甲基聚硅氧烷毛细管柱分离 49 种农药的出峰顺序见图 C.1 和图 C.2。



出峰顺序: 1-反式丙烯菊酯; 2-联苯菊酯; 3,4-胺菊酯+甲氰菊酯; 5-除虫菊酯; 6-氯菊酯; 7-顺式氯氟氰菊酯; 8-氯氰菊酯; 9-氰戊菊酯; 10-溴氰菊酯

图C.1 10种菊酯类农药总离子流图



出峰顺序：11-敌敌畏；12-速灭磷；13-内吸磷；14-虫线磷；15-灭克磷；16-甲拌磷；17-治螟磷；18-二嗪农；19-乙拌磷；20-乐果；21-皮蝇磷；22-毒死蜱；23,24-甲基对硫磷+毒壤磷；25,26,27-安硫磷+倍硫磷+马拉硫磷；28,29-粉锈宁+对硫磷；30,31,32,33,34,35-育畜磷+甲拌磷砒+灭蚜磷+丙硫磷+脱叶亚磷+乐本松；36-地胺磷；37-三硫磷；38-增效醚；39,40-锐劲特+丰索磷；41-倍硫磷砒；42-硫丹硫酸酯；43-溴螨酯；44,45-溴苯磷+苯硫磷；46,47,48-苯线磷亚砒；47-苯线磷砒；48-吡啶硫磷；49-蝇毒磷

图 C.2 39 种有机磷农药及杂环类农药总离子流图

附录 D  
(资料性附录)  
方法精密度和准确度

表 D.1 方法的精密度

| 序号 | 化合物     | 平均值<br>(mg/kg) | 实验室内相对<br>标准偏差(%) | 实验室间相对<br>标准偏差(%) | 重现性r<br>(mg/kg) | 再现性R<br>(mg/kg) |
|----|---------|----------------|-------------------|-------------------|-----------------|-----------------|
| 1  | 反式丙烯菊酯  | 4.9            | 0.80-4.5          | 3.9               | 0.3             | 0.6             |
|    |         | 1.1            | 2.0-12            | 8.3               | 0.2             | 0.3             |
| 2  | 联苯菊酯    | 4.7            | 1.3-4.1           | 5.4               | 0.3             | 0.8             |
|    |         | 1.0            | 2.1-6.3           | 6.2               | 0.1             | 0.2             |
| 3  | 胺菊酯     | 5.1            | 1.3-6.9           | 17                | 0.6             | 2.6             |
|    |         | 1.2            | 2.0-9.1           | 20                | 0.2             | 0.7             |
| 4  | 甲氰菊酯    | 4.7            | 1.2-4.4           | 4.6               | 0.3             | 0.7             |
|    |         | 1.0            | 2.1-7.3           | 9.9               | 0.1             | 0.3             |
| 5  | 除虫菊酯    | 5.5            | 1.2-4.2           | 14                | 0.4             | 2.2             |
|    |         | 1.4            | 3.5-32            | 14                | 0.6             | 0.8             |
| 6  | 氯菊酯     | 4.7            | 0.89-5.9          | 6.6               | 0.4             | 0.9             |
|    |         | 1.0            | 3.3-5.1           | 15                | 0.1             | 0.4             |
| 7  | 顺式氯氟氰菊酯 | 4.7            | 1.0-4.6           | 5.0               | 0.4             | 0.7             |
|    |         | 1.0            | 1.8-20            | 8.0               | 0.2             | 0.3             |
| 8  | 氯氰菊酯    | 4.8            | 1.3-8.5           | 5.1               | 0.6             | 0.9             |
|    |         | 1.2            | 3.7-11            | 13                | 0.2             | 0.5             |
| 9  | 氰戊菊酯    | 4.6            | 1.1-6.7           | 6.9               | 0.5             | 1.0             |
|    |         | 1.0            | 2.9-8.8           | 6.4               | 0.2             | 0.2             |
| 10 | 溴氰菊酯    | 4.8            | 1.4-13            | 6.1               | 0.8             | 1.1             |
|    |         | 1.1            | 3.5-9.6           | 13                | 0.2             | 0.5             |
| 11 | 敌敌畏     | 3.6            | 4.3-6.6           | 8.0               | 0.6             | 1.0             |
|    |         | 0.7            | 4.5-9.6           | 9.7               | 0.1             | 0.2             |
| 12 | 速灭磷     | 4.4            | 1.6-4.2           | 5.8               | 0.3             | 0.8             |
|    |         | 0.9            | 3.6-12            | 11                | 0.2             | 0.3             |
| 13 | 内吸磷     | 4.2            | 1.9-7.0           | 9.7               | 0.5             | 1.2             |
|    |         | 0.8            | 6.0-21            | 18                | 0.2             | 0.5             |
| 14 | 虫线磷     | 4.6            | 1.3-3.8           | 6.5               | 0.4             | 0.9             |
|    |         | 0.9            | 4.6-9.2           | 7.6               | 0.2             | 0.2             |
| 15 | 灭克磷     | 4.6            | 1.3-3.7           | 6.0               | 0.3             | 0.8             |
|    |         | 0.9            | 4.5-10            | 8.8               | 0.2             | 0.3             |
| 16 | 甲拌磷     | 4.4            | 0.85-3.7          | 5.5               | 0.3             | 0.7             |
|    |         | 0.9            | 4.3-11            | 8.8               | 0.2             | 0.3             |
| 17 | 治螟磷     | 4.5            | 1.2-4.6           | 6.0               | 0.3             | 0.8             |
|    |         | 0.9            | 4.3-10            | 7.9               | 0.2             | 0.3             |
| 18 | 二嗪农     | 4.5            | 0.79-4.2          | 6.1               | 0.3             | 0.8             |
|    |         | 0.9            | 4.0-8.8           | 7.8               | 0.2             | 0.3             |

| 序号 | 化合物   | 平均值<br>(mg/kg) | 实验室内相对<br>标准偏差(%) | 实验室间相对<br>标准偏差(%) | 重现性r<br>(mg/kg) | 再现性R<br>(mg/kg) |
|----|-------|----------------|-------------------|-------------------|-----------------|-----------------|
| 19 | 乙拌磷   | 4.1            | 1.8-4.4           | 6.6               | 0.4             | 0.8             |
|    |       | 0.8            | 3.6-10            | 12                | 0.1             | 0.3             |
| 20 | 乐果    | 4.9            | 1.4-5.0           | 7.0               | 0.4             | 1.1             |
|    |       | 1.1            | 6.3-9.8           | 19                | 0.3             | 0.6             |
| 21 | 皮蝇磷   | 4.5            | 2.4-5.3           | 5.1               | 0.4             | 0.8             |
|    |       | 0.9            | 3.9-9.2           | 7.0               | 0.1             | 0.2             |
| 22 | 毒死蜱   | 4.6            | 0.80-4.4          | 7.5               | 0.3             | 1.0             |
|    |       | 1.0            | 3.8-9.0           | 5.6               | 0.2             | 0.2             |
| 23 | 甲基对硫磷 | 4.6            | 1.3-3.6           | 5.8               | 0.3             | 0.8             |
|    |       | 1.0            | 4.4-11            | 11                | 0.2             | 0.3             |
| 24 | 毒壤磷   | 4.6            | 1.6-4.6           | 6.1               | 0.4             | 0.9             |
|    |       | 0.9            | 3.6-11            | 4.4               | 0.2             | 0.2             |
| 25 | 安硫磷   | 3.8            | 3.4-8.9           | 12                | 0.7             | 1.4             |
|    |       | 0.7            | 10-31             | 26                | 0.4             | 0.7             |
| 26 | 倍硫磷   | 4.4            | 1.1-49            | 9.2               | 2.2             | 2.3             |
|    |       | 0.9            | 3.3-8.6           | 7.4               | 0.1             | 0.2             |
| 27 | 马拉硫磷  | 4.6            | 0.78-4.6          | 5.4               | 0.3             | 0.8             |
|    |       | 1.0            | 4.3-13            | 12                | 0.2             | 0.4             |
| 28 | 粉锈宁   | 4.6            | 0.82-3.8          | 6.4               | 0.3             | 0.9             |
|    |       | 0.96           | 2.8-8.8           | 8.0               | 0.1             | 0.3             |
| 29 | 对硫磷   | 4.6            | 0.79-4.1          | 4.9               | 0.3             | 0.7             |
|    |       | 0.98           | 4.0-11            | 10                | 0.2             | 0.3             |
| 30 | 育畜磷   | 4.5            | 1.3-4.1           | 11                | 0.4             | 1.5             |
|    |       | 1.1            | 4.0-22            | 21                | 0.3             | 0.7             |
| 31 | 甲拌磷砒  | 4.4            | 0.068-4.7         | 12                | 0.3             | 1.5             |
|    |       | 0.97           | 3.9-10            | 12                | 0.2             | 0.4             |
| 32 | 灭蚜磷   | 4.7            | 1.3-3.3           | 6.2               | 0.3             | 0.9             |
|    |       | 1.0            | 4.2-10            | 12                | 0.2             | 0.4             |
| 33 | 丙硫磷   | 4.5            | 1.0-4.1           | 4.6               | 0.3             | 0.6             |
|    |       | 0.9            | 3.1-8.7           | 6.2               | 0.1             | 0.2             |
| 34 | 脱叶亚磷  | 4.7            | 1.7-4.0           | 10                | 0.4             | 1.4             |
|    |       | 0.9            | 5.0-11            | 16                | 0.2             | 0.4             |
| 35 | 乐本松   | 4.4            | 1.0-3.9           | 10                | 0.3             | 1.3             |
|    |       | 1.0            | 3.0-16            | 13                | 0.2             | 0.4             |
| 36 | 地胺磷   | 3.9            | 1.4-9.6           | 13                | 0.7             | 1.5             |
|    |       | 0.9            | 6.9-30            | 7.6               | 0.4             | 0.4             |
| 37 | 三硫磷   | 4.6            | 1.3-4.7           | 4.9               | 0.4             | 0.7             |
|    |       | 1.0            | 3.7-10            | 10                | 0.2             | 0.3             |
| 38 | 增效醚   | 4.6            | 1.4-4.8           | 6.3               | 0.4             | 0.9             |
|    |       | 1.0            | 3.2-17            | 12                | 0.2             | 0.4             |

| 序号 | 化合物   | 平均值<br>(mg/kg) | 实验室内相对<br>标准偏差(%) | 实验室间相对<br>标准偏差(%) | 重现性r<br>(mg/kg) | 再现性R<br>(mg/kg) |
|----|-------|----------------|-------------------|-------------------|-----------------|-----------------|
| 39 | 锐进特   | 4.7            | 1.4-4.7           | 6.5               | 0.5             | 1.0             |
|    |       | 1.1            | 4.4-14            | 16                | 0.3             | 0.5             |
| 40 | 丰索磷   | 4.3            | 0.99-7.3          | 24                | 0.5             | 2.9             |
|    |       | 1.1            | 5.1-16            | 30                | 0.3             | 0.9             |
| 41 | 倍硫磷砒  | 4.8            | 1.3-4.9           | 5.5               | 0.4             | 0.8             |
|    |       | 1.0            | 4.1-12            | 10                | 0.2             | 0.3             |
| 42 | 硫丹硫酸酯 | 4.5            | 0.85-4.4          | 4.3               | 0.3             | 0.6             |
|    |       | 1.0            | 3.5-8.0           | 7.6               | 0.1             | 0.2             |
| 43 | 溴螨酯   | 4.6            | 0.96-4.3          | 8.2               | 0.3             | 1.1             |
|    |       | 1.0            | 3.2-9.3           | 10                | 0.2             | 0.3             |
| 44 | 溴苯磷   | 4.6            | 4.2-7.3           | 6.2               | 0.7             | 1.0             |
|    |       | 0.9            | 3.0-9.2           | 6.0               | 0.2             | 0.2             |
| 45 | 苯硫磷   | 4.8            | 1.3-3.9           | 5.8               | 0.4             | 0.9             |
|    |       | 1.0            | 4.9-12            | 14                | 0.2             | 0.4             |
| 46 | 苯线磷亚砒 | 2.0            | 5.0-36            | 116               | 0.6             | 6.6             |
|    |       | 0.6            | 8.0-39            | 64                | 0.4             | 1.2             |
| 47 | 苯线磷砒  | 4.3            | 2.7-11            | 6.4               | 0.7             | 1.0             |
|    |       | 1.0            | 7.3-29            | 22                | 0.4             | 0.7             |
| 48 | 吡啶硫磷  | 4.9            | 0.83-9.1          | 5.7               | 0.6             | 1.0             |
|    |       | 1.1            | 3.9-28            | 20                | 0.3             | 0.7             |
| 49 | 蝇毒磷   | 5.1            | 0.48-3.6          | 9.5               | 0.3             | 1.4             |
|    |       | 1.1            | 5.0-18            | 9.6               | 0.3             | 0.4             |

表 D.2 方法的准确度

| 序号 | 化合物     | 加标浓度<br>(mg/kg) | $\overline{P}(\%)$ | $S_{\overline{P}}$ | $\overline{P}\% \pm 2S_{\overline{P}}$ |
|----|---------|-----------------|--------------------|--------------------|----------------------------------------|
| 1  | 反式丙烯菊酯  | 5.00            | 85.0               | 3.9                | 85.0±7.6                               |
|    |         | 1.00            | 94.6               | 9.1                | 94.6±18.2                              |
| 2  | 联苯菊酯    | 5.00            | 81.3               | 5.1                | 81.3±10.2                              |
|    |         | 1.00            | 83.7               | 6.0                | 83.7±12.0                              |
| 3  | 胺菊酯     | 5.00            | 88.4               | 17.7               | 88.4±35.4                              |
|    |         | 1.00            | 98.9               | 22.7               | 98.9±45.4                              |
| 4  | 甲氰菊酯    | 5.00            | 81.4               | 3.8                | 81.4±7.6                               |
|    |         | 1.00            | 82.8               | 9.5                | 82.8±19.0                              |
| 5  | 除虫菊酯    | 5.00            | 89.2               | 3.8                | 89.2±7.6                               |
|    |         | 1.00            | 120.6              | 19.9               | 121±39.8                               |
| 6  | 氯菊酯     | 5.00            | 81.1               | 6.3                | 81.1±12.6                              |
|    |         | 1.00            | 86.5               | 15.1               | 86.5±30.2                              |
| 7  | 顺式氯氟氰菊酯 | 5.00            | 81.3               | 4.7                | 81.3±9.4                               |
|    |         | 1.00            | 86.2               | 8.0                | 86.2±16.0                              |
| 8  | 氯氰菊酯    | 5.00            | 82.9               | 5.0                | 82.9±10.0                              |
|    |         | 1.00            | 99.7               | 15.2               | 99.7±30.4                              |
| 9  | 氰戊菊酯    | 5.00            | 79.6               | 6.3                | 79.6±12.6                              |
|    |         | 1.00            | 90.3               | 6.8                | 90.3±13.6                              |
| 10 | 溴氰菊酯    | 5.00            | 82.7               | 6.0                | 82.7±12.0                              |
|    |         | 1.00            | 95.8               | 14.3               | 95.8±28.6                              |
| 11 | 敌敌畏     | 5.00            | 62.3               | 5.8                | 62.3±11.6                              |
|    |         | 1.00            | 63.7               | 7.2                | 63.7±14.4                              |
| 12 | 速灭磷     | 5.00            | 76.6               | 5.1                | 76.6±10.2                              |
|    |         | 1.00            | 79.8               | 10.1               | 79.8±20.2                              |
| 13 | 内吸磷     | 5.00            | 72.0               | 6.8                | 72±13.6                                |
|    |         | 1.00            | 68.4               | 14.2               | 68.4±28.4                              |
| 14 | 虫线磷     | 5.00            | 79.2               | 6.0                | 79.2±12.0                              |
|    |         | 1.00            | 77.9               | 6.9                | 77.9±13.8                              |
| 15 | 灭克磷     | 5.00            | 78.4               | 6.5                | 78.4±13.0                              |
|    |         | 1.00            | 79.2               | 8.1                | 79.2±16.2                              |
| 16 | 甲拌磷     | 5.00            | 75.8               | 4.8                | 75.8±9.6                               |
|    |         | 1.00            | 75.3               | 7.7                | 75.3±15.4                              |
| 17 | 治螟磷     | 5.00            | 78.7               | 5.4                | 78.7±10.8                              |
|    |         | 1.00            | 79.1               | 7.2                | 79.1±14.4                              |
| 18 | 二嗪农     | 5.00            | 78.1               | 5.5                | 78.1±11.0                              |
|    |         | 1.00            | 81.5               | 7.4                | 81.5±14.8                              |
| 19 | 乙拌磷     | 5.00            | 71.3               | 5.4                | 71.3±10.8                              |
|    |         | 1.00            | 70.2               | 9.5                | 70.2±19.0                              |

| 序号 | 化合物   | 加标浓度<br>(mg/kg) | $\overline{P(\%)}$ | $S_{\overline{P}}$ | $\overline{P\%} \pm 2S_{\overline{P}}$ |
|----|-------|-----------------|--------------------|--------------------|----------------------------------------|
| 20 | 乐果    | 5.00            | 85.5               | 6.9                | 85.5±13.8                              |
|    |       | 1.00            | 95.7               | 20.9               | 95.7±41.8                              |
| 21 | 皮蝇磷   | 5.00            | 77.1               | 4.6                | 77.1±9.2                               |
|    |       | 1.00            | 79.4               | 6.5                | 79.4±13.0                              |
| 22 | 毒死蜱   | 5.00            | 79.2               | 6.4                | 79.2±12.8                              |
|    |       | 1.00            | 82.0               | 5.3                | 82.0±10.6                              |
| 23 | 甲基对硫磷 | 5.00            | 79.2               | 5.3                | 79.2±10.6                              |
|    |       | 1.00            | 83.0               | 10.6               | 83.0±21.2                              |
| 24 | 毒壤磷   | 5.00            | 79.3               | 5.6                | 79.3±11.2                              |
|    |       | 1.00            | 78.8               | 4.0                | 78.8±8.0                               |
| 25 | 安硫磷   | 5.00            | 66.1               | 9.2                | 66.1±18.4                              |
|    |       | 1.00            | 60.6               | 18.7               | 60.6±37.4                              |
| 26 | 倍硫磷   | 5.00            | 76.0               | 8.2                | 76.0±16.4                              |
|    |       | 1.00            | 79.5               | 6.9                | 79.5±13.6                              |
| 27 | 马拉硫磷  | 5.00            | 78.9               | 5.0                | 78.9±10.0                              |
|    |       | 1.00            | 87.6               | 12.4               | 87.6±24.8                              |
| 28 | 粉锈宁   | 5.00            | 80.4               | 6.0                | 80.4±12.0                              |
|    |       | 1.00            | 82.0               | 7.7                | 82.0±15.4                              |
| 29 | 对硫磷   | 5.00            | 78.8               | 4.5                | 78.8±9.0                               |
|    |       | 1.00            | 84.1               | 10.1               | 84.1±20.2                              |
| 30 | 育畜磷   | 5.00            | 78.2               | 10.1               | 78.2±20.2                              |
|    |       | 1.00            | 92.4               | 22.4               | 92.4±44.8                              |
| 31 | 甲拌磷砒  | 5.00            | 75.9               | 9.8                | 75.9±19.6                              |
|    |       | 1.00            | 83.1               | 11.5               | 83.1±23.0                              |
| 32 | 灭蚜磷   | 5.00            | 81.9               | 5.8                | 81.9±11.6                              |
|    |       | 1.00            | 87.1               | 12.1               | 87.1±24.2                              |
| 33 | 丙硫磷   | 5.00            | 77.9               | 4.1                | 77.9±8.2                               |
|    |       | 1.00            | 80.6               | 5.9                | 80.6±11.6                              |
| 34 | 脱叶亚磷  | 5.00            | 81.1               | 9.4                | 81.1±18.8                              |
|    |       | 1.00            | 78.6               | 14.6               | 78.6±29.2                              |
| 35 | 乐本松   | 5.00            | 75.7               | 9.0                | 75.7±18.0                              |
|    |       | 1.00            | 84.8               | 13.2               | 84.8±26.4                              |
| 36 | 地胺磷   | 5.00            | 67.5               | 9.8                | 67.5±19.6                              |
|    |       | 1.00            | 76.9               | 6.8                | 76.9±13.6                              |
| 37 | 三硫磷   | 5.00            | 80.3               | 4.6                | 80.3±9.2                               |
|    |       | 1.00            | 82.6               | 10.1               | 82.6±20.2                              |
| 38 | 增效醚   | 5.00            | 80.1               | 5.7                | 80.1±11.4                              |
|    |       | 1.00            | 86.4               | 11.6               | 86.4±23.2                              |
| 39 | 锐进特   | 5.00            | 81.4               | 6.2                | 81.4±12.4                              |

| 序号 | 化合物   | 加标浓度<br>(mg/kg) | $\overline{P(\%)}$ | $S_{\overline{P}}$ | $\overline{P\%} \pm 2S_{\overline{P}}$ |
|----|-------|-----------------|--------------------|--------------------|----------------------------------------|
|    |       | 1.00            | 90.8               | 17.2               | 90.8±34.4                              |
| 40 | 丰索磷   | 5.00            | 74.0               | 20.6               | 74.0±41.2                              |
|    |       | 1.00            | 91.2               | 32.3               | 91.2±64.6                              |
| 41 | 倍硫磷砒  | 5.00            | 82.8               | 5.2                | 82.8±10.4                              |
|    |       | 1.00            | 86.9               | 10.1               | 86.9±20.2                              |
| 42 | 硫丹硫酸酯 | 5.00            | 77.2               | 3.9                | 77.2±7.8                               |
|    |       | 1.00            | 82.0               | 7.3                | 82.0±14.6                              |
| 43 | 溴螨酯   | 5.00            | 78.6               | 7.4                | 78.6±14.8                              |
|    |       | 1.00            | 86.6               | 10.6               | 86.6±21.2                              |
| 44 | 溴苯磷   | 5.00            | 80.4               | 5.8                | 80.4±11.6                              |
|    |       | 1.00            | 81.3               | 5.7                | 81.3±11.4                              |
| 45 | 苯硫磷   | 5.00            | 82.2               | 5.6                | 82.2±11.2                              |
|    |       | 1.00            | 84.1               | 14.2               | 84.1±28.4                              |
| 46 | 苯线磷亚砒 | 5.00            | 35.7               | 47.3               | 35.7±94.6                              |
|    |       | 1.00            | 51.8               | 38.8               | 51.8±77.6                              |
| 47 | 苯线磷砒  | 5.00            | 75.1               | 5.6                | 75.1±11.2                              |
|    |       | 1.00            | 86.9               | 22.0               | 86.9±44.0                              |
| 48 | 吡啶硫磷  | 5.00            | 85.5               | 5.8                | 85.5±11.6                              |
|    |       | 1.00            | 95.9               | 22.1               | 95.9±44.2                              |
| 49 | 蝇毒磷   | 5.00            | 87.4               | 9.7                | 87.4±19.4                              |
|    |       | 1.00            | 95.1               | 10.7               | 95.1±21.4                              |