

# GCMS-TQ8050 检测水果蔬菜中 208 种农药残留

## GCMSMS-144

**摘要：**建本文采用岛津公司 GCMS-TQ8050 三重四极杆气相色谱质谱联用仪，结合岛津农残数据库 Smart Pesticides Database，建立了 GB 23200.113-2018 中规定的 208 种农残的检测方法。选取梨与韭菜分别为水果蔬菜代表物，样品经乙腈提取 QuEChERS 方法净化、氮吹、乙酸乙酯复溶后上机分析。在 5~100  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内建立标准曲线，大部分农残线性关系良好，相关系数大于 0.99，检出限低于 5  $\mu\text{g/L}$ ，六次重复进样的相对标准偏差小于 6%。采用岛津技迹 WondaPak QuEChERS 产品对样品进行净化处理，0.04 mg/kg 加标回收计算回收率，除韭菜的溴氰菊酯外，均在 71.71~119.19% 之间。该方法简便快捷，抗干扰能力强，适用于检测水果蔬菜中新国标 GB 23200.113-2018 所规定的 208 种农残的检测。

**关键词：**三重四极杆气相色谱质谱联用仪 农药残留 水果蔬菜

水果蔬菜是人们日常经常性消费的食品，但在其种植过程中为了保证质量与产量往往需要使用农药，因此水果蔬菜的的农药残留一直是大众关心的食品安全重点问题。

目前各检测机构所采用的食品农药的检测方法主要是 GC 法与 GC/MS 法。GC 法结合选择性检测器可以实现某类农残的灵敏检测，但检测种类与数量有限，并且不能准确定性。GC/MS 法可以解决这些问题，但对于复杂基质样品的抗干扰能力不够理想。新近颁布的国标 GB 23200.113-2018 《食品安全国家标准植物源性食品中 208 种农药及其代谢物残留量的测定气相色谱 - 质谱

联用法》是首次采用 GC/MSMS 法检测食品中农残的国家标准，可以很好的实现对复杂基质样品中的多农残检测，但是要想将标准所规定的 208 种农残的检测方法在各检测机构的仪器上建立起来却是一件极其耗费时间与精力的事情。

本文采用岛津技迹 WondaPak QuEChERS 产品对样品进行前处理，使用岛津农残数据库 Smart Pesticides Database 在 GCMS-TQ8050 三重四极杆串联气相色谱质谱仪快速生成 208 种农残的仪器检测方法，实现了水果蔬菜中多农残检测能力的快速建立。

## 实验部分

### 1.1 仪器

GCMS-TQ8050

### 1.2 分析条件

GC-MS/MS 参数：

色谱柱：InertCap-1701, 30 m $\times$ 0.25 mm  
 $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$

柱温程序：40 $^{\circ}\text{C}$  (1 min)\_40 $^{\circ}\text{C}$  /min \_120 $^{\circ}\text{C}$  \_  
5 $^{\circ}\text{C}$  /min \_240 $^{\circ}\text{C}$  \_12 $^{\circ}\text{C}$  /min \_300 $^{\circ}\text{C}$   
(6 min)

进样口温度：280 $^{\circ}\text{C}$

进样方式：不分流 (1.5 min)

高压进样：250 kPa

进样量：1  $\mu\text{L}$

载气：氦气

载气控制方式：恒线速度 (36.1 cm/sec)

离子源温度：280 $^{\circ}\text{C}$

接口温度：280 $^{\circ}\text{C}$

采集模式：MRM

### 1.3 样品前处理

#### 1.3.1 水果（梨）

称取 10 g 样品（精确到 0.01 g），于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 乙腈、QuEChERS 萃取盐包 I（4 g MgSO<sub>4</sub>、1 g 氯化钠、0.5 g 柠檬酸氢二钠、1 g 柠檬酸钠，50 根离心管）及陶瓷均质子 1 颗，盖上离心管盖，剧烈震荡 1 min。4200 r/min 下离心 5 min，取上清液 6 mL 置于净化管 I 中（WondaPak QuEChERS SPE 15 mL PSA 净化管 150 mg PSA、900 mg MgSO<sub>4</sub>），涡旋混匀 1 min。4200r/min 离心 5 min，取上清液 2 mL 于 10 mL 离心管中，350°C 氮吹至近干，加入 20 μL 内标（环氧七氯，浓度为 5 ppm），用乙酸乙酯定容至 1 mL，过 0.22 μm 微孔滤膜，供 GC-MS/MS 分析。

流程图见下图 1。

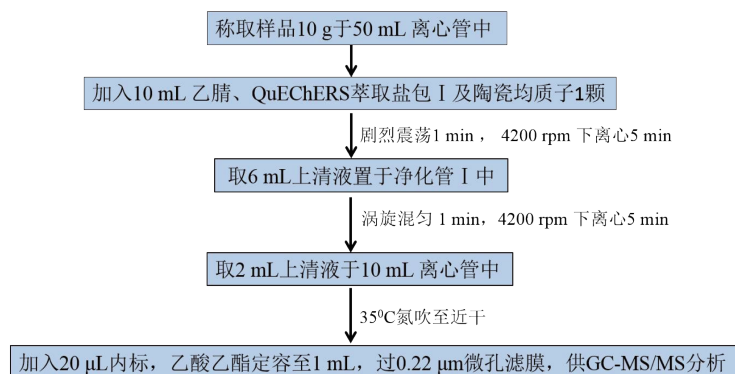


图1-1 样品提取净化流程图

#### 1.3.2 蔬菜（韭菜）

称取 10 g 样品（精确到 0.01 g），于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 乙腈、QuEChERS 萃取盐包 I（货号 5010-050010：4 g MgSO<sub>4</sub>、1 g 氯化钠、0.5 g 柠檬酸氢二钠、1 g 柠檬酸钠，50 根离心管 & 50 包试剂包 /p）及陶瓷均质子 1 颗，盖上离心管盖，剧烈震荡 1 min。4200 r/min 下离心 5 min，取上清液 6 mL 置于净化管 II 中（货号 5010-015023：WondaPak QuEChERS SPE 15 mL PSA/GC-e 净化管 885 mg MgSO<sub>4</sub>、150 mg PSA、15 mg GC-e，50/p），涡旋混匀 1 min。4200 r/min 离心 5 min，取上清液 2 mL 于 10 mL 离心管中，350°C 氮吹至近干，加入 20 μL 内标（环氧七氯 B，浓度为 5 ppm），用乙酸乙酯定容至 1 mL，过 0.22 μm 微孔滤膜，供 GC-MS/MS 分析。流程图见下图 1-2。

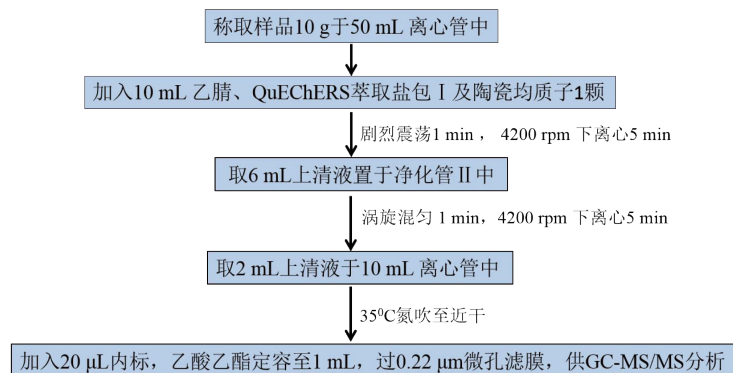


图1-2 样品提取净化流程图

## 结果与讨论

### 2.1 MRM 参数

使用岛津 Smart Pesticides Database 新国标 208 种农残数据库建立 MRM 方法前，需先采集正构烷烃数据，得到正构烷烃的 TIC 图如图 3 所示。

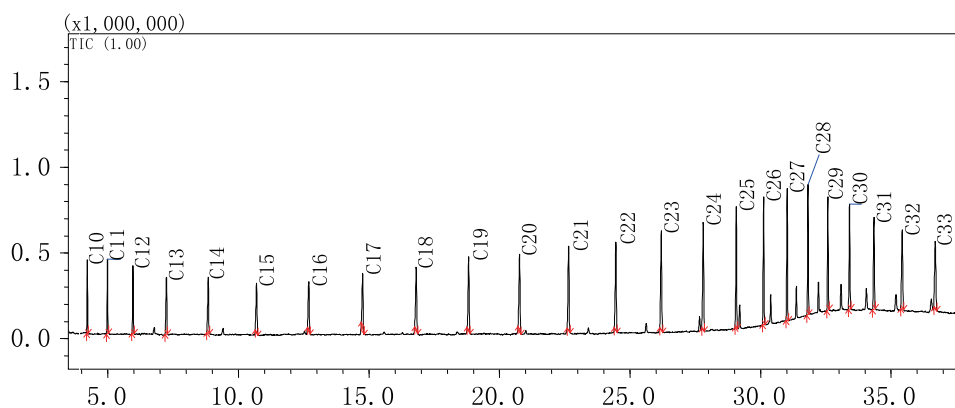


图2 正构烷烃标准TIC谱图

选取数据库中全部 208 种农残，结合正构烷烃数据，生成 MRM 方法，用此方法采集混合农残标液数据，校正保留时间得到最终的 MRM 采集参数如表 1 所示。韭菜基质有一些化合物采用表 2 参数，其他化合物与表 1 相同。

表1 MRM采集参数

序号	农药名称	保留时间(min)	定量离子对	CE	定性离子对	CE
A 组 (103 种)						
1	乙酰甲胺磷	15.902	136.0>94.0	14	94.0>64.0	6
2	乙草胺	22.417	174.1>146.1	12	223.1>132.1	22
3	苯草醚	29.81	212.00>182.10	15	264.00>194.10	18
4	甲草胺	22.826	188.1>160.1	10	188.1>132.1	18
5	烯丙菊酯	25.326	123.00>81.10	8	136.00>93.10	12
6	α-六六六	18.761	180.9>144.9	16	218.9>182.9	8
7	α-硫丹	26.224	194.9>160.0	8	194.9>125.0	24
8	莎稗磷	32.326	226.1>157.0	14	226.1>184.0	6
9	脱乙基莠去津	19.397	187.00>172.10	6	172.00>69.10	18
7	β-硫丹	29.51	194.9>160.0	8	194.9>125.0	24
10	联苯菊酯	30.576	181.1>166.1	12	181.1>179.1	12
11	啶酰菌胺	35.979	140.1>112.1	12	140.1>76.0	24
12	除草定	27.666	204.9>187.9	14	206.9>189.9	16
13	溴苯烯磷	27.646	267.00>159.00	15	269.00>161.00	21
14	溴硫磷	24.708	330.9>315.9	14	328.9>313.9	18
15	溴螨酯	31.251	340.9>182.9	18	340.9>184.9	20
16	乙嘧酚磺酸酯	28.757	273.1>108.1	16	273.1>193.1	8
17	三硫磷	29.884	157.0>45.0	18	341.9>157.0	14
18	虫螨磷	28.533	256.9>239.0	14	256.9>193.0	22

19	环草敌	15.982	154.1>83.1	10	83.1>55.0	10
20	环氟菌胺	28.609	412.1>295.1	8	294.1>237.1	6
21	氯氰菊酯	34.821	163.1>127.1	6	163.1>91.0	14
22	脱叶磷	27.339	202.0>147.0	6	202.0>113.0	20
23	溴氰菊酯	38.574	180.9>151.9	22	252.9>93.0	20
24	除线磷	21.564	279.0>222.9	14	222.9>204.9	14
25	敌草腓	11.614	170.9>136.0	14	170.9>100.0	24
26	敌敌畏	9.089	109.0>79.0	8	185.0>93.0	14
27	氯硝胺	20.714	206.0>176.0	10	176.0>148.0	12
28	三氯杀螨醇	24.533	139.0>111.0	16	139.0>75.0	28
29	乐果	21.898	125.0>47.0	14	125.0>79.0	8
30	敌恶磷	19.606	152.9>96.9	10	185.0>129.0	12
31	灭菌磷	28.063	271.0>243.0	6	299.0>243.0	8
32	敌瘟磷	30.383	173.0>109.0	10	310.0>173.0	14
33	异狄氏剂	28.26	262.9>191.0	30	244.9>173.0	32
34	苯硫磷	31.869	156.9>77.0	24	169.1>77.0	22
35	氟环唑	31.319	192.0>138.0	14	192.0>111.0	26
36	乙丁烯氟灵	17.171	276.0>202.0	18	316.1>276.0	10
37	灭线磷	16.952	200.0>158.0	6	158.0>97.0	18
38	咪唑菌酮	31.994	238.1>103.1	22	268.1>180.1	16
39	氯苯嘧啶醇	33.121	251.0>139.0	14	330.0>139.0	8
40	苯硫威	27.065	160.1>72.0	10	160.1>106.1	12
41	丰索磷	30.38	293.0>125.0	14	293.0>153.0	8
42	倍硫磷	24.577	278.0>109.0	20	278.0>169.0	14
43	氰戊菊酯	36.619	225.1>119.1	20	225.1>147.1	10
44	氟酰胺	29.007	173.0>145.0	14	173.0>95.0	26
45	地虫硫磷	20.131	137.1>109.1	8	246.0>137.1	6
46	安硫磷	24.104	170.0>93.0	8	224.0>125.0	18
47	噻唑磷	26.786	195.0>103.0	10	195.0>60.0	22
48	六氯苯	16.832	283.8>248.8	24	283.8>213.8	28
49	环嗪酮	31.861	171.1>71.0	16	171.1>85.0	16
50	抑霉唑	28.366	215.0>173.0	6	215.0>159.0	6
51	异稻瘟净	21.373	204.0>91.0	8	204.0>122.0	12
52	异柳磷	25.92	213.00>121.00	15	213.00>185.00	6
53	甲基异柳磷	25.582	199.0>121.0	14	241.1>121.1	22
54	异丙威	15.901	136.0>121.0	10	121.0>77.0	22
55	噁唑啉	29.994	177.1>130.1	10	177.1>116.1	12
56	醚菌酯	28.072	206.1>131.1	14	206.1>116.1	6
57	啞菌胺	27.328	222.1>221.1	6	223.1>222.1	10
58	地胺磷	28.512	196.00>140.00	12	196.00>168.00	6
59	甲霜灵	23.497	249.2>190.1	8	206.1>132.1	20
60	虫螨畏	14.176	208.0>180.0	8	240.0>208.0	4
61	甲胺磷	10.723	141.0>95.0	8	141.0>79.0	22

62	异丙甲草胺	24.207	162.1>133.1	16	238.1>162.1	12
63	噻草酮	23.418	198.1>82.0	14	198.1>110.1	10
64	速灭磷	13.328	127.0>109.0	12	192.0>127.0	12
65	禾草敌	14.384	187.1>126.1	6	126.1>55.0	14
66	久效磷	21.446	127.1>109.0	12	127.1>95.0	16
67	2,4'-滴滴滴	28.01	235.0>165.0	24	237.0>165.0	28
67	2,4'-滴滴涕	28.544	235.0>165.0	24	237.0>165.0	28
68	噁草酮	27.982	258.0>175.0	8	302.0>175.0	14
69	乙氧氟草醚	28.939	252.0>196.0	22	361.0>300.0	14
67	4,4'-滴滴滴	29.37	235.0>165.0	24	237.0>165.0	28
67	4,4'-滴滴伊	27.062	246.0>176.0	30	317.9>248.0	24
70	对氧磷	24.656	109.00>91.00	6	148.9>119.0	5
71	甲基对氧磷	22.976	230.0>136.1	8	230.0>106.1	22
72	对硫磷	25.427	291.1>109.0	14	139.0>109.0	8
73	戊菌唑	26.334	248.1>157.1	26	159.1>123.1	22
74	氯菊酯	32.832	183.1>153.1	14	183.1>168.1	14
75	甲拌磷砷	27.305	153.00>97.00	12	153.00>125.00	6
75	甲拌磷亚砷	26.472	153.00>97.00	12	199.00>171.10	6
76	增效醚	29.995	176.1>131.1	12	176.1>117.1	20
77	呱草磷	31.769	320.1>122.1	14	140.1>98.0	12
78	抗蚜威	21.644	238.1>166.1	12	166.1>55.0	20
79	甲基嘧啶磷	23.088	290.1>125.0	22	290.1>233.1	12
80	丙草胺	27.723	262.1>202.1	10	238.1>162.1	10
81	环丙氟灵	19.729	318.00>199.10	18	318.00>55.10	18
82	扑灭津	20.441	229.1>58.0	14	229.1>187.1	6
83	胺丙畏	20.746	236.1>194.0	6	194.0>166.0	8
84	残杀威	17.802	152.1>110.1	8	110.1>64.0	18
85	吡菌磷	32.867	221.1>193.1	12	221.1>149.1	14
86	哒螨灵	33.453	147.1>117.1	22	147.1>132.1	14
87	吡丙醚	31.754	136.1>78.0	20	136.1>96.0	14
88	喹硫磷	26.174	146.1>118.0	10	146.1>91.0	24
89	喹氧灵	29.715	237.1>208.1	28	307.1>237.1	22
90	治螟磷	18.105	322.0>202.0	10	322.0>174.0	18
91	戊唑醇	31.37	250.1>125.1	22	125.1>89.0	18
92	吡螨胺	31.067	333.1>171.1	20	333.1>276.1	8
93	丁基嘧啶磷	20.177	261.1>137.1	18	318.1>152.1	14
94	特丁硫磷	19.607	231.0>128.9	26	231.0>174.9	14
94	特丁硫磷砷	27.304	153.00>97.00	21	199.00>97.00	21
95	三氯杀螨砷	32.288	226.9>199.0	16	355.9>159.0	18
96	胺菊酯	31.27	164.1>107.1	14	164.1>77.0	22
97	禾草丹	23.796	257.1>100.0	8	125.0>89.0	18
98	三唑酮	25.231	208.1>181.0	10	208.1>111.0	22
99	三唑醇	27.407	168.1>70.0	10	128.1>65.0	22

100	野麦畏	19.898	268.1>184.0	20	270.1>186.0	20
101	三唑磷	30.55	161.0>134.0	8	161.0>106.0	14
102	肟菌酯	29.78	222.1>190.1	4	222.1>130.1	12
103	乙烯菌核利	23.157	212.0>172.0	16	285.0>212.0	12
B 组 (105 种)						
104	氟丙菊酯	32.168	289.1>93.0	14	289.1>77.0	26
105	艾氏剂	22.537	262.9>191.0	34	262.9>193.0	28
106	莠灭净	23.168	227.1>185.1	6	227.1>58.0	14
107	阿特拉通	19.471	211.00>169.20	6	211.00>154.10	15
108	莠去津	20.574	215.1>58.0	14	215.1>173.1	6
109	益棉磷	33.557	160.1>132.1	4	132.1>77.0	14
110	氟丁酰草胺	27.248	176.00>91.10	15	221.00>193.00	12
111	苯霜灵	29.98	148.1>105.1	16	148.1>79.1	24
112	乙丁氟灵	17.589	292.1>264.0	8	292.1>160.0	22
6	$\beta$ -六六六	23.118	180.9>144.9	16	218.9>182.9	8
113	甲羧除草醚	32.26	340.9>309.9	10	340.9>188.9	20
114	联苯	10.719	154.1>128.1	22	154.1>115.1	24
115	乙基溴硫磷	25.982	358.9>302.9	16	302.9>284.9	18
116	丁草胺	26.751	176.1>147.1	14	188.1>160.1	12
117	抑草磷	28.029	286.1>202.1	14	200.1>65.0	22
118	克百威	20.545	164.1>149.1	8	149.1>121.1	10
119	氯丹-反式	26.314	374.8>265.9	26	372.8>263.9	28
120	杀螨酯	28.306	175.0>111.0	12	175.0>75.0	28
121	毒虫畏	25.545	323.0>267.0	16	267.0>159.0	18
122	乙酯杀螨醇	28.924	139.0>111.0	16	251.0>139.0	14
123	氯苯甲醚	14.003	206.0>141.0	20	193.0>113.0	18
124	氯苯胺灵	18.189	127.1>65.0	22	213.1>171.1	6
125	毒死蜱	23.692	196.9>168.9	14	313.9>257.9	14
126	甲基毒死蜱	22.143	285.9>93.0	22	287.9>93.0	22
127	异噁草酮	19.821	204.1>107.0	20	204.1>78.0	26
128	蝇毒磷	34.893	362.0>109.0	16	362.0>226.0	14
129	氟氯氟菊酯	34.492	226.1>206.1	14	198.9>170.1	25
130	环丙唑醇	29.851	139.1>111.1	16	222.1>125.1	24
131	噻菌环胺	25.002	224.1>208.1	16	224.1>197.1	22
6	$\delta$ -六六六	24.094	180.9>144.9	16	218.9>182.9	8
132	敌草净	22.552	213.00>171.10	6	213.00>58.10	18
133	二嗪磷	19.689	304.1>179.1	10	179.1>137.1	18
134	禾草灵	30.368	340.0>253.0	14	253.0>162.0	22
135	百治磷	19.755	127.1>109.0	12	127.1>95.0	18
136	狄氏剂	27.54	276.9>241.0	8	262.9>193.0	34
137	苯醚甲环唑	38.139	323.0>265.0	14	265.0>202.0	20
138	烯唑醇	29.674	268.0>232.0	12	270.0>234.0	10
139	二苯胺	17.132	169.1>66.0	24	167.1>139.1	28

140	异丙净	23.891	255.00>222.20	9	255.00>180.20	18
141	硫草敌	7.394	100.00>72.10	6	161.00>100.10	9
142	乙硫磷	29.408	153.0>97.0	14	230.9>129.0	24
143	乙氧呋草黄	24.934	207.1>161.1	8	207.1>137.1	12
144	乙螨唑	31.225	359.1>187.1	14	359.1>340.1	12
145	土菌灵	12.269	210.9>182.9	10	182.9>139.9	18
146	乙噻硫磷	20.578	181.1>153.1	10	292.1>181.1	8
147	伐灭磷	31.338	218.0>109.0	16	218.0>79.0	24
148	腈苯唑	36.11	198.1>129.1	10	129.1>102.1	18
149	杀螟硫磷	24.708	277.0>260.0	6	277.0>109.1	14
150	仲丁威	17.261	121.1>77.0	20	150.1>121.1	10
151	甲氰菊酯	31.444	181.1>152.1	22	265.1>210.1	12
42	倍硫磷砒	30.87	310.00>105.20	12	310.00>109.00	21
42	倍硫磷亚砒	30.519	278.00>108.90	18	278.00>125.10	24
152	氟虫腈	29.567	366.9>212.9	30	368.9>214.9	30
153	吡氟禾草灵	28.329	282.00>91.10	18	282.00>238.10	18
154	氟氰戊菊酯	35.482	199.1>157.1	10	157.1>107.1	12
155	咯菌腈	30.974	248.0>127.0	26	248.0>154.0	20
156	三氟硝草醚	29.468	190.00>126.00	12	190.00>75.00	21
157	氟啶唑	34.054	340.0>298.0	20	340.0>313.0	14
158	氟胺氰菊酯	37.252	250.1>55.0	20	250.1>200.0	20
6	γ-六六六	20.437	180.9>144.9	16	218.9>182.9	8
159	己唑醇	28.014	214.0>159.0	20	214.0>172.0	20
160	异菌脲	31.225	314.0>245.0	12	314.0>56.0	22
161	氯唑磷	21.479	257.0>162.0	8	257.0>119.0	18
162	水胺硫磷	26.046	289.1>136.0	14	230.0>212.0	10
163	氧异柳磷	25.218	229.1>201.0	10	201.0>121.0	20
164	稻瘟灵	28.593	231.1>189.0	10	290.1>118.0	14
165	高效氯氟氰菊酯	32.425	208.0>181.0	8	197.0>141.0	12
166	溴苯腈	31.859	376.9>361.9	24	374.9>359.9	24
167	马拉氧磷	23.672	126.9>99.0	10	268.0>126.9	10
168	马拉硫磷	24.493	173.1>99.0	14	173.1>127.0	6
169	苯噻酰草胺	32.939	192.0>136.0	14	192.0>109.0	24
170	杀扑磷	27.684	145.0>85.0	8	145.0>58.0	14
171	烯虫酯	24.632	153.0>111.0	5	111.1>55.0	18
172	甲氧滴滴涕	31.215	227.1>169.1	24	227.1>212.1	14
173	绿谷隆	21.034	214>61	10	126>99	15
174	腈菌唑	29.741	179.1>125.0	14	179.1>152.0	8
175	二溴磷	17.8	109.0>79.0	8	144.9>109.0	15
176	敌草胺	27.917	128.00>72.10	6	100.0>72.0	8
177	除草醚	29.155	202.0>139.0	24	282.9>253.0	12
67	2,4'-滴滴伊	25.803	246.0>176.0	30	248.0>176.0	28
178	氧乐果	19.163	156.0>110.0	8	110.0>79.0	10

179	噁霜灵	31.141	163.1>132.1	8	132.1>117.1	18
67	4,4'-滴滴涕	29.858	235.0>165.0	24	237.0>165.0	28
180	多效唑	28.246	236.1>125.0	14	236.1>167.0	10
181	甲基对硫磷	23.932	263.0>109.0	14	125.0>47.0	12
182	二甲戊灵	25.469	252.1>162.1	10	252.1>191.1	8
183	五氯苯胺	21.683	262.80>191.90	21	264.80>193.90	21
184	五氯硝基苯	19.081	264.8>236.8	10	294.8>236.8	16
75	甲拌磷	18.117	260.0>75.0	8	231.0>129.0	24
185	伏杀硫磷	32.715	182.0>111.0	14	182.0>138.0	8
186	硫环磷	28.621	255.0>227.0	6	255.0>140.0	22
187	亚胺硫磷	32.174	160.0>77.0	24	160.0>133.0	14
188	磷胺	23.671	127.1>109.1	12	127.1>95.1	18
189	噻啉磷	24.375	304>168	10	318>166	15
190	腐霉利	27.395	283.0>96.0	10	285.0>96.0	10
191	丙溴磷	27.759	338.9>268.9	18	336.9>266.9	14
192	扑草净	23.02	226.1>184.1	10	241.2>184.1	12
193	炔苯酰草胺	21.406	172.9>144.9	16	172.9>109.0	26
194	敌稗	25.658	217.0>161.0	10	160.9>99.0	24
195	丙环唑	30.257	173.0>145.0	16	259.0>69.0	14
196	丙硫磷	27.085	266.9>238.9	10	309.0>238.9	14
197	哒嗪硫磷	31.829	340.0>199.1	8	199.1>92.0	16
198	噻霉胺	20.151	198.1>183.1	14	198.1>118.1	28
199	皮蝇磷	22.596	284.9>269.9	16	286.9>271.9	18
200	西玛津	20.673	201.1>173.1	6	201.1>186.1	6
201	四氯硝基苯	15.757	260.9>202.9	14	202.9>142.9	22
202	特丁津	20.86	229.1>173.1	6	214.1>71.0	16
203	特丁净	23.547	241.2>185.1	6	241.2>170.1	14
204	杀虫畏	27.351	328.9>109.0	20	330.9>109.0	22
205	四氟醚唑	26.42	336.0>204.0	28	336.0>218.0	14
206	虫线磷	16.628	143.00>79.10	12	175.00>79.10	12
207	甲基立枯磷	22.734	264.9>249.9	14	264.9>93.0	24
208	毒壤磷	24.002	297.00>269.00	15	299.00>271.00	15
内标						
1	环氧七氯	25.118	352.8>262.9	14	354.8>264.9	20

表注：此表化合物编号按照 GB 23200.113-2018 国标编号排序（按照英文名字母排序），其中相同类别化合物统一编号（如所有六六六同分异构体统一编号为 6），所以总共为 208 个编号，其中 A 组 103 类，B 组 105 类。如果将类似六六六这种结构异构的化合物分别编号，则总共有 222 个编号，A 组 109 个，B 组 113 个。

表2 韭菜基质特殊离子对

序号	农药名称	定量离子对	CE	定性离子对	CE
5	烯丙菊酯	136.00> 93.10	12	123.00>81.10	8
26	敌敌畏	185.00> 93.00	14	109.00>79.00	8
30	敌恶磷	185.00>129.00	12	152.90>96.90	10
42	倍硫磷	278.00>169.00	14	278.00>109.00	20
45	地虫硫磷	246.00>137.10	6	137.10>109.10	8
141	硫草敌	161.00>100.10	9	100.00>72.10	6

## 2.2 标准溶液色谱图

50  $\mu\text{g/L}$  的混合农药标准溶液 MRM 图如图 3-1/3-2/3-3/3-4 所示，其中 3-1/3-2/ 为梨基质标液，3-3/3-4 为韭菜基质标液。

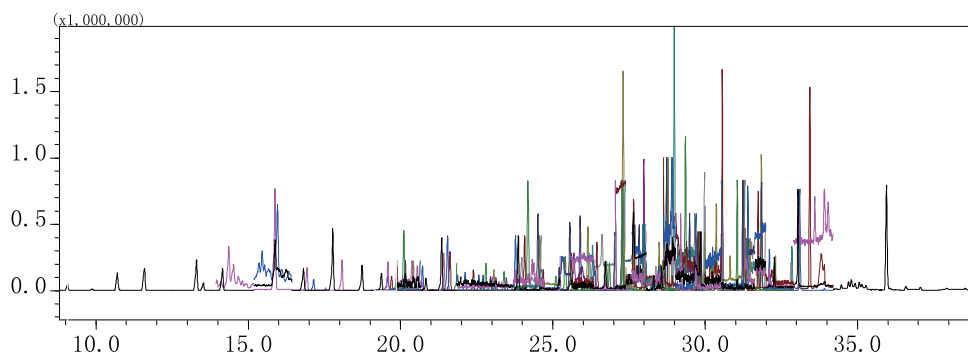


图3-1 梨基质109种农药总离子流色谱图

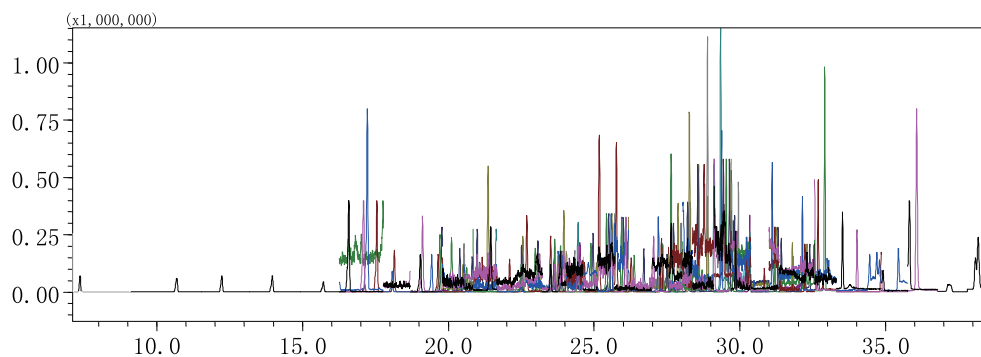


图3-2 梨基质113种农药总离子流色谱图

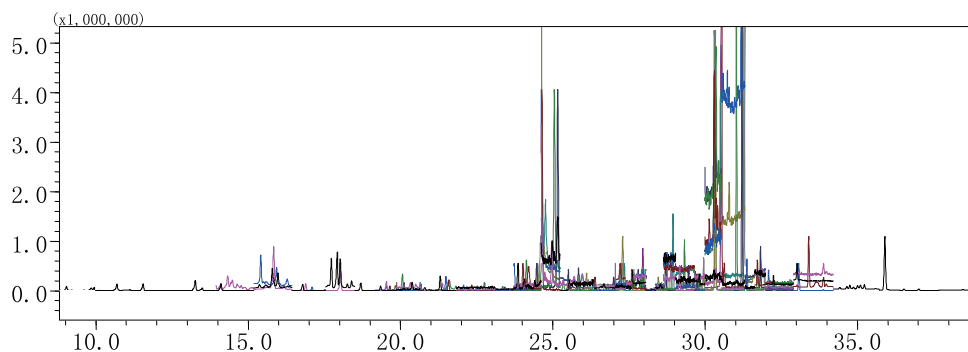


图3-3 韭菜基质109种农药总离子流色谱图

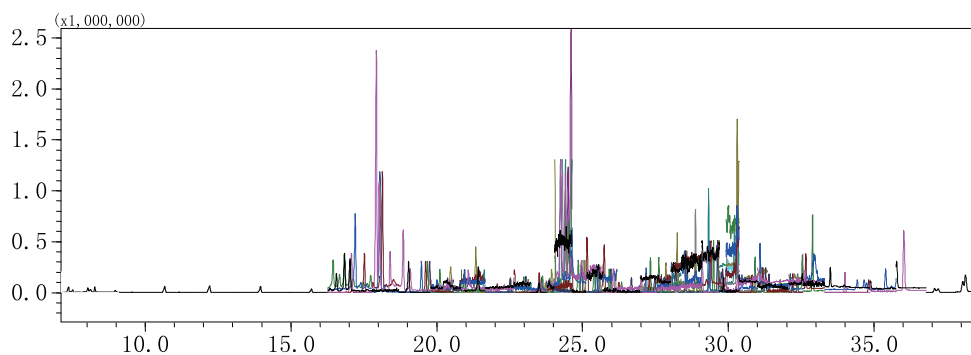


图3-4 韭菜基质113种农残

### 2.3 标准曲线

称取 10 g 空白样品（精确到 0.01 g），按照 1.3 的方法处理至“氮吹至近干”，加入 20  $\mu\text{L}$  内标（环氧七氯，浓度为 5 ppm），以及相应量的 208 种农残的混合标样，用乙酸乙酯定容至 1 mL，分别配制浓度为 5、10、20、50、80 和 100  $\mu\text{g/L}$  的 208 种混合农药基质添加的标准溶液，过 0.22  $\mu\text{m}$  微孔滤膜，供 GC-MS/MS 分析。

以浓度比作为横坐标，峰面积比作为纵坐标，绘制标准曲线并计算最低检测限（LOD）。峰面积的重复性以 50  $\mu\text{g/L}$  的标准样品连续进样 6 次，计算其相对标准偏差（RSD）。因篇幅所限，部分农药标准曲线和 MRM 质量色谱图如图 3 所示。各农药标准曲线的相关系数、最低检出限（LOD）及峰面积的 RSD 值见表 3-1/3-2。

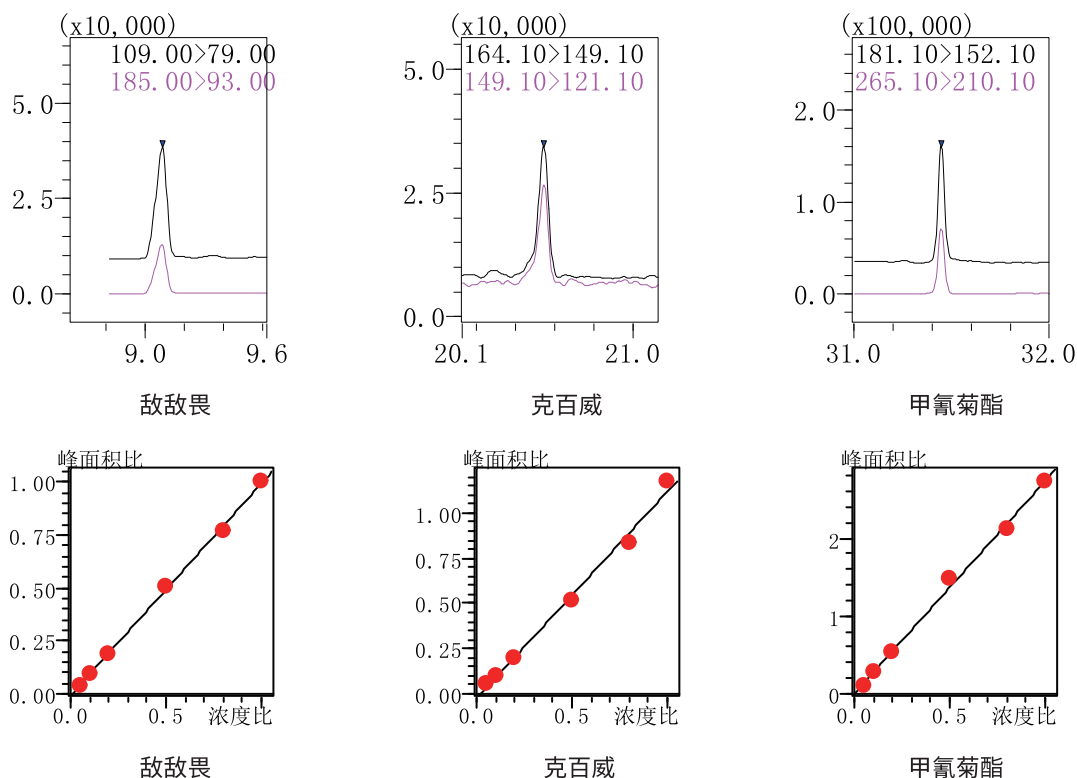


图4-1 梨基质中部分农药的标准曲线及质量色谱图

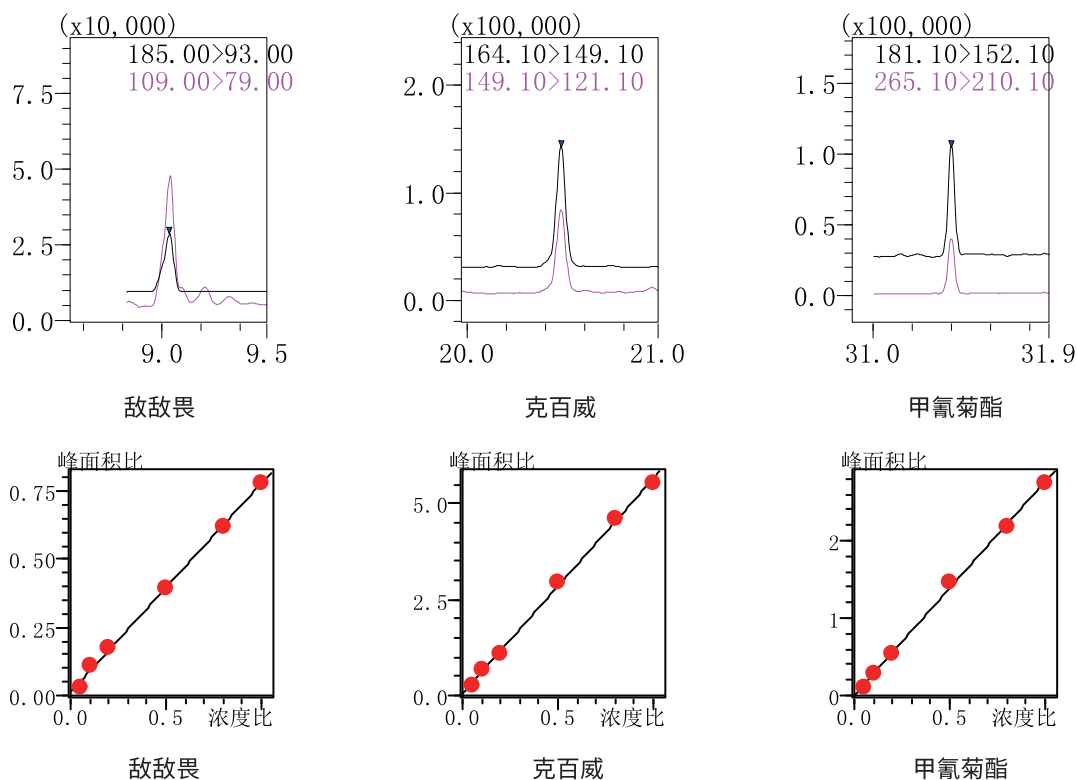


图4-2 韭菜基质中部分农药的标准曲线及质量色谱图

表3-1 梨基质中各农药标准曲线相关系数、最低检出限 (LOD) 及峰面积的RSD (%)

No.	化合物名称	相关系数 R2	LOD (µg/L)	RSD% (n=6)	No.	化合物名称	相关系数 R2	LOD (µg/L)	RSD% (n=6)
A 组 109 种					B 组 113 种				
1	敌敌畏	0.9989	2.300	2.28	1	硫草敌	0.9966	0.703	1.76
2	甲胺磷	0.9996	0.076	1.54	2	联苯	0.9968	0.383	1.27
3	敌草腈	0.9991	0.017	1.03	3	土菌灵	0.9955	0.209	1.10
4	速灭磷-1	0.9998	0.103	1.39	4	氯苯甲醚	0.9961	0.041	1.62
5	速灭磷-2	0.9997	0.486	1.32	5	四氯硝基苯	0.9972	0.141	1.59
6	虫螨畏	0.9989	0.216	1.67	6	虫线磷	0.9970	0.216	2.35
7	禾草敌	0.9986	0.042	2.21	7	二苯胺	0.9973	0.209	2.15
8	乙酰甲胺磷	0.9989	1.908	1.98	8	仲丁威	0.9988	0.924	1.55
9	异丙威	0.9994	0.142	0.98	9	氟草胺 (乙丁氟灵)	0.9978	0.131	2.10
10	草灭特 (环草敌)	0.9995	1.880	1.21	10	二溴磷	0.9525	20.921	2.99
11	六氯苯	0.9990	0.205	1.29	11	甲拌磷	0.9974	0.041	2.41
12	灭线磷	0.9989	0.088	1.73	12	氯苯胺灵	0.9980	0.145	1.79
13	乙丁烯氟灵	0.9996	0.094	1.57	13	五氯硝基苯	0.9968	0.723	3.10

14	残杀威	0.9969	0.340	2.14	14	氧乐果	0.9982	0.114	2.14
15	治螟磷	0.9991	0.019	1.00	15	阿特拉通	0.9959	0.346	2.02
16	alpha-六六六	0.9993	1.116	1.33	16	二嗪磷	0.9969	0.015	2.80
17	脱乙基阿特拉津 (脱乙基莠去津)	0.9992	0.260	1.43	17	百治磷	0.9985	0.250	1.43
18	特丁硫磷	0.9987	0.070	2.02	18	异噁草酮	0.9980	0.359	1.83
19	敌恶磷	0.9974	1.847	1.76	19	噻霉胺	0.9976	0.479	2.21
20	环丙氟灵	0.9993	0.031	2.11	20	gamma-六六六	0.9974	0.126	1.96
21	野麦畏	0.9990	0.008	2.27	21	克百威	0.9916	2.683	2.22
22	地虫硫磷	0.9993	0.538	1.18	22	乙噻硫磷	0.9973	0.497	1.33
23	噻丙磷 (丁基噻啉磷)	0.9996	0.132	2.20	23	莠去津	0.9977	0.198	2.27
24	扑灭津	0.9994	0.019	2.26	24	西玛津	0.9972	0.492	2.21
25	氯硝胺	0.9994	0.265	1.34	25	特丁津	0.9978	0.213	2.40
26	胺丙畏	0.9995	0.220	1.25	26	氯谷隆	0.9980	0.180	3.14
27	异稻瘟净	0.9992	0.074	1.54	27	炔苯酰草胺	0.9977	0.134	2.29
28	久效磷	0.9993	0.713	1.19	28	氯唑磷	0.9916	0.113	2.41
29	除线磷	0.9997	0.061	1.74	29	五氯苯胺	0.9980	0.933	4.51
30	抗蚜威	0.9993	0.051	1.79	30	甲基毒死蜱	0.9995	0.183	1.36
31	乐果	0.9990	0.204	1.94	31	艾氏剂	0.9951	0.707	4.56
32	乙草胺	0.9998	0.460	1.89	32	敌草净	0.9977	0.339	3.81
33	甲草胺	0.9989	0.525	1.69	33	皮蝇磷	0.9975	0.166	2.10
34	甲基对氧磷	0.9998	0.350	2.44	34	甲基立枯磷	0.9953	0.249	2.53
35	甲基噻啉磷	0.9987	0.020	2.17	35	扑草净	0.9988	0.293	2.53
36	乙烯菌核利	0.9994	0.044	2.87	36	beta-六六六	0.9954	0.160	3.31
37	噻草酮	0.9989	0.146	1.62	37	莠灭净	0.9997	0.911	1.90
38	甲霜灵	0.9992	0.151	0.75	38	去草净 (特丁净)	0.9963	0.334	1.74
39	禾草丹	0.9996	0.040	2.17	39	毒死蜱	0.9975	0.437	1.17
40	安硫磷	0.9984	0.434	3.17	40	马拉氧磷	0.9989	0.784	2.69
41	异丙甲草胺	0.9993	0.217	1.43	41	磷胺-1	0.9957	1.178	2.20
42	三氯杀螨醇 分解物	0.9992	0.186	1.46	42	磷胺-2	0.9983	0.741	2.62
43	倍硫磷	0.9994	0.103	1.60	43	异丙净	0.9968	0.008	2.39
44	对氧磷	0.9985	5.183	1.75	44	甲基对硫磷	0.9984	0.552	3.05
45	溴硫磷	0.9991	0.282	1.41	45	毒壤磷	0.9963	0.089	2.47
46	环氧七氯 (exo)	-	-	-	46	delta-六六六	0.9989	0.128	1.60
47	三唑酮	0.9989	0.163	1.32	47	乙基虫螨磷/噻啉 磷	0.9993	0.036	3.12
48	生物烯丙菊酯-1	0.9940	8.777	5.29	48	马拉硫磷	0.9970	0.077	3.53
49	生物烯丙菊酯-2	0.9979	8.329	4.54	49	烯虫酯	0.9982	1.385	2.16
50	对硫磷	0.9997	0.502	1.69	50	杀螟硫磷	0.9959	0.206	1.54
51	甲基异柳磷	0.9992	0.153	1.68	51	灭草松 (乙氧呋草黄)	0.9961	0.557	0.98

52	异柳磷	0.9992	0.069	1.65	52	噁菌环胺	0.9990	0.231	1.95
53	喹硫磷	0.9988	0.143	1.10	53	环氧七氯 (exo)	-	-	-
54	alpha-硫丹	0.9956	0.406	1.82	54	氧异柳磷	0.9985	0.128	2.43
55	戊菌唑	0.9993	0.011	1.44	55	二甲戊灵	0.9971	0.030	2.47
56	甲拌磷亚砷	0.9986	0.658	1.63	56	(E)-毒虫畏	0.9922	3.722	3.92
57	噻唑磷-1	0.9993	0.340	3.93	57	敌稗	0.9966	0.561	1.90
58	噻唑磷-2	0.9989	0.371	1.34	58	o,p'-DDE	0.9985	0.061	2.62
59	p,p'-DDE	0.9998	0.125	1.56	59	乙基溴硫磷	0.9987	0.083	1.25
60	苯硫威	0.9995	0.045	1.56	60	水胺硫磷	0.9956	1.162	4.24
61	除草定	-	-	-	61	(Z)-毒虫畏	0.9982	0.180	2.14
62	特丁硫磷砷	0.9994	0.441	1.89	62	反-氯丹	0.9960	0.149	2.84
63	甲拌磷砷	0.9997	0.553	1.35	63	四氟醚唑	0.9960	0.249	2.44
64	噁菌胺	0.9995	1.789	1.61	64	丁草胺	0.9986	0.608	4.29
65	脱叶磷	0.9988	0.251	2.33	65	丙硫磷	0.9981	0.672	1.11
66	三唑醇-1	0.9974	1.554	2.21	66	氟丁酰草胺	0.9990	0.178	2.69
67	溴苯烯磷	0.9999	0.068	1.43	67	杀虫威	0.9987	0.138	2.27
68	丙草胺	0.9990	0.075	1.26	68	腐霉利	0.9993	0.111	1.74
69	三唑醇-2	0.9940	6.649	5.63	69	狄氏剂	0.9956	0.069	2.89
70	噁草酮	0.9997	0.086	1.58	70	杀扑磷	0.9995	0.048	1.79
71	o,p'-DDD	0.9986	0.145	1.80	71	丙溴磷	0.9966	0.249	1.79
72	醚菌酯	0.9996	0.309	1.84	72	萘丙酰草胺 (敌草胺)	0.9992	0.494	1.19
73	灭菌磷	0.9997	0.475	2.25	73	己唑醇	0.9993	0.426	2.54
74	异狄氏剂	0.9991	3.134	2.49	74	抑草磷	0.9978	0.154	2.21
75	抑霉唑	0.9986	1.264	1.08	75	多效唑	0.9974	0.033	1.78
76	虫螨磷-1	0.9948	2.322	6.23	76	杀螨酯	0.9989	0.119	1.66
77	o,p'-DDT	0.9603	0.904	2.88	77	吡氟禾草灵	0.9974	0.074	2.68
78	地胺磷	0.9990	0.133	1.04	78	稻瘟灵	0.9991	0.230	2.16
79	环氟菌胺	0.9993	0.098	2.92	79	硫环磷	0.9992	2.448	3.91
80	乙噁酚磺酸酯	0.9993	0.343	1.62	80	乙酯杀螨醇	0.9984	0.112	2.11
81	虫螨磷-2	0.9991	0.223	1.49	81	除草醚	0.9992	0.461	2.53
82	乙氧氟草醚	0.9988	0.936	3.08	82	乙硫磷	0.9986	0.667	1.80
83	氟酰胺	0.9992	0.137	1.35	83	三氟硝草醚	0.9939	0.574	2.35
84	虫螨磷-3	0.9992	0.260	1.28	84	氟虫腈	0.9997	0.061	4.21
85	p,p'-DDD	0.9988	0.166	2.85	85	烯唑醇	0.9985	0.035	1.67
86	beta-硫丹	0.9999	0.205	3.03	86	腈菌唑	0.9987	0.057	1.87
87	喹氧灵	0.9998	0.050	1.99	87	环唑醇-1 (环丙唑醇-1)	0.9987	0.764	2.46
88	肟菌酯	0.9996	0.178	2.09	88	p,p'-DDT	0.9157	4.631	1.91
89	苯草醚	0.9972	1.079	2.35	89	环唑醇-2 (环丙唑醇-2)	0.9985	0.080	1.34
90	三硫磷	0.9993	0.498	1.56	90	2,4'-甲氧滴滴涕	-	-	-
91	异唑磷 (噁唑磷)	0.9985	3.318	3.85	91	苯霜灵	0.9980	1.429	1.36

92	增效醚	0.9998	0.446	1.72	92	丙环唑-1	0.9958	0.923	1.81
93	敌瘟磷	0.9997	0.053	1.67	93	禾草灵	0.9987	0.150	2.04
94	丰索磷	0.9990	0.139	1.78	94	丙环唑-2	0.9982	0.734	1.48
95	三唑磷	0.9993	1.003	1.09	95	倍硫磷亚砷	0.9935	1.387	3.17
96	联苯菊酯	0.9996	0.081	1.46	96	倍硫磷砷	0.9982	0.037	2.03
97	吡螨胺	0.9995	0.005	1.19	97	咯菌腈	0.9939	0.773	7.34
98	溴螨酯	0.9996	0.112	1.07	98	噁霜灵	0.9981	0.374	1.79
99	胺菊酯-1	0.9990	2.305	1.99	99	异菌脲	0.9941	26.834	5.71
100	氟环唑	0.9994	0.173	1.51	100	乙螨唑	0.9969	0.061	2.13
101	戊唑醇	0.9998	0.084	1.43	101	伐灭磷	0.9988	0.381	2.23
102	胺菊酯-2	0.9997	0.528	1.25	102	甲氰菊酯	0.9963	0.882	1.64
103	吡丙醚	0.9995	0.475	1.74	103	哒嗪硫磷	0.9990	0.072	2.48
104	呱草磷	0.9993	0.103	1.52	104	溴苯磷	0.9978	0.363	3.09
105	苯硫磷	0.9967	0.904	2.84	105	亚胺硫磷	0.9992	0.435	1.53
106	环嗪酮	0.9997	0.058	1.81	106	氟萘禾草灵 (甲酸除草醚)	0.9917	0.431	2.72
107	咪唑菌酮	0.9995	0.287	1.27	107	氯氟氰菊酯-1	0.9986	2.074	3.98
108	三氯杀螨砒	0.9983	0.718	2.23	108	氟丙菊酯-1	0.9928	2.814	3.79
109	莎稗磷	0.9997	0.282	1.63	109	氟丙菊酯-2	0.9988	0.861	3.12
110	氯菊酯-1	0.9994	0.786	2.24	110	氯氟氰菊酯-2	0.9984	0.505	4.05
111	定菌磷(吡菌磷)	0.9994	0.759	2.05	111	伏杀硫磷	0.9986	0.242	1.66
112	氯菊酯-2	0.9994	0.745	1.43	112	苯噻酰草胺	0.9987	0.154	1.65
113	氯苯嘧啶醇	0.9996	0.063	1.45	113	乙基谷硫磷 (益棉磷)	0.9973	2.681	2.20
114	哒螨灵	0.9998	0.269	1.35	114	氟啶唑	0.9983	0.165	1.61
115	氯氟菊酯-1	0.9985	1.407	1.48	115	氟氯氰菊酯-1	0.9973	2.033	2.56
116	氯氟菊酯-2	0.9989	0.361	2.48	116	氟氯氰菊酯-2	0.9971	2.424	5.02
117	氯氟菊酯-3	0.9948	0.651	3.01	117	氟氯氰菊酯-3	0.9945	2.199	6.57
118	氯氟菊酯-4	0.9974	0.460	3.31	118	蝇毒磷	0.9979	0.192	2.11
119	啶酰菌胺	0.9992	0.326	2.45	119	氟氯氰菊酯-4	0.9945	1.677	2.50
120	氟戊菊酯-1	0.9989	2.251	2.83	120	氟氟戊菊酯-1	0.9968	1.395	2.66
121	氟戊菊酯-2	0.9978	1.131	3.56	121	氟氟戊菊酯-2	0.9949	0.515	2.14
122	溴氟菊酯-1	0.9972	11.728	2.20	122	腈苯唑	0.9981	0.102	2.10
123	溴氟菊酯-2	0.9983	6.148	4.48	123	氟胺氰菊酯-1	0.9987	0.534	1.00
					124	氟胺氰菊酯-2	0.9987	0.534	1.17
					125	苯醚甲环唑-1	0.9947	1.226	2.67
					126	苯醚甲环唑-2	0.9933	0.756	1.79

表注：梨基质中除草定没有响应

图3-2 韭菜基质中各农药标准曲线相关系数、最低检出限 (LOD) 及峰面积的RSD (%)

No.	化合物名称	相关系数 R2	LOD (µg/L)	RSD% (n=6)	No.	化合物名称	相关系数 R2	LOD (µg/L)	RSD% (n=6)
A 组 109 种					B 组 113 种				
1	敌敌畏	0.9979	0.219	1.25	1	硫草敌	0.9971	1.489	1.92
2	甲胺磷	0.9970	1.033	0.69	2	联苯	0.9958	0.295	1.38
3	敌草腈	0.9953	0.071	0.81	3	土菌灵	0.9954	0.224	2.57
4	速灭磷-1	0.9967	0.509	0.84	4	氯苯甲醚	0.9964	0.220	1.45
5	速灭磷-2	0.9956	1.855	1.12	5	四氯硝基苯	0.9970	0.130	1.72
6	虫螨畏	0.9967	0.189	0.74	6	虫线磷	0.9944	2.537	4.74
7	禾草敌	0.9968	0.099	0.83	7	二苯胺	0.9961	0.817	1.98
8	乙酰甲胺磷	0.9950	1.304	2.73	8	仲丁威	0.9967	0.994	1.85
9	异丙威	0.9969	0.564	1.14	9	氟草胺(乙丁氟灵)	0.9923	0.105	3.02
10	草灭特 (环草敌)	0.9966	1.474	1.76	10	二溴磷	-	-	-
11	六氯苯	0.9969	0.148	0.62	11	甲拌磷	0.9958	0.078	1.00
12	灭线磷	0.9970	0.530	0.68	12	氯苯胺灵	0.9963	4.736	1.26
13	乙丁烯氟灵	0.9950	0.137	0.71	13	五氯硝基苯	0.9953	0.689	1.57
14	残杀威	0.9974	3.527	1.03	14	氧乐果	0.9924	0.989	2.81
15	治螟磷	0.9974	0.032	1.20	15	阿特拉通	0.9983	0.648	1.56
16	alpha-六六六	0.9965	1.600	0.69	16	二嗪磷	0.9948	0.044	1.17
17	脱乙基阿特拉津 (脱乙基莠去津)	0.9960	1.014	0.90	17	百治磷	0.9985	0.603	1.58
18	特丁硫磷	0.9979	0.106	0.74	18	异噁草酮	0.9979	0.252	2.50
19	敌恶磷	0.9921	5.125	4.22	19	啉霉胺	0.9987	0.724	0.95
20	环丙氟灵	0.9971	0.050	1.88	20	gamma-六六六	0.9971	0.972	0.99
21	野麦畏	0.9969	0.055	1.13	21	克百威	0.9974	1.395	2.68
22	地虫硫磷	0.9963	0.079	1.04	22	乙啉硫磷	0.9989	1.011	2.80
23	啉丙磷(丁基啉 啉磷)	0.9966	0.190	1.65	23	莠去津	0.9959	0.609	1.33
24	扑灭津	0.9960	0.318	1.53	24	西玛津	0.9974	1.180	2.99
25	氯硝胺	0.9987	0.515	1.02	25	特丁津	0.9996	0.654	4.69
26	胺丙畏	0.9989	0.382	0.50	26	氯谷隆	0.9955	0.629	1.91
27	异稻瘟净	0.9971	0.138	1.60	27	炔苯酰草胺	0.9986	0.355	2.07
28	久效磷	0.9945	1.063	6.71	28	氯唑磷	0.9992	0.492	4.07
29	除线磷	0.9978	0.054	0.90	29	五氯苯胺	0.9972	0.614	2.05
30	抗蚜威	0.9971	0.144	1.17	30	甲基毒死蜱	0.9967	0.363	1.60
31	乐果	0.9975	0.978	1.40	31	艾氏剂	0.9972	0.698	1.65
32	乙草胺	0.9974	0.725	1.46	32	敌草净	0.9971	0.898	2.26
33	甲草胺	0.9973	0.673	1.19	33	皮蝇磷	0.9969	0.352	2.88
34	甲基对氧磷	0.9959	1.674	6.52	34	甲基立枯磷	0.9976	0.466	2.08

35	甲基嘧啶磷	0.9980	0.021	1.38	35	扑草净	0.9980	0.715	2.21
36	乙烯菌核利	0.9980	0.368	2.86	36	beta-六六六	0.9970	3.593	1.97
37	噻草酮	0.9989	0.469	1.04	37	莠灭净	0.9980	0.383	0.92
38	甲霜灵	0.9983	0.399	1.84	38	去草净(特丁净)	0.9964	0.486	2.26
39	禾草丹	0.9971	0.173	1.10	39	毒死蜱	0.9974	1.657	1.07
40	安硫磷	0.9969	2.853	3.44	40	马拉氧磷	0.9993	2.230	2.64
41	异丙甲草胺	0.9971	0.255	0.47	41	磷胺-1	0.9950	2.111	6.11
42	三氯杀螨醇 分解物	0.8693	0.657	6.48	42	磷胺-2	0.9947	1.120	7.92
43	倍硫磷	0.9987	0.423	3.17	43	异丙净	0.9967	0.151	1.75
44	对氧磷	0.9917	3.403	2.51	44	甲基对硫磷	0.9977	0.703	1.76
45	溴硫磷	0.9979	0.204	1.82	45	毒壤磷	0.9972	0.162	1.97
46	环氧七氯(exo)	-	-	-	46	delta-六六六	0.9971	1.193	2.62
47	三唑酮	0.9982	0.472	1.65	47	乙基虫螨磷/嘧啶 磷	0.9978	0.146	1.89
48	生物烯丙菊酯-1	-	-	-	48	马拉硫磷	0.9974	0.311	1.89
49	生物烯丙菊酯-2	-	-	-	49	烯虫酯	0.9758	2.086	5.31
50	对硫磷	0.9964	0.305	1.50	50	杀螟硫磷	0.9973	1.005	2.23
51	甲基异柳磷	0.9978	0.154	0.45	51	灭草松 (乙氧味草黄)	0.9962	0.469	1.35
52	异柳磷	0.9983	0.098	0.88	52	噻菌环胺	0.9974	1.098	1.87
53	喹硫磷	0.9978	0.754	1.36	53	环氧七氯(exo)	-	-	-
54	alpha-硫丹	0.9978	4.264	2.89	54	氧异柳磷	0.9985	0.108	1.38
55	戊菌唑	0.9983	0.118	0.84	55	二甲戊灵	0.9973	0.177	2.10
56	甲拌磷亚砷	0.9976	1.082	0.69	56	(E)-毒虫畏	0.9972	0.131	1.86
57	噻唑磷-1	0.9943	1.308	5.62	57	敌稗	0.9970	0.480	1.98
58	噻唑磷-2	0.9913	1.338	2.46	58	o,p'-DDE	0.9977	0.072	1.36
59	p,p'-DDE	0.9982	0.054	0.43	59	乙基溴硫磷	0.9979	0.069	1.30
60	苯硫威	0.9987	0.106	1.26	60	水胺硫磷	0.9948	1.170	3.95
61	除草定	0.9983	3.195	1.85	61	(Z)-毒虫畏	0.9972	0.131	1.86
62	特丁硫磷砷	0.9983	0.693	1.53	62	反-氯丹	0.9975	0.178	2.17
63	甲拌磷砷	0.9976	0.956	1.00	63	四氟醚唑	0.9970	0.288	1.84
64	噻菌胺	0.9987	1.149	0.77	64	丁草胺	0.9978	0.989	1.66
65	脱叶磷	0.9980	0.891	1.41	65	丙硫磷	0.9971	0.701	1.93
66	三唑醇-1	0.9953	1.541	2.23	66	氟丁酰草胺	0.9970	1.214	1.44
67	溴苯烯磷	0.9979	0.196	1.59	67	杀虫威	0.9935	0.473	3.24
68	丙草胺	0.9965	0.418	0.38	68	腐霉利	0.9928	0.131	2.97
69	三唑醇-2	0.9970	5.054	2.13	69	狄氏剂	0.9962	0.620	3.26
70	噁草酮	0.9978	0.271	0.84	70	杀扑磷	0.9967	0.535	2.17
71	o,p'-DDD	0.9989	0.149	1.21	71	丙溴磷	0.9948	0.256	1.78
72	醚菌酯	0.9968	0.536	1.73	72	萘丙酰草胺 (敌草胺)	0.9960	1.395	1.19
73	灭菌磷	0.9964	0.700	0.58	73	己唑醇	0.9961	2.117	0.60

74	异狄氏剂	0.9979	3.966	3.21	74	抑草磷	0.9978	0.151	2.40
75	抑霉唑	0.9959	1.984	2.72	75	多效唑	0.9981	0.244	1.14
76	虫螨磷-1	0.9975	4.447	4.08	76	杀螨酯	0.9971	0.262	1.61
77	o,p'-DDT	0.9968	1.244	6.89	77	吡氟禾草灵	0.9980	0.156	1.57
78	地胺磷	0.9976	0.483	0.64	78	稻瘟灵	0.9971	0.879	1.43
79	环氟菌胺	0.9988	0.167	3.66	79	硫环磷	0.9966	3.146	0.75
80	乙嘧酚磺酸酯	0.9977	0.618	1.36	80	乙酯杀螨醇	0.9983	0.472	1.01
81	虫螨磷-2	0.9967	0.419	1.98	81	除草醚	0.9981	0.420	1.52
82	乙氧氟草醚	0.9992	0.510	2.07	82	乙硫磷	0.9987	1.323	1.78
83	氟酰胺	0.9972	0.267	0.70	83	三氟硝草醚	0.9977	2.175	2.57
84	虫螨磷-3	0.9974	0.237	1.21	84	氟虫腈	0.9981	0.118	2.59
85	p,p'-DDD	0.9984	0.126	1.79	85	烯唑醇	0.9982	0.056	0.89
86	beta-硫丹	0.9978	5.855	4.44	86	腈菌唑	0.9968	0.146	1.54
87	啶氧灵	0.9984	0.268	0.97	87	环唑醇-1 (环丙唑醇-1)	0.9972	1.690	1.32
88	肟菌酯	0.9969	0.823	2.69	88	p,p'-DDT	0.9929	10.608	8.61
89	苯草醚	0.9942	2.240	1.68	89	环唑醇-2 (环丙唑醇-2)	0.9979	0.646	2.92
90	三硫磷	0.9983	1.022	1.97	90	2,4'-甲氧滴滴涕	-	-	-
91	异唑磷 (噁唑磷)	0.9962	10.431	2.57	91	苯霜灵	0.9986	2.498	2.62
92	增效醚	0.9969	0.580	0.60	92	丙环唑-1	0.9975	4.181	2.68
93	敌瘟磷	0.9970	0.186	4.67	93	禾草灵	0.9969	0.188	1.25
94	丰索磷	0.9968	0.265	1.77	94	丙环唑-2	0.9965	3.181	3.34
95	三唑磷	0.9952	3.262	1.82	95	倍硫磷亚砷	0.9914	12.305	5.28
96	联苯菊酯	-	-	-	96	倍硫磷砷	0.9957	0.606	5.64
97	吡螨胺	0.9970	0.063	1.20	97	咯菌腈	0.9986	0.178	1.97
98	溴螨酯	0.9975	0.065	0.72	98	噁霜灵	0.9978	0.929	1.26
99	胺菊酯-1	0.9976	0.847	1.04	99	异菌脲	0.9943	40.000	7.48
100	氟环唑	0.9954	0.218	1.20	100	乙螨唑	0.9973	0.658	2.63
101	戊唑醇	0.9979	0.217	1.47	101	伐灭磷	0.9926	1.020	5.78
102	胺菊酯-2	0.9976	0.847	1.04	102	甲氰菊酯	0.9969	1.835	1.49
103	吡丙醚	0.9990	3.377	4.25	103	哒嗪硫磷	0.9978	0.349	3.00
104	啉草磷	0.9982	0.194	0.75	104	溴苯磷	0.9932	0.953	3.46
105	苯硫磷	0.9967	1.303	1.93	105	亚胺硫磷	0.9914	1.965	6.34
106	环嗪酮	0.9976	0.156	0.81	106	氟萘禾草灵 (甲酸除草醚)	0.9947	0.512	2.58
107	咪唑菌酮	0.9972	0.421	1.55	107	氯氟氰菊酯-1	0.9976	1.389	1.81
108	三氯杀螨砷	0.9970	2.481	2.09	108	氟丙菊酯-1	0.9960	0.753	2.26
109	莎稗磷	0.9985	1.550	4.10	109	氟丙菊酯-2	0.9960	0.744	2.68
110	氯菊酯-1	0.9983	2.465	2.07	110	氯氟氰菊酯-2	0.9948	1.020	2.06
111	定菌磷 (吡菌磷)	0.9971	1.001	1.95	111	伏杀硫磷	0.9968	0.860	1.80

112	氯菊酯-2	0.9958	2.480	1.46	112	苯噻酰草胺	0.9978	0.290	1.14
113	氯苯嘧啶醇	0.9987	0.196	1.51	113	乙基谷硫磷 (益棉磷)	0.9970	5.862	2.52
114	哒螨灵	0.9975	0.431	0.87	114	氟啶唑	0.9970	0.229	1.32
115	氯氰菊酯-1	0.9933	0.674	7.75	115	氟氯氰菊酯-1	0.9977	1.347	4.31
116	氯氰菊酯-2	0.9921	0.765	5.12	116	氟氯氰菊酯-2	0.9941	1.904	5.12
117	氯氰菊酯-3	0.9942	0.912	5.26	117	氟氯氰菊酯-3	0.9989	3.327	5.17
118	氯氰菊酯-4	0.9927	0.749	4.10	118	蝇毒磷	0.9966	0.687	2.07
119	啶酰菌胺	0.9935	0.267	1.10	119	氟氯氰菊酯-4	0.9977	3.799	3.40
120	氰戊菊酯-1	0.9967	1.122	3.13	120	氟氰戊菊酯-1	0.9980	3.618	4.16
121	氰戊菊酯-2	0.9968	1.059	1.67	121	氟氰戊菊酯-2	0.9974	1.754	5.09
122	溴氰菊酯-1	-	-	-	122	腈苯唑	0.9976	0.262	1.63
123	溴氰菊酯-2	0.9981	5.461	4.73	123	氟胺氰菊酯-1	0.9988	0.831	2.54
					124	氟胺氰菊酯-2	0.9967	0.901	3.38
					125	苯醚甲环唑-1	0.9972	0.643	3.12
					126	苯醚甲环唑-2	0.9971	0.393	2.37

表注：韭菜基质中生物烯丙菊酯-1、生物烯丙菊酯-2与溴氰菊酯-1没有响应，联苯菊酯与二溴磷由于本底

有很高含量无法做标线

#### 2.4 回收率测试

在空白样品中加入农药混标，添加浓度为 0.04 mg/kg，按照 1.3 样品前处理流程分别平行处理 3 份，梨与韭菜中农药的加标平均回收率及 RSD% 结果见表 4-1/4-2。

表4-1 梨基质208种农药加标回收率

A 组 109 种				B 组 113 种			
No.	化合物名称	平均回收率 (%)	RSD (%)	No.	化合物名称	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	敌敌畏	114.90	2.99	1	硫草敌	91.30	2.26
2	甲胺磷	71.71	1.53	2	联苯	97.83	1.14
3	敌草腈	93.24	4.20	3	土菌灵	113.67	1.47
4	速灭磷-1	102.83	0.52	4	氯苯甲醚	104.92	2.24
5	速灭磷-2	103.67	0.27	5	四氯硝基苯	106.28	1.78
6	虫螨畏	100.85	1.11	6	虫线磷	107.65	1.98
7	禾草敌	100.76	1.66	7	二苯胺	105.89	3.02
8	乙酰甲胺磷	99.85	2.80	8	仲丁威	107.96	2.04
9	异丙威	99.80	1.04	9	氟草胺 (乙丁氟灵)	110.86	2.98
10	草灭特 (环草敌)	97.88	1.00	10	二溴磷	97.85	2.92
11	六氯苯	99.80	1.25	11	甲拌磷	106.10	2.09
12	灭线磷	104.69	0.23	12	氯苯胺灵	105.75	2.00
13	乙丁烯氟灵	104.66	1.50	13	五氯硝基苯	110.43	2.88
14	残杀威	108.59	2.03	14	氧乐果	91.43	0.93
15	治螟磷	101.01	0.53	15	阿特拉通	106.81	1.75

16	alpha-六六六	102.35	0.67	16	二嗪磷	108.36	1.81
17	脱乙基阿特拉津 (脱乙基莠去津)	101.06	0.06	17	百治磷	105.19	0.96
18	特丁硫磷	103.32	0.92	18	异噁草酮	107.72	2.60
19	敌恶磷	99.58	0.85	19	噁霉胺	107.82	2.70
20	环丙氟灵	109.32	0.39	20	gamma-六六六	108.83	1.93
21	野麦畏	104.60	1.43	21	克百威	103.12	2.90
22	地虫硫磷	102.21	0.85	22	乙噁硫磷	108.89	2.12
23	噁丙磷(丁基噁啶磷)	104.87	0.68	23	莠去津	107.28	3.25
24	扑灭津	104.41	1.45	24	西玛津	108.26	3.37
25	氯硝胺	107.40	0.77	25	特丁津	109.17	3.18
26	胺丙畏	102.67	0.66	26	氯谷隆	112.27	2.71
27	异稻瘟净	105.37	0.46	27	炔苯酰草胺	109.55	1.88
28	久效磷	98.83	1.22	28	氯唑磷	106.72	5.87
29	除线磷	102.97	0.52	29	五氯苯胺	102.31	3.17
30	抗蚜威	103.41	0.97	30	甲基毒死蜱	102.94	2.42
31	乐果	109.10	2.88	31	艾氏剂	105.80	3.77
32	乙草胺	105.16	0.71	32	敌草净	104.38	1.08
33	甲草胺	107.10	1.05	33	皮蝇磷	108.12	2.06
34	甲基对氧磷	110.82	3.11	34	甲基立枯磷	108.85	1.48
35	甲基噁啶磷	105.17	1.21	35	扑草净	103.86	4.96
36	乙烯菌核利	103.88	1.69	36	beta-六六六	105.17	3.02
37	噻草酮	103.75	0.85	37	莠灭净	105.54	3.05
38	甲霜灵	106.70	0.89	38	去草净(特丁净)	109.34	2.21
39	禾草丹	106.11	1.13	39	毒死蜱	106.15	4.84
40	安硫磷	95.26	7.17	40	马拉氧磷	114.26	2.59
41	异丙甲草胺	105.13	0.49	41	磷胺-1	93.33	2.22
42	三氯杀螨醇 分解 物	109.47	0.95	42	磷胺-2	103.35	1.53
43	倍硫磷	99.44	0.51	43	异丙净	108.22	2.45
44	对氧磷	105.69	0.97	44	甲基对硫磷	118.15	1.15
45	溴硫磷	105.51	0.63	45	毒壤磷	108.61	4.17
46	环氧七氯 (exo)	-	-	46	delta-六六六	106.23	1.84
47	三唑酮	101.50	2.06	47	乙基虫螨磷/噁 啶磷	104.35	2.27
48	生物烯丙菊酯-1	96.63	4.63	48	马拉硫磷	104.89	0.87
49	生物烯丙菊酯-2	90.61	5.77	49	烯虫酯	103.73	2.96
50	对硫磷	113.84	1.02	50	杀螟硫磷	108.75	1.49
51	甲基异柳磷	105.69	0.48	51	灭草松 (乙氧呋草黄)	103.81	1.25
52	异柳磷	104.50	0.96	52	噁菌环胺	104.73	2.39
53	喹硫磷	105.88	0.55	53	环氧七氯 (exo)	-	-
54	alpha-硫丹	102.57	2.44	54	氧异柳磷	105.57	1.08

55	戊菌唑	104.07	0.43	55	二甲戊灵	111.82	1.30
56	甲拌磷亚砷	107.78	1.02	56	(E)-毒虫畏	116.91	2.02
57	噻唑磷-1	103.15	0.58	57	敌稗	103.47	3.83
58	噻唑磷-2	103.12	2.28	58	o,p'-DDE	103.99	2.55
59	p,p'-DDE	104.68	1.21	59	乙基溴硫磷	105.06	1.40
60	苯硫威	105.58	0.30	60	水胺硫磷	107.97	4.21
61	除草定	-	-	61	(Z)-毒虫畏	107.35	2.76
62	特丁硫磷砷	106.30	0.28	62	反-氯丹	106.98	0.11
63	甲拌磷砷	105.93	0.38	63	四氟醚唑	109.32	2.23
64	嘧菌胺	104.34	0.60	64	丁草胺	107.29	3.54
65	脱叶磷	105.92	1.07	65	丙硫磷	104.05	1.60
66	三唑醇-1	106.83	1.40	66	氟丁酰草胺	104.10	2.24
67	溴苯烯磷	102.62	0.18	67	杀虫威	108.99	2.52
68	丙草胺	104.80	0.28	68	腐霉利	105.59	3.17
69	三唑醇-2	102.73	1.83	69	狄氏剂	106.23	2.45
70	噁草酮	105.16	0.62	70	杀扑磷	109.06	2.39
71	o,p'-DDD	95.86	1.25	71	丙溴磷	106.08	1.88
72	醚菌酯	105.35	1.54	72	萘丙酰草胺 (敌草胺)	106.54	2.09
73	灭菌磷	86.36	2.35	73	己唑醇	105.19	0.62
74	异狄氏剂	104.44	4.03	74	抑草磷	112.81	2.48
75	抑霉唑	102.87	0.89	75	多效唑	108.29	2.85
76	虫螨磷-1	102.51	7.77	76	杀螨酯	106.64	2.14
77	o,p'-DDT	111.08	6.23	77	吡氟禾草灵	104.80	2.18
78	地胺磷	106.31	0.73	78	稻瘟灵	104.43	0.97
79	环氟菌胺	104.63	2.05	79	硫环磷	110.49	3.66
80	乙嘧酚磺酸酯	103.76	0.46	80	乙酯杀螨醇	106.51	2.01
81	虫螨磷-2	101.84	0.97	81	除草醚	113.23	2.81
82	乙氧氟草醚	111.78	1.27	82	乙硫磷	110.46	2.16
83	氟酰胺	103.79	1.16	83	三氟硝草醚	117.18	2.23
84	虫螨磷-3	100.67	1.20	84	氟虫腈	111.66	1.58
85	p,p'-DDD	100.25	1.62	85	烯唑醇	106.93	2.12
86	beta-硫丹	104.58	1.69	86	腈菌唑	106.04	1.91
87	啶氧灵	104.51	0.46	87	环唑醇-1 (环丙唑醇-1)	103.20	1.67
88	肟菌酯	106.37	1.58	88	p,p'-DDT	115.37	1.14
89	苯草醚	113.21	0.58	89	环唑醇-2 (环丙唑醇-2)	105.21	0.88
90	三硫磷	107.54	0.69	90	2,4'-甲氧滴滴涕	-	-
91	异唑磷(噁唑磷)	100.73	4.18	91	苯霜灵	105.54	2.90
92	增效醚	104.60	0.49	92	丙环唑-1	103.32	4.16
93	敌瘟磷	105.64	0.84	93	禾草灵	106.01	2.42
94	丰索磷	108.34	1.38	94	丙环唑-2	108.73	2.86

95	三唑磷	104.19	0.32	95	倍硫磷亚砷	86.91	6.32
96	联苯菊酯	104.22	1.05	96	倍硫磷砷	105.98	2.26
97	吡螨胺	102.18	0.87	97	咯菌腈	75.63	3.24
98	溴螨酯	102.74	2.64	98	噁霜灵	107.12	2.70
99	胺菊酯-1	105.76	3.20	99	异菌脲	117.00	1.47
100	氟环唑	106.99	0.99	100	乙螨唑	107.99	1.52
101	戊唑醇	105.15	1.43	101	伐灭磷	107.00	3.11
102	胺菊酯-2	103.61	1.09	102	甲氰菊酯	105.38	2.84
103	吡丙醚	104.31	1.16	103	哒嗪硫磷	107.80	2.77
104	啉草磷	103.78	0.51	104	溴苯磷	104.02	2.96
105	苯硫磷	110.90	2.64	105	亚胺硫磷	104.77	2.96
106	环嗪酮	103.68	0.99	106	氟萘禾草灵 (甲酸除草醚)	119.19	0.44
107	咪唑菌酮	101.96	1.29	107	氯氟氰菊酯-1	103.05	4.84
108	三氯杀螨砜	102.86	1.56	108	氟丙菊酯-1	93.15	1.78
109	莎稗磷	103.51	0.25	109	氟丙菊酯-2	94.85	4.61
110	氯菊酯-1	101.50	1.13	110	氯氟氰菊酯-2	93.42	2.50
111	定菌磷(吡菌磷)	104.93	1.42	111	伏杀硫磷	107.54	3.09
112	氯菊酯-2	102.88	1.21	112	苯噻酰草胺	108.45	2.69
113	氯苯嘧啶醇	103.72	0.94	113	乙基谷硫磷 (益棉磷)	111.22	1.59
114	哒螨灵	103.25	0.63	114	氟啶唑	105.35	2.08
115	氯氟菊酯-1	100.67	0.89	115	氯氟氰菊酯-1	93.82	3.50
116	氯氟菊酯-2	98.22	0.48	116	氯氟氰菊酯-2	97.58	4.82
117	氯氟菊酯-3	98.99	1.63	117	氯氟氰菊酯-3	102.31	3.31
118	氯氟菊酯-4	94.98	2.66	118	蝇毒磷	106.65	2.25
119	啶酰菌胺	99.42	2.32	119	氟氯氰菊酯-4	101.64	4.88
120	氟戊菊酯-1	96.03	3.08	120	氟氟戊菊酯-1	102.63	4.42
121	氟戊菊酯-2	93.44	2.63	121	氟氟戊菊酯-2	109.38	2.05
122	溴氟菊酯-1	98.97	4.58	122	腈苯唑	107.30	2.02
123	溴氟菊酯-2	95.50	3.14	123	氟胺氰菊酯-1	105.99	3.63
				124	氟胺氰菊酯-2	104.67	3.24
				125	苯醚甲环唑-1	103.10	2.24
				126	苯醚甲环唑-2	105.63	1.41

表4-2 韭菜基质208种农药加标回收率

A 组 109 种				B 组 113 种			
No.	化合物名称	平均回收率 (%)	RSD (%)	No.	化合物名称	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	敌敌畏	114.10	1.99	1	硫草敌	86.71	5.15
2	甲胺磷	84.85	1.65	2	联苯	91.52	4.90
3	敌草腈	98.88	1.94	3	土菌灵	88.88	5.50
4	速灭磷-1	100.13	1.83	4	氯苯甲醚	94.79	2.58
5	速灭磷-2	94.49	2.16	5	四氯硝基苯	96.48	3.14
6	虫螨畏	96.65	1.17	6	虫线磷	101.30	3.12
7	禾草敌	96.86	1.74	7	二苯胺	99.93	1.32
8	乙酰甲胺磷	93.16	3.16	8	仲丁威	100.31	2.51
9	异丙威	100.37	1.27	9	氟草胺 (乙丁氟灵)	100.13	2.24
10	草灭特 (环草敌)	97.86	1.53	10	二溴磷	-	-
11	六氯苯	91.39	1.67	11	甲拌磷	98.35	3.16
12	灭线磷	98.78	2.31	12	氯苯胺灵	81.24	2.19
13	乙丁烯氟灵	108.55	0.82	13	五氯硝基苯	99.01	2.42
14	残杀威	99.64	1.82	14	氧乐果	90.60	8.31
15	治螟磷	99.93	1.46	15	阿特拉通	97.91	2.48
16	alpha-六六六	100.73	1.74	16	二嗪磷	98.95	2.41
17	脱乙基阿特拉津 (脱乙基莠去津)	103.81	0.59	17	百治磷	98.70	6.83
18	特丁硫磷	101.94	1.66	18	异噁草酮	95.66	3.93
19	敌恶磷	98.50	3.76	19	噻霉胺	94.58	4.97
20	环丙氟灵	109.11	2.31	20	gamma-六六六	94.69	6.24
21	野麦畏	99.15	1.35	21	克百威	98.78	6.75
22	地虫硫磷	99.48	1.39	22	乙噻硫磷	96.03	7.72
23	噻丙磷 (丁基噻啉磷)	100.01	0.68	23	莠去津	98.96	1.30
24	扑灭津	99.73	1.27	24	西玛津	97.19	5.65
25	氯硝胺	104.03	1.61	25	特丁津	101.29	3.45
26	胺丙畏	98.56	2.22	26	氯谷隆	91.65	5.57
27	异稻瘟净	98.40	2.16	27	炔苯酰草胺	101.33	4.49
28	久效磷	93.81	4.16	28	氯唑磷	95.81	5.04
29	除线磷	98.66	1.27	29	五氯苯胺	96.22	2.87
30	抗蚜威	98.95	1.49	30	甲基毒死蜱	95.61	2.58
31	乐果	96.56	3.21	31	艾氏剂	95.29	2.87
32	乙草胺	101.57	2.24	32	敌草净	99.76	3.81
33	甲草胺	101.38	1.78	33	皮蝇磷	91.61	3.50
34	甲基对氧磷	94.88	7.91	34	甲基立枯磷	100.09	5.41
35	甲基噻啉磷	98.35	1.41	35	扑草净	100.25	2.44

36	乙烯菌核利	100.21	0.95	36	beta-六六六	98.54	2.75
37	噻草酮	97.75	0.89	37	莠灭净	100.53	3.61
38	甲霜灵	100.03	2.73	38	去草净 (特丁净)	98.78	2.11
39	禾草丹	99.62	1.64	39	毒死蜱	99.17	0.97
40	安硫磷	87.10	6.49	40	马拉氧磷	99.81	5.32
41	异丙甲草胺	101.94	1.57	41	磷胺-1	92.45	3.23
42	三氯杀螨醇 分 解物	100.18	3.59	42	磷胺-2	101.65	4.52
43	倍硫磷	100.04	2.69	43	异丙净	101.37	3.17
44	对氧磷	93.60	4.67	44	甲基对硫磷	99.54	2.90
45	溴硫磷	91.94	2.31	45	毒壤磷	98.55	3.57
46	环氧七氯 (exo)	-	-	46	delta-六六六	96.00	2.72
47	三唑酮	105.32	2.65	47	乙基虫螨磷 /噁啉磷	101.21	1.66
48	生物烯丙菊酯-1	-	-	48	马拉硫磷	98.42	2.26
49	生物烯丙菊酯-2	-	-	49	烯虫酯	92.65	3.47
50	对硫磷	107.52	1.81	50	杀螟硫磷	99.80	3.24
51	甲基异柳磷	101.22	1.63	51	灭草松	99.01	1.98
52	异柳磷	101.37	1.21	52	(乙氧味草黄) 噁啉环胺	97.08	2.31
53	噻硫磷	97.67	1.64	53	环氧七氯 (exo)	-	-
54	alpha-硫丹	81.27	6.60	54	氧异柳磷	98.13	2.45
55	戊菌唑	100.72	2.28	55	二甲戊灵	107.45	3.37
56	甲拌磷亚砷	98.57	1.75	56	(E)-毒虫畏	97.51	2.74
57	噻唑磷-1	93.11	3.71	57	敌稗	97.51	1.07
58	噻唑磷-2	93.18	3.09	58	o,p'-DDE	99.09	2.64
59	p,p'-DDE	99.58	1.25	59	乙基溴硫磷	98.89	2.80
60	苯硫威	99.68	1.78	60	水胺硫磷	99.91	3.29
61	除草定	99.51	2.09	61	(Z)-毒虫畏	97.51	2.74
62	特丁硫磷砷	100.03	0.75	62	反-氯丹	100.34	2.75
63	甲拌磷砷	100.59	0.76	63	四氟醚唑	100.81	2.37
64	噁菌胺	97.18	2.10	64	丁草胺	102.29	3.51
65	脱叶磷	98.95	1.85	65	丙硫磷	100.13	2.34
66	三唑醇-1	102.53	1.33	66	氟丁酰草胺	101.45	2.57
67	溴苯烯磷	100.79	2.46	67	杀虫威	91.61	5.53
68	丙草胺	102.51	1.18	68	腐霉利	89.68	2.92
69	三唑醇-2	103.28	4.05	69	狄氏剂	98.06	1.68
70	噁草酮	100.20	1.80	70	杀扑磷	92.44	3.85
71	o,p'-DDD	103.11	2.83	71	丙溴磷	94.97	4.38
72	醚菌酯	99.08	1.34	72	萘丙酰草胺 (敌草胺)	99.19	2.98
73	灭菌磷	79.76	4.69	73	己唑醇	96.03	3.07
74	异狄氏剂	96.23	0.30	74	抑草磷	108.34	2.91

75	抑霉唑	91.86	3.53	75	多效唑	99.74	2.70
76	虫螨磷-1	106.05	0.27	76	杀螨酯	98.49	1.77
77	o,p'-DDT	91.41	5.52	77	吡氟禾草灵	101.04	2.65
78	地胺磷	96.53	1.50	78	稻瘟灵	100.67	4.20
79	环氟菌胺	105.05	1.45	79	硫环磷	93.40	3.45
80	乙噻酚磺酸酯	98.53	2.00	80	乙酯杀螨醇	100.16	2.71
81	虫螨磷-2	99.48	2.74	81	除草醚	104.63	2.35
82	乙氧氟草醚	109.58	1.46	82	乙硫磷	100.28	2.46
83	氟酰胺	103.60	1.64	83	三氟硝草醚	107.81	2.54
84	虫螨磷-3	100.33	2.24	84	氟虫腈	100.50	4.00
85	p,p'-DDD	99.74	1.50	85	烯唑醇	97.92	3.02
86	beta-硫丹	100.43	6.37	86	腈菌唑	103.87	3.95
87	喹氧灵	98.21	1.96	87	环唑醇-1 (环丙唑醇-1)	101.75	2.53
88	肟菌酯	100.00	0.88	88	p,p'-DDT	83.01	7.71
89	苯草醚	106.75	1.96	89	环唑醇-2 (环丙唑醇-2)	101.30	3.60
90	三硫磷	98.27	1.14	90	2,4'-甲氧滴滴涕	-	-
91	异唑磷(噁唑磷)	100.90	2.04	91	苯霜灵	93.19	3.05
92	增效醚	100.68	1.10	92	丙环唑-1	94.33	1.64
93	敌瘟磷	92.59	4.03	93	禾草灵	100.75	2.99
94	丰索磷	99.55	1.13	94	丙环唑-2	95.37	3.69
95	三唑磷	98.35	1.72	95	倍硫磷亚砷	81.50	5.79
96	联苯菊酯	-	-	96	倍硫磷砷	82.60	5.57
97	吡螨胺	100.92	2.11	97	咯菌腈	95.97	4.18
98	溴螨酯	101.42	0.78	98	噁霜灵	100.61	3.21
99	胺菊酯-1	99.22	1.70	99	异菌脲	92.06	2.67
100	氟环唑	102.69	1.91	100	乙螨唑	100.29	2.21
101	戊唑醇	99.86	1.62	101	伐灭磷	84.77	7.13
102	胺菊酯-2	98.15	1.69	102	甲氟菊酯	99.64	2.67
103	吡丙醚	100.59	2.61	103	哒嗪硫磷	94.41	2.63
104	哌草磷	101.92	1.79	104	溴苯磷	92.06	3.06
105	苯硫磷	108.40	1.46	105	亚胺硫磷	80.80	7.33
106	环嗪酮	99.76	1.36	106	氟萘禾草灵 (甲酸除草醚)	104.84	3.94
107	咪唑菌酮	101.54	1.34	107	氯氟菊酯-1	97.70	3.52
108	三氯杀螨砜	95.97	1.82	108	氟丙菊酯-1	102.60	5.23
109	莎稗磷	91.86	2.69	109	氟丙菊酯-2	102.60	5.23
110	氯菊酯-1	93.57	2.02	110	氯氟菊酯-2	93.81	0.23
111	定菌磷(吡菌磷)	95.37	2.06	111	伏杀硫磷	91.95	3.37
112	氯菊酯-2	95.96	3.10	112	苯噻酰草胺	101.00	3.29
113	氯苯嘧啶醇	98.56	0.91	113	乙基谷硫磷 (益棉磷)	90.20	3.37

114	哒螨灵	103.01	2.15	114	氟喹唑	100.06	2.82
115	氯氰菊酯-1	107.50	0.86	115	氟氯氰菊酯-1	93.47	3.21
116	氯氰菊酯-2	110.13	1.05	116	氟氯氰菊酯-2	101.83	4.71
117	氯氰菊酯-3	105.83	5.44	117	氟氯氰菊酯-3	89.14	5.44
118	氯氰菊酯-4	106.62	2.28	118	蝇毒磷	88.93	2.73
119	啶酰菌胺	103.62	4.20	119	氟氯氰菊酯-4	102.26	3.86
120	氰戊菊酯-1	95.74	1.31	120	氟氰戊菊酯-1	85.99	1.82
121	氰戊菊酯-2	102.08	1.72	121	氟氰戊菊酯-2	101.01	3.15
122	溴氰菊酯-1	-	-	122	腈苯唑	98.35	2.34
123	溴氰菊酯-2	124.20	3.07	123	氟胺氰菊酯-1	105.16	6.97
				124	氟胺氰菊酯-2	108.43	1.03
				125	苯醚甲环唑-1	88.23	3.30
				126	苯醚甲环唑-2	104.82	2.43

## 结论

使用岛津公司 GCMS-TQ8050 三重四极杆气质联用仪建立了水果蔬菜中新国标 GB 23200.113-2018 规定的 208 种农药残留，样品经乙腈提取 QuEChERS 方法净化、氮吹、乙酸乙酯复溶后上机分析，仪器检测条件使用岛津农残数据库 Smart Pesticides Database 结合正构烷烃数据生成。该方法前处理操作简单，重复性好，灵敏度高。对于绝大多数化合物，在 5~100  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内线性良好，相关系数 R 均在 0.99 以上，检出限在 5  $\mu\text{g/L}$  以下。6 针重复性 RSD 都在 6% 以内。加标浓度为 0.04 mg/kg 时，梨与韭菜中各组分的回收率除韭菜中溴氰菊酯 (124.20%) 都在 71.71~119.19% 之间。实验表明，采用岛津农残数据库 Smart Pesticides Database 生成的仪器采集方法能很好应用于新国标中 208 种农残的检测，对于水果蔬菜这种基质比较复杂的产品串联质谱的检测方法能够有效地消除基质干扰，获得较好的检测灵敏度，从而实现对其中多农药残留的快速准确检测。