超高效液相色谱三重四极杆质谱联用法同时测定中药中 153 种农药残留

LCMSMS-271

摘要： 本文建立了一种使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用同时测定中药中 153 种农药残留的方法。该方法在 22 min 内完成 153 种农药的分离，在 0.5~200 μg/L 范围内线性良好校准曲线相关系数均大于 0.995。该方法分析速度快、重复性好、灵敏度高，适合中药中农药的高灵敏度快速检测，可以应对 2015 版《中国药典》对中药材中农药残留量的测定要求。

关键词： 超高效液相色谱仪 三重四极杆质谱仪 中药 农药残留

目前市售的许多中药材是人工种植的，农药的使用以及其对人体的伤害不容忽视，因此农药残留的测定是必须的。2015 版药典在 2010 版药典的基础上不仅增加了检测农药的种类，还将质谱法引入药典标准，利用 LC-MS/MS 方法检测中药中 153 种农药残留，大大增加了检测的农药品种。

本文使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 和三重四极杆质谱 LCMS-8045 联用，建立了中药中 153 种农药的液相色谱 – 串联质谱的同时分析方法，供相关人员参考。

实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8045 联用系统。具体配置为：LC-30AD×2 输液泵，DGU-20A$_5$ 在线脱气机，SIL-30AC 自动进样器，CTO-30A 柱温箱，CBM-20A 系统控制器，LCMS-8045 三重四极杆质谱仪，LabSolutions Ver. 5.86 色谱工作站。

1.2 分析条件

液相色谱条件

分析仪器：LC-30A 系统

色谱柱：Shim-pack XR-ODS III, (2.0 mm I.D. ×150 mm L., 2.2 μm)

流动相：A-10 mM 甲酸铵 +0.1% 甲酸水溶液；B- 甲醇

流速：0.4 mL/min

进样体积：5 μL

柱温：40℃

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 10%，时间程序见表 1。

表1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
1.00	Pumps	Pump B Conc.	30
4.00	Pumps	Pump B Conc.	70
14.00	Pumps	Pump B Conc.	98
18.00	Pumps	Pump B Conc.	98
18.01	Pumps	Pump B Conc.	10
22.00	Controller	Stop	

质谱条件

分析仪器： LCMS-8045
离子源：ESI，正负离子同时扫描
雾化气：氮气 2.0 L/min
干燥气：氮气 10 L/min
加热气：空气 10 L/min
碰撞气：氩气
脱溶剂管温度：200℃
加热模块温度：400℃
接口温度：300℃
扫描模式：多反应监测 (MRM)
驻留时间：1.0-8.0 ms
延迟时间：1 ms
MRM 参数：见表 2

1.3 样品制备

样品前处理方法：参照 2015 版药典通则 2341，使用岛津技迩 QuEChERS 产品进行样品前处理。具体为：准确称量 3 g 均质样品，置于 50 mL 聚苯乙烯具塞离心管中，加入 1% 冰乙酸溶液 15 mL，涡旋使药粉充分浸润，放置 30 分钟，准确加入乙腈 15 mL，涡旋使混匀，置振荡器上剧烈震荡 (500 次 /min)5 分钟，加入无水硫酸镁与无水乙酸钠的混合粉末 (4:1)7.5 g(货号：5010-050020)，立即摇散，再置振荡器上剧烈震荡 (500 次 /min)3 分钟，于冰浴中冷却 10 分钟，离心 (4000 转 /min)5 分钟，取上清液 9 mL，置于已预先装有净化材料的分散固相萃取净化管 (无水硫酸镁 900 mg，N- 丙基乙二胺 (PSA)300 mg，十八烷基硅烷键合硅胶 300 mg，石墨化炭黑 90 mg，硅胶 300 mg，货号：5010-015050) 中，涡旋使之充分混匀，再置于振荡器上剧烈震荡 (500 次 /min)5 分钟使净化完全，离心 (4000 转 /min)5 分钟，准确吸取上清液 5 mL，用氮气吹至近干，随后用乙腈定容至 1 mL，用微孔滤膜 (0.22 μm) 过滤，取滤液上机。

标准溶液配制：配制浓度为 0.5 μg/L 、1.0 μg/L、2.0 μg/L 、5.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、50.0 μg/L、100.0 μg/L 和 200.0 μg/L 的不同浓度的标准样品。

表2 MRM参数

No.	Name	Ret. Time	CAS No.	Precursor ion m/z	Product ion 1 m/z	Product ion 2 m/z	Product ion 1 Q1 Pre Bias	Product ion 1 CE	Product ion 1 Q3 Pre Bias	Product ion 2 Q1 Pre Bias	Product ion 2 CE	Product ion 2 Q3 Pre Bias
1	Methamidophos 甲胺磷	2.12	10265-92-6	142.05	94.00	125.05	-16	-15	-17	-16	-16	-23
2	Acephate 乙酰甲胺磷	2.407	30560-19-1	184.2	143.00	95.00	-20	-8	-15	-20	-23	-16
3	Omethoate 氧乐果	2.613	1113-02-6	214.10	183.00	155.00	-23	-10	-19	-23	-14	-28
4	Aldicarb-sulfoxide 涕灭威亚砜	2.731	1646-87-3	207.10	89.00	132.00	-14	-14	-15	-14	-8	-23
5	Aldicarb-sulfone 涕灭威砜	2.869	1646-88-4	240.10	86.00	223.00	-26	-21	-15	-26	-8	-23
6	Oxamyl 杀线威	2.926	23135-22-0	237.05	72.10	90.10	-17	-16	-29	-17	-8	-17
7	Methomyl 灭多威	2.407	16752-77-5	163.05	88.00	106.05	-18	-8	-16	-18	-10	-19
8	Thiamethoxam 噻虫嗪	3.269	153719-23-4	292.00	211.10	181.10	-30	-11	-22	-30	-23	-19
9	Methacrifos 虫螨畏	3.409	62610-77-9	241.00	126.85	108.9	-17	-14	-22	-17	-28	-19
10	Monocrotophos 久效磷	3.493	6923-22-4	224.10	127.05	193.00	-25	-15	-13	-25	-8	-20
11	Carbendazim 多菌灵	3.489	10605-21-7	192.05	160.05	132.05	-30	-17	-30	-30	-30	-24
12	Dicrotophos 百治磷	3.645	141-66-2	238.10	112.15	193.05	-18	-12	-21	-18	-10	-20
13	Imidacloprid 吡虫啉	3.666	105827-78-9	256.05	175.10	209.05	-29	-17	-18	-29	-14	-22
14	Thiabendazole 噻菌灵	3.919	148-79-8	202.00	175.05	131.10	-30	-24	-30	-30	-33	-24
15	Mevinphos 速灭磷	4.176	26718-65-0	225.00	127.05	193.05	-25	-17	-23	-25	-8	-20
16	Carbofuran-3-hydroxy 3-羟基克百威	4.185	16655-82-6	238.10	163.10	181.20	-27	-14	-17	-27	-10	-19
17	Acetamiprid 啶虫脒	4.237	135410-20-7	222.95	126.00	56.00	-15	-20	-23	-26	-16	-22
18	Fenthion-oxon-sulfoxide 氧倍硫磷亚砜	4.157	6552-13-2	278.95	263.95	104.00	-19	-18	-28	-14	-29	-19
19	Dimethoate 乐果	4.279	60-51-5	230.00	198.95	125.00	-26	-9	-21	-26	-22	-22

20	Trichlorfon 敌百虫	4.278	52-68-6	256.9.0	108.95	220.85	-29	-17	-19	-29	-10	-23
21	Phorate-oxon-sulfone 氧甲拌磷砜	4.307	2588/4/7	277.00	111.00	127.00	-21	-22	-11	-21	-15	-22
22	Thiacloprid 噻虫啉	4.666	111538-49-9	253.00	126.05	99.00	-28	-20	-22	-28	-43	-17
23	Phosphoric acid 氧倍硫磷砜	4.606	14086-35-2	295.05	217.10	233.10	-22	-20	-22	-22	-17	-24
24	Fensulfothion-oxon 氧丰索磷	4.787	6552-21-2	292.95	236.95	264.95	-20	-19	-25	-20	-14	-29
25	Tricyclazole 三环唑	4.887	41814-78-2	190.00	163.00	136.00	-21	-21	-30	-21	-26	-24
26	Aldicarb 涕灭威	4.946	116-06-3	208.00	116.10	89.10	-22	-10	-24	-10	-21	-21
27	Oxadixyl 恶霜灵	4.278	77732-09-3	279.10	219.05	133.10	-30	-11	-23	-30	-21	-24
28	Phosphamidon 磷胺	5.016	13171-21-6	300.00	174.05	127.00	-15	-12	-17	-15	-29	-22
29	Metolcarb 速灭威	5.109	1129-41-5	166.05	109.05	94.00	-11	-11	-20	-11	-30	-16
30	Fenamiphos-sulfoxide 苯线磷亚砜	5.256	31972-43-7	319.80	233.00	292.05	-30	-23	-26	-30	-16	-21
31	Desmethylnitrophos 甲基对氧磷	5.25	950-35-6	274.95	201.95	108.95	-15	-19	-21	-15	-31	-19
32	Propoxur 残杀威	5.3	114-26-1	210.10	168.10	111.10	-23	-7	-18	-23	-13	-20
33	Malaoxon 马拉氧磷	5.304	1634-78-2	314.90	98.95	127.00	-15	-24	-19	-15	-13	-23
34	Carbofuran 克百威	5.341	1563-66-2	222.10	165.10	123.10	-25	-11	-17	-25	-21	-22
35	Fenamiphos-sulfone 苯线磷砜	5.348	31972-44-8	335.90	266.00	188.10	-16	-21	-29	-16	-28	-21
36	Metribuzin 嗪草酮	5.432	21087-64-9	215.10	187.10	84.10	-25	-18	-18	-25	-21	-30
37	Hexazinone 环嗪酮	5.44	51235-04-2	253.15	171.10	85.10	-30	-15	-18	-30	-31	-15
38	Fenthion-sulfoxide 倍硫磷亚砜	5.417	3761-41-9	295.00	279.95	109.00	-11	-18	-10	-11	-31	-20
39	Imazalil 烯菌灵	5.403	35554-44-0	297.00	159.00	201.00	-15	-24	-15	-15	-18	-21
40	Pirimicarb 抗蚜威	5.503	23103-98-2	239.15	72.05	182.15	-30	-25	-30	-30	-19	-30

41	Carbaryl 甲萘威	5.571	63-25-2	202.05	145.05	127.10	-14	-10	-29	-14	-25	-21
42	Ethiofencarb 乙硫苯威	5.749	29973-13-5	226.10	107.05	164.05	-26	-15	-19	-26	-8	-30
43	RH5849 抑食肼	5.733	112225-87-3	295.10	121.10	77.25	13	18	22	13	32	30
44	Fosthiazate 噻唑磷	5.757	98886-44-3	284.10	228.00	104.05	-30	-10	-24	-30	-21	-19
45	Fenthion-sulfone 倍硫磷砜	5.813	3761-42-0	311.00	124.90	278.90	-15	-21	-24	-15	-17	-13
46	Disulfoton-sulfoxide 乙拌磷亚砜	5.818	2497/7/6	291.00	185.00	212.95	-30	-15	-19	-30	-9	-23
47	Disulfoton-sulfone 乙拌磷砜	5.901	2497/6/5	306.80	96.90	124.95	-15	-30	-18	-15	-17	-23
48	Paraoxon 乙基对氧磷	5.891	311-45-5	276.00	219.80	94.05	-11	-14	-23	-11	-36	-17
49	Phorate Sulfone 甲拌磷砜	5.946	2588/4/7	292.90	171.05	142.90	-11	-12	-29	-11	-16	-28
50	Isoprocarb 异丙威	6.013	2631-40-5	194.10	95.00	137.10	-21	-14	-17	-22	-10	-14
51	Fensulfothion 丰索磷	6.048	115-90-2	309.00	281.00	253.00	-11	-15	-30	-11	-18	-26
52	Fensulfothion-oxon-sulfone 氧丰索磷砜	6.053	6132-17-8	309.05	253.00	281.05	-23	-15	-12	-23	-10	-30
53	Atrazine D5 (ethylamino D5) 氘代莠去津	6.087	163165-75-1	221.15	179.10	101.2	-18	-18	-18	-18	-24	-18
54	Atrazine 莠去津	6.116	1912-24-9	216.10	174.05	96.05	-30	-17	-18	-30	-25	-17
55	Metalaxyl 甲霜灵	6.116	70630-17-0	280.10	220.20	192.20	-30	-13	-24	-30	-18	-20
56	Fensulfothion-sulfone 丰索磷砜	6.171	14255-72-2	324.90	268.90	296.90	-23	-16	-29	-23	-12	-20
57	Pirimiphos-methyl-N-desethyl N-去乙基甲基嘧啶磷	6.331	67018-59-1	278.00	246.00	125.00	-21	-18	-26	-21	-24	-24
58	Phorate-oxon 氧甲拌磷	6.526	2600-69-3	244.95	75.05	81.20	-17	-12	-30	-17	-55	-14
59	Chlorantraniliprole 氯虫苯甲酰胺	6.283	500008-45-7	484.00	452.90	285.85	-24	-19	-30	-24	-16	-30
60	Methidathion 杀扑磷	6.472	950-37-8	303.00	145.00	85.10	-21	-8	-15	-21	-22	-30

61	Fenthion-oxon 氧倍硫磷	6.526	6522/12/1	263.05	231.00	215.95	-20	-16	-16	-20	-24	-22
62	Azinphos-methyl 保棉磷	6.567	86-50-0	318.10	132.10	261.00	-15	-14	-23	-15	-7	-28
63	Azoxystrobin 嘧菌酯	6.589	131860-33-8	404.10	372.05	329.00	-30	-14	-26	-30	-31	-23
64	Phosemet 亚胺硫磷	6.624	732-11-6	317.95	160.05	77.00	-12	-18	-30	-12	-54	-29
65	Ametryn 莠灭净	6.637	834-12-8	228.10	186.10	68.05	-30	-18	-19	-30	-39	-27
66	Demeton 内吸磷	6.664	8065-48-3	258.90	88.95	60.95	-13	-13	-16	-13	-35	-25
67	Methiocarb 甲硫威	7.06	2032-65-7	226.00	121.10	169.05	-16	-20	-23	-16	-9	-17
68	Propanil 敌稗	7.114	709-98-8	218.00	162.00	127.00	-24	-15	-17	-24	-26	-23
69	Dimethenamid 二甲吩草胺	7.085	87674-68-8	276.10	244.10	168.10	-14	-14	-25	-14	-24	-17
70	Boscalid 啶酰菌胺	7.114	188425-85-6	343.00	307.10	271.10	-12	-18	-30	-12	-30	-26
71	Flutolanil 氟担菌宁	7.158	66332-96-5	324.10	262.10	242.00	-16	-18	-27	-16	-26	-25
72	Promecarb 猛杀威	7.203	2631-37-0	208.20	109.10	151.10	-22	-15	-19	-22	-8	-16
73	Paclobutrazol 多效唑	7.229	76738-62-0	294.10	70.05	125.05	-15	-21	-28	-15	-40	-22
74	Methoxyfenozide 甲氧虫酰肼	7.251	161050-58-4	369.20	149.10	313.10	-18	-16	-16	-18	-8	-22
75	Malathion 马拉硫磷	7.258	121-75-5	331.00	127.05	99.00	-17	-12	-13	-17	-23	-18
76	Isoprothiolane 稻瘟灵	7.294	50512-35-1	291.10	231.10	189.10	-14	-11	-25	-14	-21	-20
77	Mepronil 灭锈胺	7.361	55814-41-0	270.15	119.05	228.05	-30	-25	-30	-30	-18	-30
78	Myclobutanil 腈菌唑	7.445	88671-89-0	289.10	70.05	125.05	-30	-21	-28	-30	-30	-22
79	Propetamphos 胺丙畏	7.437	31218-83-4	282.10	138.00	156.05	-22	-19	-28	-22	-12	-29
80	Bifenazate 联苯肼酯	7.548	149877-41-8	301.15	198.05	170.10	-30	-10	-21	-30	-19	-18
81	Dichlofenthion 除线磷	7.55	97-17-6	314.90	258.85	286.95	-12	-16	-26	-12	-11	-30
82	Triazophos 三唑磷	7.562	24017-47-8	314.05	162.15	119.15	-23	-19	-17	-23	-35	-21
83	Isazofos 氯唑磷	7.593	42509-80-8	313.95	120.00	162.00	-12	-25	-22	-12	-16	-17
84	Molinate 禾草敌	7.735	2212-67-1	188.10	126.10	98.10	-21	-13	-13	-20	-20	-18
85	Azinphos-ethyl 益棉磷	7.907	2642-71-9	346.05	136.95	97.00	-13	-23	-25	-13	-33	-17
86	Mecarbam 灭蚜威	7.928	2595-54-2	329.90	96.95	199.00	-16	-40	-18	-16	-16	-22

87	Fenarimol 氯苯嘧啶醇	7.935	60168-88-9	331.00	268.10	259.10	-16	-22	-28	-17	-26	-26
88	Ethoprophos 灭线磷	7.989	13194-48-4	243.10	131.00	97.00	-26	-20	-23	-27	-32	-17
89	Fenchlorphos-oxon 氧皮蝇磷	8.039	3983-45-7	304.80	109.00	272.85	-22	-22	-19	-22	-21	-29
90	Napropamide 敌草胺	8.002	15299-99-7	272.20	129.15	171.10	-30	-16	-23	-30	-17	-18
91	Alachlor 甲草胺	8.189	15972-60-8	270.10	238.05	162.15	-30	-10	-26	-30	-19	-30
92	Fenbuconazole 腈苯唑	8.185	114369-43-6	336.90	125.05	70.00	-26	-27	-25	-26	-20	-28
93	Metolachlor 异丙甲草胺	8.204	51218-45-2	284.10	252.10	176.20	-30	-14	-27	-30	-25	-19
94	Iprodione 异菌脲	8.236	36734-19-7	330.00	245.00	108.15	-23	-12	-29	-23	-11	-21
95	Fenamiphos 苯线磷	8.275	22224-92-6	304.10	217.10	202.00	-15	-22	-23	-15	-36	-21
96	Flusilazole 氟硅唑	8.311	85509-19-9	316.10	247.10	165.10	-30	-18	-27	-30	-29	-30
97	Tebufenozide 虫酰肼	8.305	112410-23-8	353.20	133.10	297.10	-18	-20	-24	-18	-8	-15
98	Diflubenzuron 除虫脲	8.404	35367-38-5	309.10	289.05	156.15	21	8	18	21	10	27
99	Phenthoate 稻丰散	8.574	2957/3/7	321.00	246.95	107.10	-12	-11	-25	-12	-25	-17
100	Isofenphos-methyl 甲基异柳磷	8.644	99675-03-3	354.00	252.85	312.00	-14	-18	-26	-14	-16	-22
101	Sulfotep 治螟磷	8.707	3689-24-5	323.00	115.00	171.10	-16	-31	-20	-16	-15	-18
102	Quinalphos 喹硫磷	8.711	13593-03-8	299.00	163.05	147.05	-15	-20	-30	-15	-21	-27
103	Tolylfluanid 甲苯氟磺胺	8.753	731-27-1	364.00	237.90	137.00	-28	-14	-25	-28	-30	-23
104	Edifenphos 敌瘟磷	8.786	17109-49-8	311.00	282.95	111.05	-24	-13	-30	-24	-21	-21
105	Cyprodinil 嘧菌环胺	8.824	121552-61-2	226.10	93.10	108.10	-30	-34	-16	-30	-27	-19
106	Tebuconazole 戊唑醇	8.888	107534-96-3	308.10	70.10	125.00	-22	-22	-27	-22	-38	-23
107	Benalaxyl 苯霜灵	8.934	71626-11-4	326.20	148.20	294.10	-16	-21	-15	-16	-11	-20
108	Etrimfos 乙嘧硫磷	8.953	38260-54-7	293.00	265.00	125.00	-15	-16	-28	-15	-24	-23
109	Fenthion 倍硫磷	9.085	55-38-9	279.20	169.05	247.05	-30	-17	-18	-30	-12	-18
110	Chlorfenvinphos 毒虫畏	9.012	470-90-6	358.90	155.10	99.00	-18	-12	-30	-18	-33	-18
111	Coumaphos 蝇毒磷	9.068	56-72-4	363.00	227.00	307.10	-18	-26	-23	-18	-18	-21

112	Diazinon 二嗪磷	9.083	333-41-5	305.00	169.10	153.10	-30	-19	-18	-30	-20	-16
113	Propiconazole 丙环唑	9.1	60207-90-1	342.05	159.10	205.10	-17	-30	-29	-17	-18	-21
114	Fonofos 地虫硫磷	9.174	994-22-9	247.10	109.00	137.10	-27	-19	-19	-26	-10	-14
115	Pyraclostrobin 百克敏	9.266	175013-18-0	388.10	194.05	163.05	-19	-13	-21	-19	-24	-30
116	Phoxim 辛硫磷	9.266	14816-18-3	299.00	77.00	129.05	-11	-33	-29	-11	-15	-24
117	Hexaconazole 己唑醇	9.307	79983-71-4	314.10	70.20	159.15	-15	-21	-28	-15	-29	-30
118	Prochloraz 咪鲜胺	9.329	67747-09-5	376.00	308.00	266.00	-19	-11	-21	-19	-17	-29
119	Bitertanol 联苯三唑醇	9.406	55179-31-2	338.20	269.15	99.10	-17	-9	-29	-17	-15	-18
120	Isofenphos 异硫磷	9.413	25311-71-1	368.00	266.95	326.15	-14	-19	-27	-14	-18	-22
121	Phosalone 伏杀硫磷	9.466	2310-17-0	367.85	181.95	110.95	-28	-12	-19	-28	-38	-20
122	Pirimiphos methyl 甲基嘧啶磷	9.526	29232-93-7	306.05	108.10	95.00	-30	-31	-19	-30	-29	-17
123	Phorate 甲拌磷	9.595	298-02-2	260.95	75.10	142.90	-18	-14	-30	-18	-20	-25
124	Disulfoton 乙拌磷	9.642	298-04-4	275.00	89.15	61.05	-19	-7	-16	-19	-34	-24
125	Tolclofos methyl 甲基立枯磷	9.675	57018-04-9	300.95	268.85	124.90	-22	-16	-29	-22	-18	-23
126	Cyhalofop-butyl 氰氟草酯	9.825	122008-85-9	375.15	256.05	120.00	-14	-18	-29	-14	-32	-30
127	Diniconazole 烯唑醇	9.747	76714-88-0	326.10	70.00	159.00	-16	-25	-28	-16	-30	-30
128	Cadusafos 硫线磷	9.806	95465-99-9	271.10	159.00	97.00	-30	-14	-29	-30	-37	-18
129	EPN 苯硫磷	9.832	2104-64-5	324.00	156.85	295.95	-12	-23	-29	-12	-13	-20
130	Difenoconazole 苯醚甲环唑	9.829	119446-68-3	406.10	251.00	337.05	-30	-25	-27	-30	-17	-24
131	Indoxacarb 茚虫威	9.878	144171-61-9	528.10	249.10	292.95	-26	-17	-27	-26	-15	-21
132	Haloxyfop-methyl 氟吡甲禾灵	9.904	69806-40-2	376.05	316.00	288.05	-15	-17	-22	-15	-26	-30
133	Trifloxystrobin 肟菌酯	9.954	141517-21-7	409.10	186.05	145.00	-20	-18	-20	-20	-44	-26
134	Pretilachlor 丙草胺	10.248	51218-49-6	312.20	252.15	176.15	-15	-16	-28	-15	-28	-18
135	Profenofos 丙溴磷	10.563	41153-08-7	372.90	302.80	345.00	-18	-19	-30	-18	-12	-24

136	Fluazifop-p-butyl 精吡氟禾草灵	10.625	79241-46-6	384.20	282.20	328.10	-19	-21	-30	-19	-17	-23
137	Furathiocarb 呋线威	10.687	65907-30-4	383.20	195.05	252.10	-27	-19	-21	-27	-13	-27
138	Tetramethrin 胺菊酯	10.756	7696-12-0	332.05	164.10	135.10	-23	-24	-30	-23	-19	-24
139	Buprofezin 噻嗪酮	10.887	69327-76-0	306.10	201.10	116.10	-30	-11	-22	-30	-16	-12
140	Pirimiphos-ethyl 嘧啶磷	11.007	23505-41-1	334.10	198.05	182.10	-25	-22	-21	-25	-22	-19
141	Allethrin 丙烯菊酯	11.065	584-79-2	303.10	135.10	93.15	-15	-10	-26	-15	-15	-19
142	Butachlor 丁草胺	11.089	23184-66-9	312.15	238.05	162.10	-12	-13	-25	-12	-22	-17
143	Clethodim 烯草酮	11.1	99129-21-2	362.00	345.00	302.95	-14	-11	-24	-14	-18	-21
144	Oxadiazon 恶草酮	11.114	19666-30-9	345.00	302.95	219.85	-13	-13	-21	-13	-20	-23
145	Chinomethionate 灭螨猛	11.091	2439/1/2	235.00	207.15	163.05	-19	-16	-21	-19	-28	-16
146	Piperonylbutoxide 增效醚	11.132	1951/3/6	356.30	177.10	119.00	-24	-13	-19	-24	-37	-22
147	Ethion 乙硫磷	11.199	563-12-2	385.00	199.00	142.95	-19	-10	-22	-19	-26	-25
148	Pyriproxyfen 蚊蝇醚	11.382	95737-68-1	322.10	96.05	185.05	-30	-14	-10	-30	-22	-20
149	Propargite 克螨特	11.848	2312-35-8	368.10	231.10	175.05	-14	-11	-11	-14	-15	-17
150	Fenpyroximate-E 唑螨酯	12.226	111812-58-9	422.20	366.10	138.10	-30	-15	-26	-30	-33	-26
151	Pyridaben 哒螨灵	12.83	96489-71-3	365.10	309.05	147.10	-18	-12	-22	-18	-25	-27
152	Tau-Fluvalinate 氟胺氰菊酯	13.07	102851-06-9	503.05	181.05	208.00	-40	-30	-18	-40	-13	-22
153	Prothiophos 丙硫磷	13.229	34643-46-4	344.90	240.85	268.90	-13	-18	-24	-13	-13	-18
154	Etofenprox 醚菊酯	14.659	80844-07-1	394.00	177.10	106.95	-19	-17	-20	-19	-40	-19

注：氘代莠去津为内标物。接口电压均经过优化，部分分析物最优接口电压与调谐方法中接口电压不同。

结果讨论

2.1 标准样品色谱图

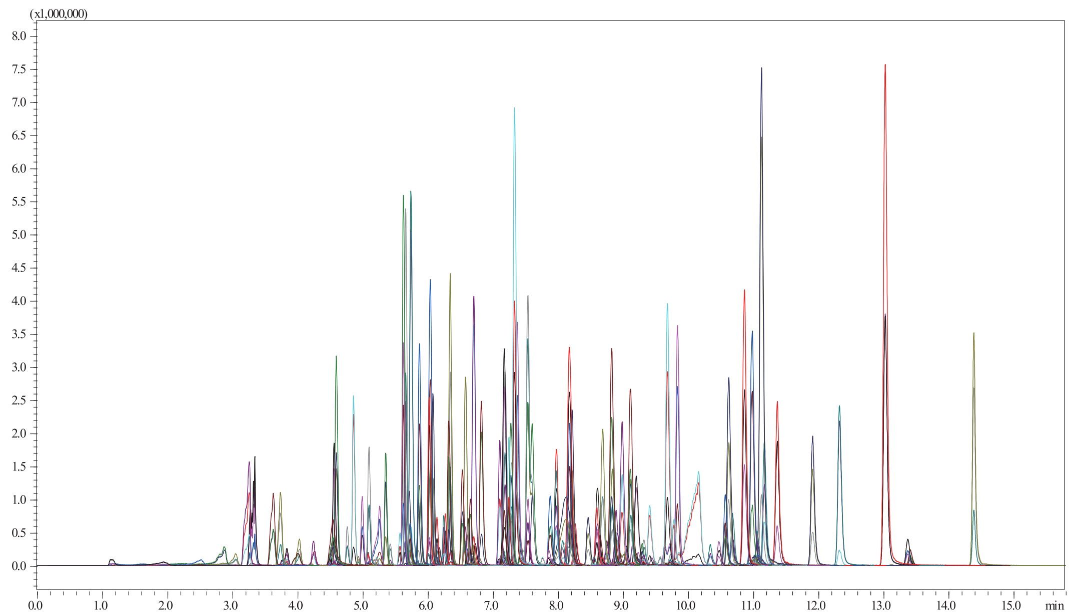

图1　153种农药标准样品色谱图(10.0 μg/L)

2.2 线性关系

将配制好的 0.5 μg/L 、1.0 μg/L、2.0 μg/L 、5.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、50.0 μg/L、100.0 μg/L 和 200.0 μg/L 不同浓度的标准溶液，按 1.2 中的分析条件进行测定，选择氘代莠去津作为内标，利用内标法制作校准曲线，线性良好，线性方程、相关系数和线性范围见表 3。

表3　153种农药校准曲线参数和检出限定量限

No.	名称	校准曲线	相关系数 R	线性范围（μg/L）	检出限（μg/L）	定量限（μg/L）
1	甲胺磷	Y = (0.0173353)X + (-0.00180141)	0.9991	0.5~200	0.047	0.143
2	乙酰甲胺磷	Y = (0.0218573)X + (-0.00214913)	0.9997	0.5~200	0.137	0.414
3	氧乐果	Y = (0.0532375)X + (-0.00193726)	0.9992	0.5~200	0.005	0.014
4	涕灭威亚砜	Y = (0.00969561)X + (-0.000378735)	0.9989	0.5~200	0.047	0.144
5	涕灭威砜	Y = (0.0900362)X + (-0.00172303)	0.9975	0.5~200	0.359	1.086
6	杀线威	Y = (0.0556160)X + (-0.00190643)	0.9992	0.5~200	0.004	0.012
7	氧甲拌磷	Y = (0.0957374)X + (-0.00290804)	0.9982	0.5~200	0.060	0.181
8	氧皮蝇磷	Y = (0.107259)X + (-0.00773397)	0.9988	5~200	1.068	3.237
9	甲草胺	Y = (0.00322822)X + (8.05752e-006)	0.9965	0.5~200	0.184	0.557
10	倍硫磷	Y = (0.00142541)X + (0.00128385)	0.9983	0.5~200	0.138	0.419
11	甲基立枯磷	Y = (0.00141366)X + (0.00128898)	0.9955	2-200	0.237	0.717
12	烯草酮	Y = (0.00519241)X + (0.00287075)	0.9967	2-200	0.312	0.945
13	恶草酮	Y = (0.00539541)X + (0.000460442)	0.9959	0.5~200	0.199	0.603
14	丙硫磷	Y = (0.00292960)X + (-0.000150432)	0.9978	0.5~200	0.042	0.128
15	灭多威	Y = (0.0227831)X + (-0.000448149)	0.9961	0.5~50	0.062	0.188

16	噻虫嗪	Y = (0.0470597)X + (0.00247671)	0.998	0.5~200	0.026	0.079
17	虫螨畏	Y = (0.0194474)X + (-0.000454077)	0.9989	0.5~200	0.035	0.107
18	久效磷	Y = (0.00552705)X + (-0.00109676)	0.9956	0.5~200	0.061	0.186
19	多菌灵	Y = (0.0181203)X + (-0.00573927)	0.9996	1~200	0.325	0.986
20	百治磷	Y = (0.00841206)X + (0.000945306)	0.9974	0.5~200	0.039	0.118
21	吡虫啉	Y = (0.0159962)X + (-0.000918301)	0.9973	0.5~200	0.037	0.112
22	噻菌灵	Y = (0.0556340)X + (-0.00331513)	0.9993	0.5~200	0.056	0.169
23	氧倍硫磷砜	Y = (0.0176711)X + (0.000424968)	0.9994	5~200	0.335	1.014
24	速灭磷	Y = (0.00574826)X + (-0.000599411)	0.9966	0.5~200	0.057	0.172
25	氧倍硫磷亚砜	Y = (0.00185623)X + (-0.000842991)	0.9991	1~200	0.044	0.134
26	3-羟基克百威	Y = (0.00566732)X + (-0.000319504)	0.9952	0.5~200	0.036	0.109
27	啶虫脒	Y = (0.0718501)X + (0.000675243)	0.9983	0.5~200	0.043	0.129
28	乐果	Y = (0.0726079)X + (0.00225958)	0.9984	0.5~200	0.036	0.108
29	敌百虫	Y = (0.00336367)X + (-0.00238820)	0.9961	1~200	0.128	0.386
30	氧甲拌磷砜	Y = (0.0103364)X + (-0.00102264)	0.9973	0.5~200	0.011	0.033
31	甲基对氧磷	Y = (0.00289893)X + (-0.000112794)	0.9974	5~200	0.183	0.555
32	噻虫啉	Y = (0.103314)X + (0.00214825)	0.9991	0.5~100	0.040	0.122
33	氧丰索磷	Y = (0.0238216)X + (-0.00411365)	0.999	0.5~200	0.040	0.122
34	三环唑	Y = (0.0444021)X + (-0.00149661)	0.9996	0.5~200	0.043	0.130
35	涕灭威	Y = (0.000610067)X + (-0.000137804)	0.9951	1~200	0.052	0.157
36	恶霜灵	Y = (0.0551181)X + (-0.00214564)	0.998	0.5~200	0.036	0.109
37	磷胺	Y = (0.0541566)X + (0.00131704)	0.999	0.5~200	0.046	0.139
38	速灭威	Y = (0.00636940)X + (0.000327561)	0.996	0.5~200	0.029	0.087
39	苯线磷亚砜	Y = (0.0101179)X + (-0.00258725)	0.9988	0.5~200	0.040	0.121
40	残杀威	Y = (0.0646245)X + (0.00482929)	0.9993	0.5~200	0.031	0.093
41	马拉氧磷	Y = (0.122202)X + (0.00438514)	0.9986	0.5~100	0.034	0.102
42	克百威	Y = (0.0996865)X + (0.00603730)	0.9993	0.5~100	0.056	0.169
43	苯线磷砜	Y = (0.00833445)X + (-0.000746579)	0.9981	0.5~200	0.016	0.047
44	环嗪酮	Y = (0.349242)X + (0.0139541)	0.9951	0.5~50	0.027	0.083
45	倍硫磷砜	Y = (0.0442730)X + (0.00136725)	0.9986	2~200	0.104	0.315
46	嗪草酮	Y = (0.0199684)X + (-0.000446527)	0.996	0.5~100	0.030	0.092
47	烯菌灵	Y = (0.0332150)X + (-0.000936020)	0.9988	0.5~200	0.063	0.192
48	倍硫磷亚砜	Y = (0.0300062)X + (-0.00159435)	0.9956	0.5~100	0.038	0.116
49	抗蚜威	Y = (0.114895)X + (-0.00145338)	0.9992	0.5~100	0.041	0.124
50	敌稗	Y = (0.00138421)X + (-0.000598214)	0.9972	2~200	0.214	0.648
51	甲萘威	Y = (0.0118318)X + (0.000443472)	0.9989	0.5~200	0.024	0.071
52	乙硫苯威	Y = (0.0569713)X + (-0.00327528)	0.9994	0.5~200	0.041	0.125
53	噻唑磷	Y = (0.103612)X + (-0.00283316)	0.9981	0.5~200	0.016	0.049
54	乙拌磷亚砜	Y = (0.0621498)X + (-0.00239611)	0.9993	0.5~200	0.025	0.076
55	乙拌磷砜	Y = (0.0149672)X + (-0.000427309)	0.9991	0.5~200	0.016	0.048
56	甲拌磷砜	Y = (0.00532230)X + (-0.00248869)	0.9987	1~200	0.011	0.034
57	异丙威	Y = (0.0138536)X + (0.000705791)	0.9962	0.5~200	0.013	0.039
58	氧丰索磷砜	Y = (0.0105975)X + (-0.000313356)	0.995	0.5~200	0.222	0.674
59	丰索磷	Y = (0.0250156)X + (-0.00232943)	0.9978	0.5~200	0.081	0.246

60	莠去津	Y = (0.0510443)X + (0.00102152)	0.9995	0.5~200	0.021	0.063
61	甲霜灵	Y = (0.124794)X + (0.00161438)	0.9998	0.5~100	0.031	0.093
62	丰索磷砜	Y = (0.00689199)X + (-0.00130067)	0.9969	0.5~200	0.021	0.065
63	N-去乙基甲基嘧啶磷	Y = (0.0379220)X + (-0.00172146)	0.9989	0.5~200	0.030	0.091
64	氯虫苯甲酰胺	Y = (0.0458920)X + (0.00163813)	0.9977	0.5~200	0.016	0.047
65	杀扑磷	Y = (0.0123281)X + (-0.00298717)	0.9979	0.5~200	0.062	0.188
66	氧倍硫磷	Y = (0.0259217)X + (-0.000930436)	0.9987	0.5~200	0.075	0.228
67	保棉磷	Y = (0.00652514)X + (0.000774298)	0.9967	0.5~200	0.059	0.177
68	密菌酯	Y = (0.268560)X + (0.000189122)	0.9994	0.5~100	0.020	0.062
69	亚胺硫磷	Y = (0.0304063)X + (0.00234112)	0.9981	0.5~200	0.038	0.115
70	莠灭净	Y = (0.142928)X + (-0.00809511)	0.9994	0.5~100	0.055	0.167
71	内吸磷	Y = (0.00285777)X + (-0.000808611)	0.9983	0.5~200	0.040	0.122
72	甲硫威	Y = (0.0315795)X + (-0.00304621)	0.9989	0.5~200	0.031	0.095
73	二甲吩草胺	Y = (0.130715)X + (-0.00309240)	0.9987	0.5~100	0.043	0.132
74	啶酰菌胺	Y = (0.0179079)X + (0.000850326)	0.9983	0.5~200	0.094	0.284
75	氟担菌宁	Y = (0.0852652)X + (-0.00341973)	0.9995	0.5~200	0.013	0.039
76	猛杀威	Y = (0.0265943)X + (-0.00191192)	0.9971	0.5~200	0.012	0.036
77	多效唑	Y = (0.103195)X + (0.00837101)	0.9974	0.5~100	0.013	0.039
78	甲氧虫酰肼	Y = (0.0626557)X + (-0.00250302)	0.9965	0.5~100	0.013	0.038
79	胺丙畏	Y = (0.0224913)X + (-0.000776337)	0.9995	2~200	0.156	0.472
80	马拉硫磷	Y = (0.0334706)X + (0.000253787)	0.996	0.5~200	0.014	0.042
81	稻瘟灵	Y = (0.208073)X + (0.00147689)	0.997	0.5~100	0.007	0.022
82	灭锈胺	Y = (0.147294)X + (-0.0133369)	0.9996	0.5~100	0.009	0.026
83	腈菌唑	Y = (0.0340615)X + (0.000242268)	0.9966	0.5~200	0.008	0.025
84	三唑磷	Y = (0.286234)X + (-0.00522228)	0.9996	0.5~50	0.002	0.006
85	联苯肼酯	Y = (0.00121915)X + (-0.00183178)	0.998	5~200	0.948	2.872
86	除线磷	Y = (0.000442886)X + (-0.000290401)	0.9968	2~200	0.536	1.624
87	氯唑磷	Y = (0.0467123)X + (0.000751323)	0.998	0.5~200	0.033	0.100
88	禾草敌	Y = (0.00189652)X + (-0.000502486)	0.9951	1~200	0.041	0.125
89	益棉磷	Y = (0.00570105)X + (-0.000550611)	0.9963	0.5~200	0.084	0.254
90	灭蚜威	Y = (0.0255949)X + (-0.000567316)	0.9997	1~100	0.026	0.079
91	氯苯嘧啶醇	Y = (0.0209948)X + (0.000926640)	0.996	0.5~100	0.076	0.231
92	灭线磷	Y = (0.0295620)X + (-9.52104e-005)	0.9987	0.5~200	0.034	0.102
93	敌草胺	Y = (0.0527870)X + (-0.00348479)	0.9984	0.5~200	0.047	0.141
94	异菌脲	Y = (0.00637109)X + (-0.00144636)	0.9995	5~200	1.055	3.198
95	乙基对氧磷	Y = (0.00326359)X + (-0.000339883)	0.9991	1~200	0.100	0.304
96	腈苯唑	Y = (0.0483557)X + (0.00235492)	0.9955	0.5~100	0.048	0.146
97	异丙甲草胺	Y = (0.182702)X + (-0.00384197)	0.9998	0.5~100	0.040	0.121
98	苯线磷	Y = (0.0992224)X + (0.00328418)	0.9976	0.5~200	0.050	0.150
99	氟硅唑	Y = (0.101733)X + (0.00595385)	0.9958	0.5~100	0.035	0.105
100	虫酰肼	Y = (0.0615690)X + (0.00568526)	0.9989	0.5~200	0.027	0.081
101	稻丰散	Y = (0.0194230)X + (-0.00130668)	0.9995	0.5~200	0.052	0.159
102	甲基异硫磷	Y = (0.00449961)X + (-0.000780418)	0.9977	0.5~200	0.088	0.268

103	喹硫磷	Y = (0.0504904)X + (-0.000486238)	0.9992	0.5~200	0.034	0.103
104	治螟磷	Y = (0.0302779)X + (-0.00355803)	0.9993	0.5~200	0.020	0.061
105	甲苯氟磺胺	Y = (0.00626669)X + (-0.000634101)	0.9973	0.5~200	0.012	0.036
106	敌瘟磷	Y = (0.0580984)X + (0.00183308)	0.9994	0.5~200	0.016	0.049
107	嘧菌环胺	Y = (0.0151117)X + (-0.00149677)	0.9981	0.5~200	0.116	0.351
108	戊唑醇	Y = (0.0681602)X + (-0.000840069)	0.9979	0.5~200	0.023	0.068
109	苯霜灵	Y = (0.130753)X + (-0.00215157)	0.9967	0.5~200	0.006	0.017
110	乙嘧硫磷	Y = (0.0563576)X + (0.00187836)	0.9991	0.5~200	0.012	0.035
111	毒虫畏	Y = (0.0158212)X + (-0.00117776)	0.9967	0.5~200	0.044	0.133
112	蝇毒磷	Y = (0.0170368)X + (-0.00225346)	0.9996	0.5~200	0.091	0.276
113	二嗪磷	Y = (0.0895419)X + (-0.00135594)	0.9988	0.5~200	0.015	0.046
114	丙环唑	Y = (0.0717623)X + (0.00116199)	0.9994	0.5~100	0.021	0.064
115	地虫硫磷	Y = (0.00893680)X + (-0.000476958)	0.9983	0.5~200	0.118	0.356
116	百克敏	Y = (0.118964)X + (0.00544848)	0.9978	0.5~200	0.027	0.080
117	辛硫磷	Y = (0.0320844)X + (-0.00101591)	0.9991	0.5~200	0.052	0.158
118	咪鲜胺	Y = (0.148279)X + (-0.00697379)	0.9994	0.5~100	0.023	0.070
119	己唑醇	Y = (0.0690465)X + (0.00217636)	0.9974	0.5~50	0.018	0.054
120	双苯三唑醇	Y = (0.0713641)X + (-0.00116535)	0.9957	0.5~100	0.039	0.119
121	异硫磷	Y = (0.00688474)X + (-0.000950220)	0.9999	0.5~200	0.022	0.065
122	伏杀硫磷	Y = (0.0136274)X + (0.000618539)	0.9989	0.5~200	0.025	0.077
123	甲基嘧啶磷	Y = (0.0516377)X + (-0.00136225)	0.9985	0.5~200	0.015	0.047
124	乙拌磷	Y = (0.0250855)X + (-0.000588861)	0.9993	2~200	0.269	0.815
125	甲拌磷	Y = (0.00623685)X + (-0.000838612)	0.9961	0.5~200	0.022	0.067
126	氰氟草酯	Y = (0.00395028)X + (-0.000363730)	0.997	5~200	0.252	0.763
127	烯唑醇	Y = (0.0438988)X + (0.00285677)	0.9956	0.5~200	0.062	0.187
128	硫线磷	Y = (0.116215)X + (-0.00436567)	0.9989	0.5~200	0.014	0.041
129	苯硫磷	Y = (0.0208078)X + (-0.000862546)	0.9991	2~200	0.085	0.259
130	苯醚甲环唑	Y = (0.158463)X + (0.00968258)	0.9988	0.5~200	0.079	0.240
131	茚虫威	Y = (0.00625472)X + (0.000853360)	0.9978	0.5~200	0.071	0.215
132	氟吡甲禾灵	Y = (0.0297634)X + (-0.00129085)	0.9986	0.5~200	0.012	0.037
133	肟菌酯	Y = (0.197587)X + (0.00438362)	0.9969	0.5~200	0.012	0.037
134	丙草胺	Y = (0.130854)X + (-0.00478905)	0.9988	0.5~200	0.036	0.109
135	丙溴磷	Y = (0.00950039)X + (-0.000836209)	0.9958	0.5~200	0.032	0.097
136	精吡氟禾草灵	Y = (0.0322093)X + (0.00192199)	0.9983	0.5~200	0.005	0.015
137	呋线威	Y = (0.0830947)X + (-0.000832066)	0.9992	0.5~200	0.005	0.015
138	胺菊酯	Y = (0.0136805)X + (-0.000213357)	0.9977	0.5~200	0.086	0.261
139	噻嗪酮	Y = (0.178774)X + (-0.00337155)	0.9988	0.5~100	0.007	0.022
140	嘧啶磷	Y = (0.230854)X + (-0.00144221)	0.9959	0.5~100	0.008	0.025
141	丙烯菊酯	Y = (0.00224286)X + (-0.000607295)	0.9984	1~200	0.037	0.113
142	丁草胺	Y = (0.0163092)X + (-0.00268724)	0.9973	0.5~200	0.058	0.174
143	增效醚	Y = (0.310692)X + (-0.00373548)	0.9999	0.5~50	0.013	0.039
144	乙硫磷	Y = (0.0459216)X + (-0.00112365)	0.9997	0.5~200	0.006	0.019
145	灭螨猛	Y = (0.00946778)X + (-0.000884029)	0.9991	5~200	0.155	0.469

146	蝇蚊醚	Y = (0.0436088)X + (-0.00272298)	0.9994	0.5~100	0.016	0.047
147	克螨特	Y = (0.0436088)X + (-0.00272298)	0.9985	0.5~200	0.007	0.022
148	唑螨酯	Y = (0.342880)X + (-0.00421878)	0.9996	0.5~50	0.008	0.024
149	哒螨灵	Y = (0.205135)X + (0.000458842)	0.9975	0.5~100	0.009	0.026
150	氟胺氰菊酯	Y = (0.00217148)X + (-7.99458e-005)	0.998	0.5~200	0.012	0.036
151	醚菊酯	Y = (0.0815944)X + (0.00239759)	0.9981	0.5~200	0.010	0.031
152	抑食肼	Y = (0.00217439)X + (-0.00212373)	0.9951	2~200	0.071	0.214
153	除虫脲	Y = (0.0342957)X + (-0.00300925)	0.9988	0.5~200	0.003	0.008

2.3 精密度实验

对 10 μg/L 的混合标准溶液连续 6 次进样，考察仪器的精密度，保留时间和峰面积的重复性结果如表 4 所示。保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.06~1.19% 和 0.93~8.46% 之间，仪器精密度良好。

表4　保留时间和峰面积重复性结果(n=6)

NO.	名称	RSD% R.T.	RSD% Area	NO.	名称	RSD% R.T.	RSD% Area
1	甲胺磷	1.19	2.36	78	甲氧虫酰肼	0.08	3.84
2	乙酰甲胺磷	0.59	1.90	79	马拉硫磷	0.08	3.27
3	氧乐果	0.50	1.43	80	胺丙畏	0.06	6.64
4	涕灭威亚砜	0.45	1.23	81	稻瘟灵	0.07	0.93
5	涕灭威砜	0.35	2.06	82	灭锈胺	0.08	1.72
6	杀线威	0.35	1.13	83	腈菌唑	0.09	3.30
7	氧甲拌磷	0.06	1.88	84	三唑磷	0.10	1.94
8	氧皮蝇磷	0.15	6.66	85	联苯肼酯	0.15	2.82
9	甲草胺	0.21	3.65	86	除线磷	0.10	4.46
10	倍硫磷	0.21	3.65	87	氯唑磷	0.09	2.39
11	甲基立枯磷	0.14	2.16	88	禾草敌	0.12	4.63
12	烯草酮	0.36	4.48	89	益棉磷	0.14	2.18
13	恶草酮	0.30	4.74	90	灭蚜威	0.10	3.81
14	丙硫磷	0.09	4.95	91	氯苯嘧啶醇	0.12	4.93
15	灭多威	0.21	4.80	92	灭线磷	0.10	3.00
16	噻虫嗪	0.21	2.92	93	敌草胺	0.13	2.13
17	虫螨畏	0.19	2.38	94	乙基对氧磷	0.08	4.12
18	久效磷	0.26	4.97	95	异菌脲	0.11	6.74
19	多菌灵	0.25	3.70	96	腈苯唑	0.13	2.98
20	百治磷	0.19	3.37	97	异丙甲草胺	0.12	1.75
21	吡虫啉	0.15	1.50	98	苯线磷	0.13	1.08
22	噻菌灵	0.15	1.96	99	氟硅唑	0.13	1.71
23	氧倍硫磷砜	0.07	6.80	100	虫酰肼	0.12	3.55
24	速灭磷	0.16	4.79	101	稻丰散	0.13	2.37
25	氧倍硫磷亚砜	0.13	5.22	102	甲基异硫磷	0.17	4.66
26	3-羟基克百威	0.13	5.22	103	喹硫磷	0.11	2.76

27	啶虫脒	0.13	2.02	104	治螟磷	0.13	4.29
28	乐果	0.13	1.84	105	甲苯氟磺胺	0.15	4.13
29	敌百虫	0.14	4.54	106	敌瘟磷	0.11	2.59
30	氧甲拌磷砜	0.12	4.13	107	嘧菌环胺	0.14	3.56
31	甲基对氧磷	0.13	4.44	108	戊唑醇	0.11	1.84
32	噻虫啉	0.10	0.95	109	苯霜灵	0.10	1.79
33	氧丰索磷	0.09	2.02	110	乙嘧硫磷	0.10	1.03
34	三环唑	0.09	2.01	111	毒虫畏	0.12	4.07
35	涕灭威	0.06	9.94	112	蝇毒磷	0.07	2.21
36	恶霜灵	0.08	3.32	113	二嗪磷	0.09	1.29
37	磷胺	0.07	2.28	114	丙环唑	0.10	2.43
38	速灭威	0.07	2.28	115	地虫硫磷	0.10	3.36
39	苯线磷亚砜	0.05	3.03	116	百克敏	0.09	0.92
40	残杀威	0.07	2.47	117	辛硫磷	0.08	4.04
41	马拉氧磷	0.05	1.95	118	咪鲜胺	0.08	1.27
42	克百威	0.07	3.56	119	己唑醇	0.08	1.45
43	苯线磷砜	0.05	4.12	120	双苯三唑醇	0.09	1.74
44	环嗪酮	0.06	1.83	121	异硫磷	0.06	4.81
45	倍硫磷砜	0.05	5.01	122	伏杀硫磷	0.08	3.53
46	嗪草酮	0.08	3.22	123	甲基嘧啶磷	0.07	2.24
47	烯菌灵	0.08	2.32	124	甲拌磷	0.12	2.47
48	倍硫磷亚砜	0.08	3.01	125	乙拌磷	0.06	6.71
49	抗蚜威	0.08	1.59	126	烯唑醇	0.10	3.36
50	敌稗	0.10	4.55	127	氰氟草酯	0.12	8.46
51	甲萘威	0.06	4.40	128	硫线磷	0.12	0.74
52	乙硫苯威	0.06	2.03	129	苯醚甲环唑	0.13	3.04
53	噻唑磷	0.07	3.73	130	苯硫磷	0.05	4.68
54	乙拌磷亚砜	0.06	1.62	131	茚虫威	0.15	3.70
55	乙拌磷砜	0.06	4.47	132	氟吡甲禾灵	0.16	4.03
56	甲拌磷砜	0.05	5.07	133	肟菌酯	0.18	1.26
57	异丙威	0.08	4.56	134	丙草胺	0.20	2.11
58	氧丰索磷砜	0.08	4.76	135	丙溴磷	0.29	4.91
59	丰索磷	0.06	1.46	136	精吡氟禾草灵	0.32	2.71
60	莠去津	0.06	1.76	137	呋线威	0.30	1.91
61	甲霜灵	0.06	1.68	138	胺菊酯	0.31	2.73
62	丰索磷砜	0.11	2.43	139	噻嗪酮	0.31	1.62
63	N-去乙基甲基嘧啶磷	0.08	1.58	140	嘧啶磷	0.31	0.62
64	氯虫苯甲酰胺	0.08	4.30	141	丙烯菊酯	0.29	4.85
65	杀扑磷	0.05	4.00	142	丁草胺	0.32	3.20
66	氧倍硫磷	0.07	3.95	143	增效醚	0.31	1.08
67	保棉磷	0.06	4.25	144	乙硫磷	0.31	1.88
68	密菌酯	0.06	2.17	145	蝇蚊醚	0.30	1.13

69	亚胺硫磷	0.07	3.83	146	灭螨猛	0.05	4.82
70	莠灭净	0.06	1.73	147	克螨特	0.23	1.03
71	内吸磷	0.07	3.70	148	唑螨酯	0.17	1.15
72	甲硫威	0.04	4.42	149	哒螨灵	0.13	1.05
73	二甲吩草胺	0.06	1.77	150	氟胺氰菊酯	0.08	2.57
74	啶酰菌胺	0.08	4.04	151	醚菊酯	0.05	0.7
75	氟担菌宁	0.07	3.12	152	抑食肼	0.09	4.91
76	猛杀威	0.07	4.42	153	除虫脲	0.14	2.46
77	多效唑	0.07	1.37				

2.4 样品加标实验

按照 1.3 中样品制备方法提取净化的空白样品中添加混合标样，加标浓度为 10 μg/kg，进样浓度为 10 μg/L，基质加标样品色谱图如图 2 所示。

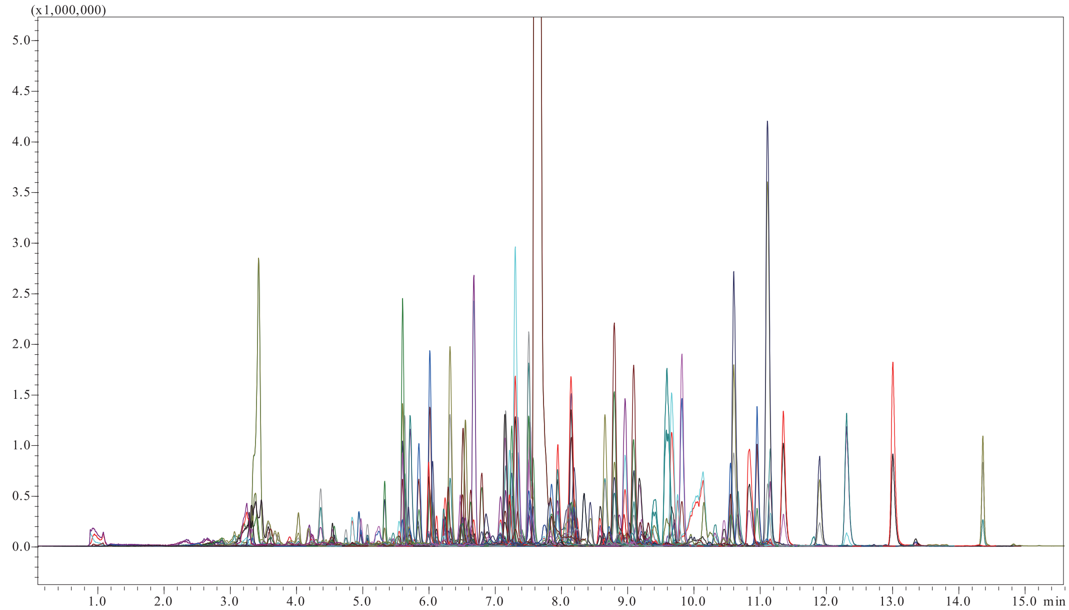

图2　基质加标样品色谱图(进样浓度为10 μg/L)

结论

采用岛津公司 LCMS-8045 三重四极杆液质联用仪分析 2015 版《中国药典》通则 2341 中规定的 153 种农药组分，方法操作简单。该方法在 22 min 内完成 153 种农药的分离，在 0.5~200 μg/L 范围内线性良好校准曲线相关系数均大于 0.995。该方法分析速度快、重复性好、灵敏度高，适合中药中农药的高灵敏度快速检测。