

GCMS-TQ8050 测定蔬菜水果中 217 种农药残留

GCMSMS-108

摘要：本文利用岛津的 GCMS-TQ8050 建立了一种同时分析黄瓜中 217 种农残的方法。黄瓜样品经乙腈提取、QuEChERS 方法净化、氮吹、乙酸乙酯复溶后上机分析。在 0.5~200 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数均在 0.999 以上，检出限在 0.01~1.60 $\mu\text{g/L}$ 。100 $\mu\text{g/L}$ 标准品溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD 均小于 9.35%，精密度良好。100 $\mu\text{g/L}$ 浓度水平加标回收率在 74.87~107.44%。该方法简单方便，抗干扰能力强，检出限低，能够有效的监测蔬菜水果中 217 种农残的含量。

关键词：GCMS-TQ8050 三重四极杆气质联用仪 农药残留 黄瓜

随着重大食品安全问题不断被曝光，食品安全状况已成为人们关注的焦点。近年来，每年因食用残留量严重超标农产品引起急性中毒事故时常发生，特别是食用了高毒有机磷类农药和氨基甲酸酯类农药严重超标的蔬菜和水果极易引起中毒，甚至导致死亡。由于蔬菜水果等鲜食农产品保存时间短的问题，因此急需农残的快速准确检测方法。

现在国内常用的农残检测标准包括 GB/T 19648-2006《水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留量测定 - 气相色谱 - 质谱法》，NY/T 761-2008《蔬菜和水果

种有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》，GB/T 14553-2003《粮食、水果和蔬菜中有机磷农药测定的气相色谱法》等。这些检测方法存在前处理费时费力，灵敏度有限，假阳性结果高等特点。

本文采用岛津 GCMS-TQ8050 结合 SHIMADZU-GL WondaPak QuEChERS 前处理包建立了黄瓜中的 217 种农残同时检测的方法。该方法简单方便，抗干扰能力强，检出限低，能够有效的监测蔬菜水果中 217 种农残的含量。

实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8050 三重四极杆气相色谱 - 质谱联用仪

1.2 分析条件

色谱柱：VF-1701 ms (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm)

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) $^{\circ}\text{C}$

进样口温度：280 $^{\circ}\text{C}$

载气控制方式：恒线速度方式 (36.1 cm/sec)

进样方式：不分流进样

进样时间：1.5 min

高压进样：250 kpa(1.5 min)

进样量：1 μL

离子化方式：EI

接口温度：280 $^{\circ}\text{C}$

离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$

检测器电压：1.6 kv

采集模式：MRM，离子信息见表 1。

1.3 样品前处理

称取 10 g 试样 (精确至 0.01 g) 于 50mL 离心管中，加入 10 mL 乙腈，加入 QuEChERS 萃取盐包，盖上离心管盖，手动快速震荡混匀 1 min，防止盐类结块，4200 r/m 离心 5 分钟，取上清液 6 mL 置于含净化离心管，旋涡混匀约 1 min。4200 r/m 离心 5 分钟，取上清液 4 mL 于 10 mL 玻璃离心管，氮吹至干，用乙酸乙酯 2 mL 复溶，过微孔滤膜，用于气相色谱 - 串联质谱测定。

注：QuEChERS 萃取盐包：含无水硫酸镁 4 g、氯化钠 1 g、柠檬酸钠 1 g 及柠檬酸氢二钠 0.5 g。净化离心管：SHIMADZU-GL WondaPak QuEChERS SPE，含无水硫酸镁 900 mg、PSA 150mg、石墨化碳黑 15 mg。

■ 结果讨论

2.1 农药标准溶液谱图

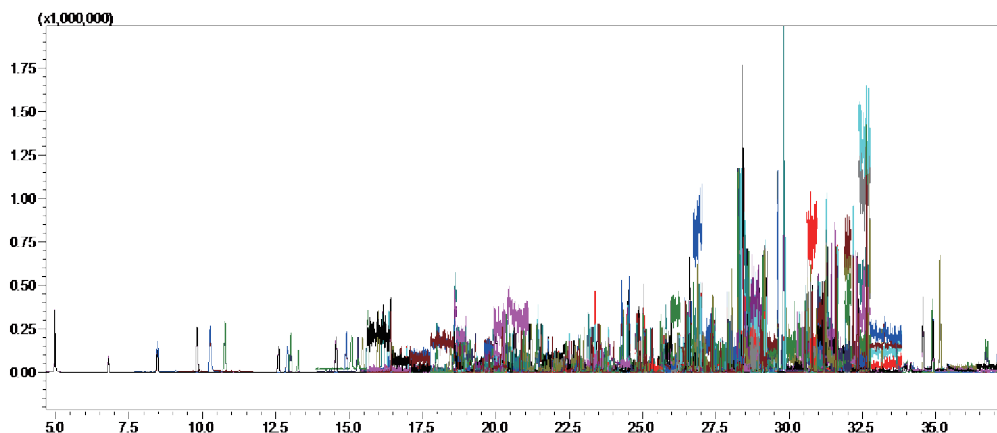


图1 农药标准溶液TIC图(100 µg/L)

表1 农药各组分信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间	定量离子对	CE	定性离子对	CE
1	苯胺	Aniline	62-53-3	4.992	93.00>66.00	10	93>65	20
2	硫草敌	Ethiolate	2941-55-1	6.834	161.00>72.10	15	161.00>100.10	9
3	敌敌畏	Dichlorvos	62-73-7	8.495	185.00>93.00	14	185.0>109.0	14
4	乃力松(二溴磷)	Naled	300-76-5	8.495	109.00>79.00	8	184.9>93.0	14
5	联苯	Biphenyl	92-52-4	9.875	154.10>128.10	22	154.1>115.1	24
6	甲胺磷	Methamidophos	10265-92-6	10.258	141.00>95.00	8	141.0>79.0	22
7	敌草腈	Dichlobenil	1194-65-6	10.834	170.90>100.01	24	170.9>136.0	14
8	美文松-1(速灭磷)	Mevinphos-1	7786-34-7	12.634	192.00>127.00	12	192.0>164.0	4
9	美文松-2(速灭磷)	Mevinphos-2	7786 - 34 - 7	12.634	192.00>127.00	12	192.0>164.0	4
10	虫螨畏	Methacrifos	62610-77-9	12.954	240.01>208.00	4	240.0>180.0	10
11	地茂散(氯苯甲醚)	Chloroneb	2675-77-6	13.074	206.00>191.00	12	206.0>141.0	20
12	四氯硝基苯	Tecnazene	117-18-0	14.624	260.90>202.90	14	214.9>179	10
13	草灭特(环草敌)	Cycloate	1134-23-2	14.947	154.00>83.00	10	154>55	20
14	乙酰甲胺磷	Acephate	30560-19-1	15.331	136.00>94.00	14	136.0>42	5
15	六氯苯	Hexachlorobenzene	118-74-1	15.513	283.80>248.80	24	283.8>213.8	28
16	虫线磷	Thionazin	297-97-2	15.695	143.00>79.10	12	175.00>79.10	12
17	灭克磷(灭线磷)	Ethoprophos	13194-48-4	16.035	200.01>158.00	6	158.0>97.0	18
18	梨内二苯胺(二苯胺)	Diphenylamine	122-39-4	16.214	169.10>66.00	24	169.1>77.0	28
19	丁氟消草(乙丁烯氟灵)	Ethalfuralin	55283-68-6	16.413	316.10>276.00	10	276.0>202.0	18

20	丁基灭必虱(仲丁威)	Fenobucarb	3766-81-2	16.472	121.00>77.00	20	150.1>121.1	10
21	杀虫脒	chlordimeform free base	6164-98-3	16.572	196.00>181.00	10	181>140	15
22	氟草胺(乙丁氟灵)	Benfluralin	1861-40-1	16.831	292.10>264.00	8	292.1>206.0	12
23	残杀威	Propoxur	114-26-1	17.049	152.10>110.10	8	152.1>64.0	28
24	甲拌磷	Phorate	298-02-2	17.149	260.01>75.00	8	231.0>175.0	12
25	硫特普(治螟磷)	Sulfotep	3689-24-5	17.169	322.00>202.00	10	322.0>294.0	4
26	氯苯胺灵	Chlorpropham	101-21-3	17.448	213.10>171.10	6	213.1>127.1	14
27	alpha-六六六	alpha-HCH	319-84-6	17.726	218.90>182.90	8	218.9>144.9	20
28	五氯硝基苯	Quintozene	82-68-8	17.805	294.80>236.80	16	264.8>236.8	10
29	甲基乙拌磷	Thiometon	640-15-3	18.057	125.00>47.00	14	125.0>79.0	10
30	氧化乐果	Omethoate	1113-02-6	18.521	156.00>110.01	8	110.0>79.0	10
31	内吸磷	demeton(O&S)	8065-48-3	18.618	88.00>60.01	5	126>65	10
32	内吸磷	demeton(O&S)	8065-48-3	18.618	88.00>60.01	5	171>115	10
33	阿特拉通	Atraton	1610-17-9	18.618	211.00>169.20	6	211.00>154.10	15
34	二嗪农(二嗪磷)	Aramite-1	140-57-8	18.618	304.10>179.10	12	135.0>77.0	22
35	野麦畏	Tri-allate	2303-17-5	18.792	268.10>226.00	14	268.1>184.0	20
36	广灭灵(异噁草酮)	Clomazone	81777-89-1	18.830	204.10>107.00	20	204.1>78.0	26
37	环丙氟灵	Profluralin	26399-36-0	18.927	318.00>199.10	18	318.00>55.10	18
38	百治磷	Dicrotophos	141-66-2	19.043	127.10>109.00	12	127.1>95.0	18
39	大福松(地虫磷)	Fonofos	944-22-9	19.101	246.00>109.10	18	246.0>137.1	6
40	噁霉胺	Pyrimethanil	53112-28-0	19.140	198.10>183.10	14	198.1>158.1	18
41	噁丙磷(丁基噁啶磷)	Tebupirimfos	96182-53-5	19.178	318.10>152.10	14	318.1>234.1	12
42	gamma-六六六(林丹)	gamma-HCH (Lindane)	58-89-9	19.411	218.90>182.90	8	218.9>144.9	20
43	敌杀磷(敌噁磷)	Dioxathion	78-34-2	19.411	125.00>97.00	5	153>97	10
44	益多松(乙噁硫磷)	Etrimfos	38260-54-7	19.546	292.10>181.10	8	292.1>153.1	20
45	扑灭津	Propazine	139-40-2	19.604	229.10>187.10	6	229.1>58.0	14
46	加保扶(克百威)	Carbofuran	1563-66-2	19.623	164.10>149.10	8	149.1>121.1	10
47	莠去津	Atrazine	1912-24-9	19.739	215.10>58.00	14	215.1>200.1	6
48	氯硝胺	Simazine	122-34-9	19.870	206.00>176.00	6	201.1>186.1	6
49	西玛津	Dicloran	99-30-9	19.851	201.10>173.10	10	176.0>148.0	12
50	巴胺磷(胺丙畏)	Propentamphos	31218-83-4	19.944	236.10>194.00	6	236.1>166.0	16

51	特丁津	Terbutylazine	5915-41-3	20.010	214.00>71.10	18	229.00>173.10	6
52	八甲磷	Schradan	152-16-9	20.010	243.00>153.10	12	199.00>135.10	18
53	氯谷隆	Monolinuron	1746-81-2	20.300	214.00>61.00	10	126>99	15
54	异稻瘟净(丙基 喜乐松)	Kitazine (Iprobenfos)	26087-47-8	20.430	204.00>91.00	8	204.0>122.0	12
55	异丙三唑硫磷 (氯唑磷)	Isazofos	42509-80-8	20.524	257.00>162.00	8	257.0>119.0	18
56	除线磷	Dichlofenthion	97-17-6	20.543	279.00>222.90	14	222.9>204.9	14
57	五氯苯胺	Pentachloroanili ne	527-20-8	20.543	262.80>191.90	21	264.80>193.90	21
58	抗蚜威	Pirimicarb	23103-98-2	20.617	238.10>166.10	12	166.1>55.0	20
59	炔敌稗(炔苯酰 草胺)	Propyzamide	23950-58-5	20.729	172.90>144.90	16	172.9>74.0	28
60	亚素灵(久效 磷)	Monocrotophos	6923-22-4	20.916	127.10>109.00	12	127.1>95.0	16
61	甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-me thyl	5598-13-0	21.029	285.90>93.00	22	285.9>270.9	14
62	乐果 2	Dimethoate	60-51-5	21.215	125.00>79.00	8	125.0>47.0	14
63	艾氏剂	Aldrin	309-00-2	21.290	262.90>193.00	28	254.9>220.0	20
64	乙草胺	Acetochlor	34256-82-1	21.477	223.10>132.10	22	174.1>146.1	12
65	皮蝇磷	Fenclorphos	299-84-3	21.515	284.90>269.90	16	284.9>93.0	24
66	敌草净	Desmetryn	1014-69-3	21.607	213.00>171.10	6	213.00>58.10	18
67	甲基立枯磷	Tolclofos-methy l	57018-04-9	21.662	264.90>249.90	14	264.9>93.0	24
68	异丙草胺	Propisochlor	86763-47-5	21.842	162.00>120.10	18	162.00>147.10	18
69	拉草(甲草胺)	Alachlor	15972-60-8	21.860	188.10>160.10	10	188.1>132.1	18
70	甲基嘧啶磷	Pirimiphos-met hyl	29232-93-7	22.023	305.10>180.10	8	305.1>290.1	12
71	扑草净	Prometryn	7287-19-6	22.059	241.20>199.10	6	241.2>58.0	14
72	莠灭净	Ametryn	834-12-8	22.203	227.10>170.10	14	227.1>185.1	6
73	免克宁(乙炔菌 核利)	Vinclozolin	50471-44-8	22.311	285.00>212.00	12	212.0>172.0	16
74	beta-六六六	beta-HCH	319-85-7	22.438	218.90>182.90	8	218.9>144.9	20
75	噻草酮	Metribuzin	21087-64-9	22.510	198.10>82.00	14	198.1>110.1	10
76	毒死蜱	Chlorpyrifos	2921-88-2	22.546	313.90>257.90	14	313.9>285.9	8
77	去草净(特丁净)	Terbutryn	886-50-0	22.582	241.20>185.10	6	241.2>170.1	14
78	甲霜灵	Metalaxyl (Mefenoxam)	57837-19-1	22.600	249.20>190.10	8	206.1>132.1	20
79	杀丹(禾草丹)	Thiobencarb	28249-77-6	22.745	257.10>100.01	8	125.0>89.0	18
80	毒壤磷	Trichloronat	327-98-0	22.907	297.00>269.00	15	299.00>271.00	15
81	异丙净	Dipropetryn	4147-51-7	22.925	255.00>222.20	9	255.00>180.20	18

82	磷胺-1	Phosphamidon-1	13171-21-6	23.069	264.10>127.10	14	127.1>109.1	12
83	磷胺-2	Phosphamidon-2	13171-21-6	23.069	264.10>127.10	14	127.1>109.1	12
84	异丙甲草胺	Metolachlor (S-Metolachlor)	51218-45-2	23.232	238.10>162.10	12	238.1>133.1	26
85	乙基虫磷/啉磷	pirimiphos-ethyl	23505-41-1	23.304	304.00>168.00	10	318>166	15
86	delta-六六六	delta-HCH	319-86-8	23.358	218.90>182.90	10	218.9>144.9	20
87	福木松(安果) (安硫磷)	Formothion	2540-82-1	23.376	224.00>125.00	18	170.0>93.0	8
88	三氯杀螨醇分 解物	Dicofol deg. (DCBP)	0-00-0	23.481	250.01>139.00	14	139.0>111.0	16
89	倍硫磷	Fenthion	55-38-9	23.551	278.00>109.00	20	278.0>125.0	20
90	马拉硫磷	Malathion	121-75-5	23.585	173.10>99.00	14	173.1>127.0	6
91	溴硫磷	Bromophos	2104-96-3	23.603	330.90>315.90	14	330.9>285.9	28
92	乙霉威	Diethofencarb	87130-20-9	23.655	267.10>225.10	8	267.1>168.1	18
93	杀螟硫磷	Fenitrothion	122-14-5	23.828	277.00>260.01	6	277.0>109.1	14
94	对氧磷	Paraoxon	311-45-5	23.898	109.00>91.00	6	109.00>81.00	12
95	啉菌环胺	Cyprodinil	121552-61-2	23.898	224.10>208.10	16	224.1>197.1	22
96	乙呋草黄(乙氧 呋草黄)	Ethofumesate	26225-79-6	24.106	286.10>207.10	8	207.1>161.1	8
97	氧异柳磷	Isofenphos oxon	31120-85-1	24.349	229.10>201.00	10	229.1>121.0	26
98	二甲戊乐灵 (二甲戊灵)	Pendimethalin	40487-42-1	24.418	252.10>162.10	10	251.8>161.1	15
99	三泰芬(三唑 酮)	Triadimefon	43121-43-3	24.418	208.10>181.00	10	208.1>127.0	14
100	对硫磷	Chlorfenvinphos	56-38-2	24.557	291.10>109.00	14	291.1>137.0	6
101	o,p'-DDE	o,p'-DDE	3424-82-6	24.609	246.00>176.00	30	246.0>211.0	22
102	甲基异柳磷	Isofenphos-met hyl	99675-03-3	24.627	199.00>121.00	14	241.1>121.1	22
103	乙基溴硫磷	Bromophos-eth yl	4824-78-6	24.870	358.90>302.90	16	358.9>330.9	10
104	甲拌磷亚砷	Phorat-sulfoxide	2588-03-6	24.870	97.00>65.00	15	153.00>125.00	6
105	亚芬松(异柳磷)	Isofenphos	25311-71-1	24.956	213.10>121.00	14	213.1>185.1	6
106	alpha-硫丹	alpha-Endosulfan	959-98-8	24.991	194.90>160.01	8	194.9>125.0	24
107	敌稗	Propanil	709-98-8	25.113	160.90>99.00	24	160.9>90.0	22
108	喹硫磷	Quinalphos	13593-03-8	25.113	157.10>129.00	14	146.1>118.0	10
109	(Z)-毒虫畏	(Z)-Chlorfenvin phos	470-90-6	25.130	323.00>267.00	16	267.0>159.0	18

110	水胺硫磷	Isocarbophos	24353-61-5	25.180	289.10>136.00	14	230.0>212.0	10
111	反-氯丹	trans-Chlordane	5103-74-2	25.213	372.80>336.80	10	374.8>265.9	26
112	平克座(戊菌唑)	Penconazole	66246-88-6	25.396	248.10>192.10	14	248.1>157.1	26
113	甲拌磷砜	Phorate sulfone	2588-04-7	25.712	125.00>97.00	9	153.00>125.00	6
114	四克利(四氟醚唑)	Tetraconazole	112281-77-3	25.745	336.00>218.00	14	336.0>204.0	28
115	丁基拉草(丁草胺)	Butachlor	23184-66-9	25.778	188.10>160.10	12	176.1>147.1	14
116	噻唑磷-1	Fosthiazate-1	98886-44-3	25.895	195.00>103.00	10	195.0>139.0	6
117	p,p'-DDE	p,p'-DDE	72-55-9	25.895	246.00>176.00	30	246.0>211.0	22
118	普硫松(丙硫磷)	Prothiofos	34643-46-4	25.995	309.00>238.90	14	309.0>280.9	10
119	噻唑磷-2	Fosthiazate-2	98886-44-3	25.978	195.00>103.00	10	195.0>139.0	6
120	苯硫威	Fenothiocarb	62850-32-2	26.061	160.10>72.00	10	160.1>106.1	12
121	加护松(丙虫磷)	Propaphos	7292-16-2	26.294	304.10>140.10	26	304.1>220.1	14
122	巴毒磷	Mepanipyrim	110235-47-7	26.310	193.00>127.00	20	223>207	25
123	啞菌胺/灭派林	Crotoxyphos	7700-17-6	26.294	222.00>207.00	9	127.00>109.00	15
124	脱叶磷	Tribufos	78-48-8	26.327	258.00>202.00	4	258.0>147.0	10
125	杀虫威	Tetrachlorvinphos	22248-79-9	26.360	328.90>109.00	20	328.9>313.9	18
126	狄氏剂(地特灵)	Dieldrin	60-57-1	26.394	276.90>241.00	8	262.9>193.0	34
127	特丁硫磷砜	Terbufos sulfone	56070-16-7	26.493	153.00>97.00	21	199.00>97.00	21
128	腐霉利	Procymidone	32809-16-8	26.560	283.00>96.00	10	283.0>255.0	12
129	氟丁酰草胺	Beflubutamid	113614-08-7	26.593	176.00>91.10	15	221.00>193.00	12
130	除草定	Bromacil	314-40-9	26.660	204.90>187.90	14	204.9>162.0	14
131	三唑乙醇-1(三唑醇)	Triadimenol-1	55219-65-3	26.693	168.10>70.01	10	128.1>65.0	22
132	三唑乙醇-2(三唑醇)	Triadimenol-2	55219-65-3	26.693	168.10>70.01	10	128.1>65.0	22
133	溴苯烯磷	Bromfenvinfos	33399-00-7	26.693	267.00>159.00	15	269.00>161.00	21
134	杀扑磷	Methidathion	950-37-8	26.709	145.00>85.00	8	145.0>58.0	14
135	丙溴磷	Profenofos	41198-08-7	26.759	336.90>266.90	14	338.9>268.9	18
136	普拉草(丙草胺)	Pretilachlor	51218-49-6	26.807	262.10>202.10	10	262.1>174.1	18
137	o,p'-DDD	o,p'-DDD	53-19-0	26.996	235.00>165.00	24	237.0>165.0	28
138	萘丙酰草胺(敌草胺)	Napropamide	15299-99-7	27.025	128.10>72.00	6	128.1>57.0	12
139	甲基克收欣(醚菌酯)	Kresoxim-methyl	143390-89-0	27.054	206.10>116.10	6	206.1>131.1	14

140	异狄氏剂	Endrin	72-20-8	27.141	262.90>191.00	30	244.9>173.0	32
141	乐灭草(噁草酮)	Oxadiazon	19666-30-9	27.141	258.00>175.00	8	258.0>112.0	28
142	己唑醇	Hexaconazole	79983-71-4	27.170	214.00>172.00	20	214.0>159.0	20
143	丁胺磷(抑草磷)	Butamifos	36335-67-8	27.185	286.10>202.10	14	286.1>185.0	30
144	杀螨脂	Chlorfenson	80-33-1	27.446	301.90>175.00	8	301.9>111.0	24
145	克线磷(苯线磷)	Fenamiphos	22224-92-6	27.460	303.10>195.10	8	303.1>154.1	18
146	o,p'-DDT	o,p'-DDT	789-02-6	27.490	235.00>165.00	24	235.0>199.0	16
147	烯菌灵(抑霉唑)	Imazalil	35554-44-0	27.533	215.00>173.00	6	217.0>175.0	6
148	吡氟禾草灵	Fluazifop-butyl	69806-50-4	27.577	282.00>91.10	18	282.00>238.10	18
149	多效唑	Pacllobutrazol	76738-62-0	27.577	236.10>125.00	14	236.1>167.0	10
150	虫螨磷-1	Chlorthiophos-1	60238-56-4	27.606	256.90>239.00	14	256.9>193.0	22
151	稻瘟灵	Isoprothiolane	50512-35-1	27.736	290.10>118.00	14	290.1>204.1	6
152	地胺磷	Mephosfolan	950-10-7	27.823	256.00>170.10	21	256.00>212.20	15
153	甲氧丙净	Methoprotryne	841-06-5	27.823	256.00>170.10	21	256.00>212.10	15
154	硫环磷	Phosfolan	947-02-4	27.911	255.00>227.00	6	255.0>140.0	22
155	虫螨磷-2	Chlorthiophos-2	60238-56-4	27.911	324.90>268.90	14	324.9>296.9	8
156	布瑞莫(乙噁酚磷酸酯)	Bupirimate	41483-43-6	28.012	273.10>193.10	8	273.1>150.1	8
157	杀螨酯(乙酯杀螨醇)	Chlorobenzilate	510-15-6	28.143	251.00>139.00	14	251.0>111.0	28
158	乙氧氟草醚	Oxyfluorfen	42874-03-3	28.336	361.00>300.01	14	252.0>196.0	22
159	除草醚	Nitrofen	1836-75-5	28.370	282.90>162.00	24	202.0>139.0	24
160	虫螨磷-3	Chlorthiophos-3	60238-56-4	28.393	324.90>268.90	14	324.9>296.9	8
161	萎锈灵	Carboxin	5234-68-4	28.451	235.10>143.00	12	235.1>87.0	24
162	福多宁(氟酰胺)	Flutolanil	66332-96-5	28.496	173.00>145.00	14	173.0>95.0	26
163	p,p'-DDD	p,p'-DDD	72-54-8	28.588	235.00>165.00	24	237.0>165.0	22
164	爱杀松(乙硫磷)	Disulfoton sulfone	2497-06-5	28.656	230.90>174.90	6	213.0>125.0	12
165	乙拌磷砷(乙拌砷)	Ethion	563-12-2	28.645	213.00>153.10	14	230.9>184.9	12
166	beta-硫丹	beta-Endosulfan	33213-65-9	28.702	194.90>160.01	8	194.9>125.0	24
167	硫丙磷	Sulprofos	35400-43-2	28.817	322.00>156.00	8	322.0>97.0	24
168	苯氧喹啉(喹氧灵)	Quinoxifen	124495-18-7	28.874	237.10>208.10	28	307.1>272.1	8
169	三氟硝草醚	Fluorodifen	15457-05-3	28.988	190.01>126.00	12	190.01>146.00	6
170	烯唑醇	Diniconazole	83657-24-3	29.023	268.00>232.00	12	268.0>149.0	24
171	肟菌酯	Trifloxystrobin	141517-21-7	29.046	222.10>190.10	4	222.1>162.1	10
172	p,p'-DDT	p,p'-DDT	50-29-3	29.046	235.00>165.00	24	237.0>165.0	26

173	苯草醚	Aclonifen	74070-46-5	29.068	212.00>182.10	15	264.00>194.10	18
174	三硫磷	Carbophenothion	786-19-6	29.114	341.90>157.00	14	157.0>45.0	18
175	灭克落(腈菌唑)	Myclobutanil	88671-89-0	29.194	179.10>125.00	14	179.1>152.0	8
176	环唑醇-1(环丙唑醇)	Cyproconazole-1	94361-06-5	29.206	222.10>125.10	24	222.1>82.0	12
177	本达乐(苯霜灵)	Benalaxyl	71626-11-4	29.240	148.10>105.10	16	148.1>133.1	14
178	环唑醇-2(环丙唑醇)	Cyproconazole-2	94361-06-5	29.251	222.10>125.10	24	222.1>82.0	12
179	胡椒基丁醚(增效醚)	Piperonyl butoxide	51-03-6	29.263	176.10>131.10	12	176.1>117.1	20
180	氟虫腓	Fipronil	120068-37-3	29.354	366.90>212.90	30	368.9>214.9	30
181	丙环唑-1	Propiconazole-1	60207-90-1	29.562	173.00>145.00	16	259.0>69.0	14
182	克温散(敌瘟磷)	Edifenphos	17109-49-8	29.629	310.01>173.00	14	310.0>109.0	26
183	禾草灵	Diclofop-methyl	51338-27-3	29.668	340.01>253.00	14	340.0>281.0	10
184	丙环唑-2	Propiconazole-2	60207-90-1	29.677	173.00>145.00	16	259.0>69.0	14
185	联苯菊酯(氟氯菊酯)	Bifenthrin	82657-04-3	29.889	181.10>166.10	12	181.1>153.1	8
186	三唑磷	Triazophos	24017-47-8	29.937	257.00>162.00	8	257.0>134.0	22
187	吡螨胺(吡螨胺)	Tebufenpyrad	119168-77-3	30.400	333.10>171.10	20	333.1>276.1	8
188	乙螨唑	Etoxazole	153233-91-1	30.593	359.10>187.10	14	359.1>340.1	12
189	溴螨酯	Bromopropylate	18181-80-1	30.619	340.90>182.90	18	340.9>184.9	20
190	胺菊酯-1	Fludioxonil	7696-12-0	30.635	164.10>107.10	14	164.1>135.1	8
191	咯菌腈	Tetramethrin-1	131341-86-1	30.619	248.00>182.00	14	248.0>154.0	20
192	殴杀斯(噁霜灵)	Oxadixyl	77732-09-3	30.660	163.10>132.10	8	163.1>117.1	24
193	氟环唑	Epoxiconazole	106325-08-0	30.702	192.00>138.00	14	192.0>111.0	26
194	胺菊酯-2	Tetramethrin-2	7696-12-0	30.795	164.10>107.10	14	164.1>135.1	8
195	芬普宁(甲氰菊酯)	Fenpropathrin	39515-41-8	30.853	265.10>210.10	12	181.1>152.1	22
196	戊唑醇	Tebuconazole	107534-96-3	30.870	250.10>125.10	22	250.1>153.1	12
197	吡丙醚	Pyriproxyfen	95737-68-1	31.055	136.10>96.00	14	136.1>78.0	20
198	溴苯磷	Leptophos	21609-90-5	31.122	376.90>361.90	24	376.9>268.9	36
199	哌草磷	Piperophos	24151-93-7	31.196	320.10>122.10	14	140.1>98.0	12
200	必芬松(哒嗪硫磷)	Pyridaphenthion	119-12-0	31.249	340.01>199.10	8	340.0>109.1	22
201	苯硫磷	EPN	2104-64-5	31.279	169.10>140.90	8	169.1>77.0	22
202	环嗪酮	Hexazinone	51235-04-2	31.339	171.10>71.00	16	171.1>85.0	16

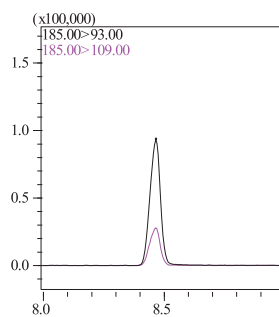
203	咪唑菌酮	Fenamidone	161326-34-7	31.369	268.10>180.10	16	268.1>77.0	28
204	四氯杀螨砜 (三氯杀螨砜)	Tetradifon	116-29-0	31.670	355.90>228.90	12	355.9>159.0	18
205	比芬诺(甲羧除 草醚)	Bifenox	42576-02-3	31.693	340.90>309.90	10	340.9>280.9	12
206	氯氟氰菊酯-1	Cyhalothrin-1	68085-85-8	31.813	197.00>161.00	8	197.0>141.0	12
207	氟丙菊酯-1	Acrinathrin-1	101007-06-1	31.971	289.10>93.00	14	181.1>152.1	26
208	氟丙菊酯-2	Acrinathrin-2	101007-06-1	31.971	289.10>93.00	14	181.1>152.1	26
209	氯氟氰菊酯-2	Cyhalothrin-2	68085-85-8	32.082	197.00>161.00	8	197.0>141.0	12
210	伏杀磷	Phosalone	2310-17-0	32.112	182.00>111.00	14	182.0>138.0	8
211	氯菊酯-1	Permethrin-1	52645-53-1	32.127	183.10>168.10	14	183.1>165.1	14
212	定菌磷(吡菌磷)	Pyrazophos	13457-18-6	32.238	221.10>149.10	14	221.1>193.1	12
213	灭芬草(苯噻酰 草胺)	Mefenacet	73250-68-7	32.260	192.00>136.00	14	192.0>109.0	24
214	氯菊酯-2	Permethrin-2	52645-53-1	32.350	183.10>168.10	14	183.1>165.1	14
215	苯胺磷砜(苯线 磷砜)	fenamiphos-sulf one	31972-44-8	32.402	320.01>292.00	10	320>214	15
216	氯苯嘧啶醇	Fenarimol	60168-88-9	32.409	251.00>139.00	14	251.0>111.0	26
217	吡唑硫磷	Pyraclufos	77458-01-6	32.708	360.10>194.00	14	360.1>139.0	14
218	哒螨灵	Pyridaben	96489-71-3	32.708	147.10>117.10	22	147.1>132.1	14
219	乙基谷硫磷(益 棉磷)	Azinphos-ethyl	2642-71-9	32.815	160.10>132.10	4	160.1>77.0	18
220	氟喹唑	Fluquinconazole	136426-54-5	33.234	340.01>298.00	20	340.0>313.0	14
221	氟氯氰菊酯-1	Cyfluthrin-1	68359-37-5	33.747	226.10>206.10	14	226.1>199.1	6
222	氟氯氰菊酯-2	Cyfluthrin-2	68359-37-5	33.979	226.10>206.10	14	226.1>199.1	6
223	氯氰菊酯-1	Cypermethrin-1	52315-07-8	33.979	181.10>152.10	22	181.1>127.1	22
224	氟氯氰菊酯-3	Cyfluthrin-3	68359-37-5	34.044	226.10>206.10	14	226.1>199.1	6
225	蝇毒磷	Coumaphos	56-72-4	34.239	362.00>109.00	16	362.0>226.0	14
226	氟氯氰菊酯-4	Cyfluthrin-4	68359-37-5	34.109	226.10>206.10	14	226.1>199.1	6
227	氯氰菊酯-2	Cypermethrin-2	52315-07-8	34.184	181.10>152.10	22	181.1>127.1	22
228	氯氰菊酯-3	Cypermethrin-3	52315-07-8	34.304	181.10>152.10	22	181.1>127.1	22
229	氯氰菊酯-4	Cypermethrin-4	5231507-8	34.445	181.10>152.10	22	181.1>127.1	22
230	氟氰菊酯(氟氰 戊菊酯)-1	Flucythrinate-1	70124-77-5	34.640	199.10>157.10	10	199.1>107.1	22

231	啉酰菌胺	Boscalid	188425-85-6	34.953	342.10>140.10	14	342.1>112.1	28
232	氟氰菊酯(氟氰戊菊酯)-2	Flucythrinate-2	70124-77-5	34.986	199.10>157.10	10	199.1>107.1	22
233	腈苯唑	Fenbuconazole	114369-43-6	35.234	198.10>129.10	10	198.1>102.1	24
234	氰戊菊酯-1	Fenvalerate-1	51630-58-1	35.515	419.10>225.10	6	419.1>167.1	12
235	氰戊菊酯-2	Fenvalerate-2 (Esfenvalerate)	51630-58-1	35.937	419.10>225.10	6	419.1>167.1	12
236	氟胺氰菊酯-1	Fluvalinate-1	102851-06-9	36.228	250.10>55.00	20	250.1>200.0	20
237	氟胺氰菊酯-2	Fluvalinate-2	102851-06-9	36.228	250.10>55.00	20	250.1>200.0	20
238	溴氰菊酯-1	Deltamethrin-1	52918-63-5	36.596	252.90>93.00	20	252.9>171.9	8
239	苯醚甲环唑-1	Difenoconazole-1	119446-68-3	36.769	323.00>265.00	14	323.0>202.0	28
240	苯醚甲环唑-2	Difenoconazole-2	119446-68-3	36.855	323.00>265.00	14	323.0>202.0	28
241	溴氰菊酯-2	Deltamethrin-2	52918-63-5	37.190	252.90>93.00	20	252.9>171.9	8

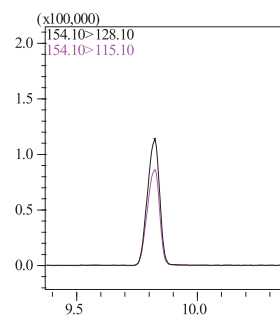
注：中文名称中部分农药带()为同一农药在岛津MRM农残数据库中的名称和标准中的农药名称

2.2 加标样品的典型 MRM 色谱图

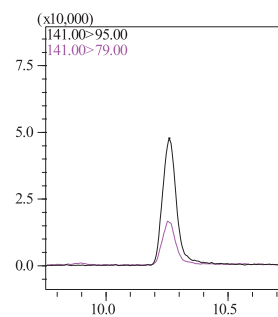
由于篇幅有限，部分化合物 MRM 色谱图如图 2 所示。



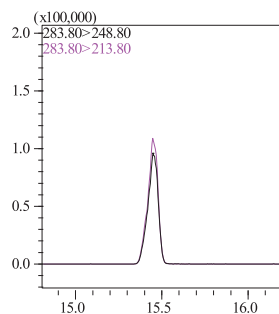
敌敌畏



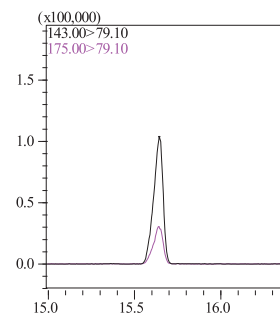
联苯



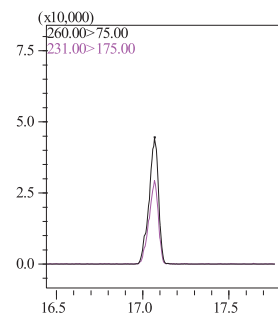
甲胺磷



六氯苯



虫线磷



甲拌磷

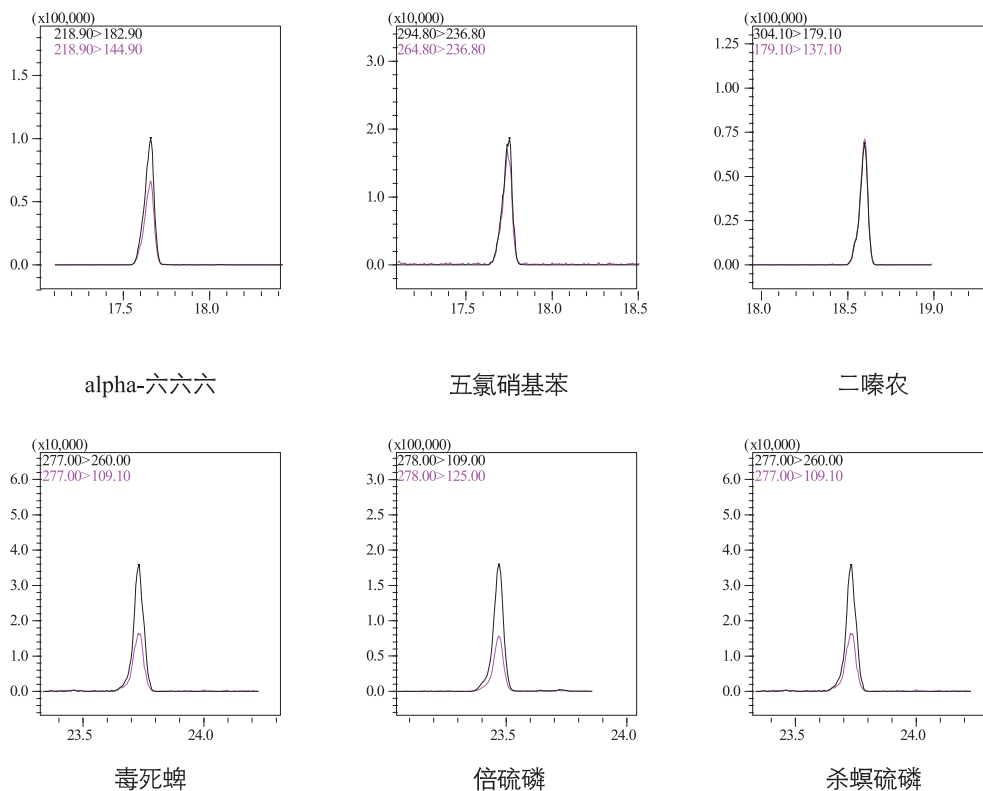
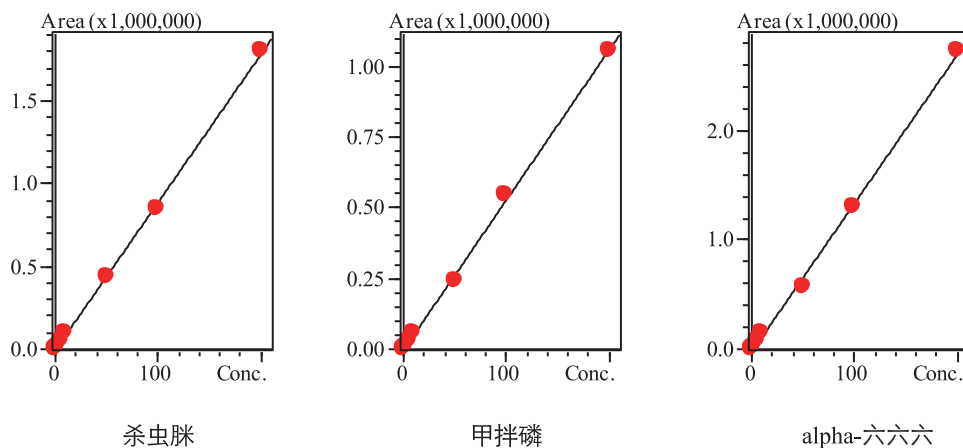
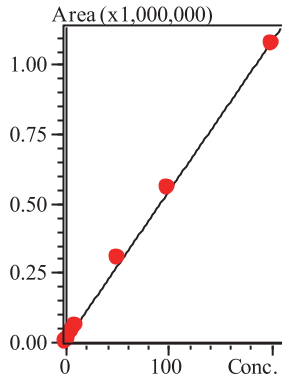


图2 加标样品的MRM色谱图 (100 µg/L)

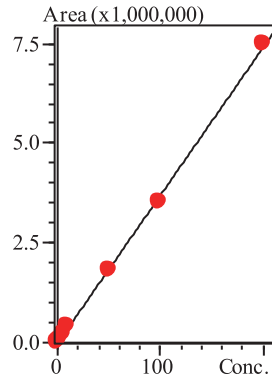
2.3 标准曲线和检出限

使用空白黄瓜基质分别配制 0.5、1、5、10、50、100、200 µg/L 的农残混合标准溶液，取 1 µL 进样，以各组分浓度为横坐标，峰面积为纵坐标做标准曲线。标准曲线如图 3 所示 (由于篇幅有限，只列举部分化合物标准曲线)，标准曲线相关系数、检出限见表 2。根据 5 µg/L 标样数据，以 3 倍信噪比 (Peak to Peak) 计算各化合物的检出限。

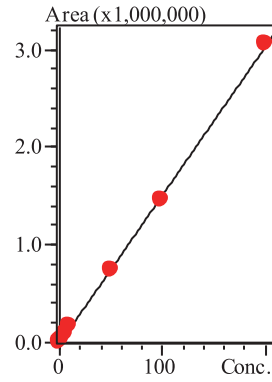




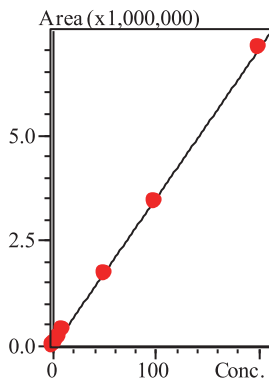
氧化乐果



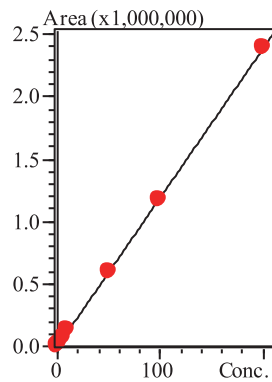
内吸磷



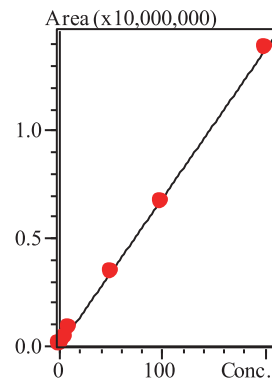
beta-六六六



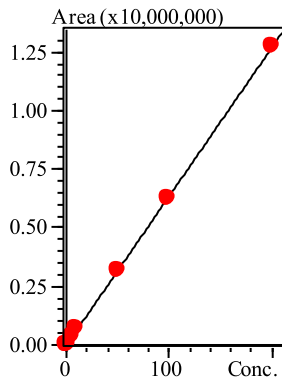
马拉硫磷



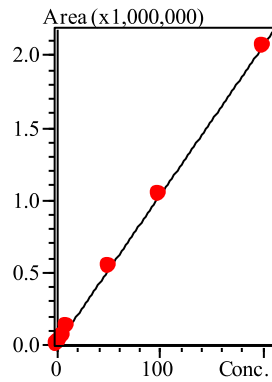
杀螟硫磷



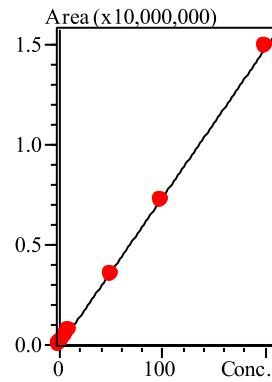
甲拌磷砒



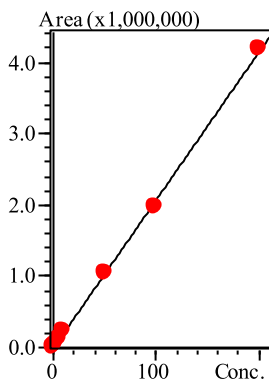
p,p'-DDE



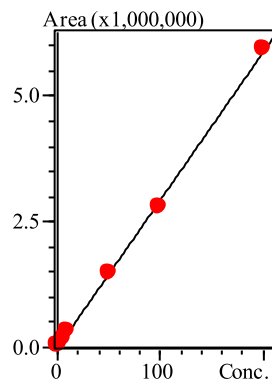
脱叶磷



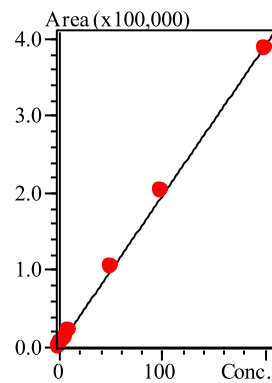
o,p'-DDT



三唑磷



戊唑醇



氟氯氰菊酯

图3 农残标准曲线

表2 各组分相关系数及检出限

ID.	化合物名称	相关系数	检出限 (µg/L)	ID.	化合物名称	相关系数	检出限 (µg/L)
1	苯胺	0.9993	0.13	110	甲拌磷砒	0.9998	0.29
2	硫草敌	0.9996	0.13	111	四克利	0.9997	0.01
3	敌敌畏	0.9998	0.06	112	丁基拉草	0.9999	0.27
4	乃力松	0.9992	1.34	113	噻唑磷	0.9995	0.03
5	联苯	0.9991	0.10	114	p,p'-DDE	0.9999	0.04
6	甲胺磷	0.9993	1.60	115	普硫松	0.9998	0.14
7	敌草腈	0.9992	0.02	116	苯硫威	0.9997	0.03
8	美文松	0.9990	0.16	117	加护松	0.9999	0.01
9	虫螨畏	0.9993	0.02	118	巴毒磷	0.9993	0.01
10	地茂散	0.9993	0.01	119	啞菌胺/灭派林	0.9998	0.13
11	四氯硝基苯	0.9992	0.16	120	脱叶磷	0.9999	0.13
12	草灭特	0.9993	0.24	121	杀虫威	0.9999	0.16
13	乙酰甲胺磷	0.9995	1.43	122	狄氏剂(地特灵)	0.9999	0.01
14	六氯苯	0.9993	0.01	123	特丁硫磷砒	0.9998	0.03
15	虫线磷	0.9995	0.08	124	腐霉利	0.9997	0.10
16	灭克磷	0.9997	0.46	125	氟丁酰草胺	0.9998	0.19
17	梨内二苯胺苯胺	0.9994	0.25	126	除草定	0.9999	0.61
18	丁氟消草	0.9997	0.01	127	三唑乙醇	0.9999	0.16
19	仲丁威	0.9996	0.18	128	溴苯烯磷	0.9999	0.04
20	杀虫脒	0.9995	0.16	129	杀扑磷	0.9999	0.03
21	氟草胺	0.9993	0.12	130	丙溴磷	0.9999	0.37
22	残杀威	0.9998	0.40	131	普拉草	0.9999	0.01
23	甲拌磷	0.9996	0.01	132	o,p'-DDD	0.9996	0.05
24	硫特普	0.9993	0.01	133	萘丙酰草胺	0.9999	0.15
25	氯苯胺灵	0.9992	0.11	134	甲基克收欣	0.9999	0.01
26	alpha-六六六	0.9998	0.01	135	异狄氏剂	0.9999	0.30
27	五氯硝基苯	0.9998	0.01	136	乐灭草	0.9999	0.05
28	甲基乙拌磷	0.9997	0.15	137	己唑醇	0.9999	1.08
29	氧化乐果	0.9996	0.31	138	丁胺磷	0.9999	0.06
30	内吸磷	0.9996	0.15	139	杀螨脂	0.9996	0.01
31	阿特拉通	0.9997	0.15	140	克线磷	0.9997	0.01
32	二嗪农	0.9999	0.01	141	o,p'-DDT	0.9998	0.10
33	野麦畏	0.9995	0.01	142	烯菌灵	0.9998	0.17
34	广灭灵	0.9992	0.09	143	吡氟禾草灵	0.9998	0.03
35	环丙氟灵	0.9995	0.01	144	多效唑	0.9999	0.01
36	百治磷	0.9996	0.31	145	虫螨磷	0.9992	0.12
37	大福松	0.9995	0.01	146	稻瘟灵	0.9999	0.01

38	噁霉胺	0.9996	0.21	147	地胺磷	0.9998	0.09
39	噁丙磷	0.9996	0.01	148	甲氧丙净	0.9999	0.16
40	gamma-六六六	0.9997	0.01	149	硫环磷	0.9998	0.92
41	敌杀磷	0.9998	0.62	150	乙噁酚磺酸酯	0.9999	0.10
42	益多松	0.9998	0.01	151	乙酯杀螨醇	0.9999	0.01
43	扑灭津	0.9996	0.15	152	乙氧氟草醚	0.9995	0.01
44	加保扶	0.9997	1.01	153	除草醚	0.9999	0.08
45	莠去津	0.9998	0.01	154	萎锈灵	0.9994	0.05
46	氯硝胺	0.9998	0.34	155	福多宁	0.9999	0.07
47	西玛津	0.9998	0.10	156	p,p'-DDD	0.9999	0.11
48	巴胺磷	0.9997	0.21	157	爱杀松	0.9999	0.10
48	特丁津	0.9999	0.01	158	乙拌磷砷	0.9998	0.10
50	八甲磷	0.9999	0.03	159	beta-硫丹	0.9999	0.16
51	氯谷隆	0.9999	0.01	160	硫丙磷	0.9999	0.01
52	异稻瘟净	0.9994	0.01	161	苯氧喹啉	0.9999	0.05
53	异丙三唑硫磷	0.9995	0.02	162	三氟硝草醚	0.9998	0.03
54	除线磷	0.9999	0.01	163	烯唑醇	0.9999	0.01
55	五氯苯胺	0.9999	0.16	164	肟菌酯	0.9999	0.01
56	抗蚜威	0.9997	0.01	165	p,p'-DDT	0.9990	0.15
57	炔敌稗	0.9998	0.13	166	苯草醚	0.9999	1.10
58	亚素灵	0.9998	0.11	167	三硫磷	0.9999	0.01
59	甲基毒死蜱	0.9999	0.08	168	灭克落	0.9995	0.03
60	乐果 2	0.9997	0.08	169	环唑醇	0.9999	0.03
61	艾氏剂	0.9998	0.13	170	本达乐	0.9995	0.32
62	乙草胺	0.9998	0.15	171	胡椒基丁醚	0.9999	0.14
63	皮蝇磷	0.9993	0.06	172	氟虫腈	0.9999	0.01
64	敌草净	0.9998	0.13	173	丙环唑	0.9999	0.30
65	甲基立枯磷	0.9998	0.15	174	克温散	0.9998	0.02
66	异丙草胺	0.9997	0.16	175	禾草灵	0.9998	0.01
67	拉草	0.9996	0.15	176	联苯菊酯	0.9999	0.11
68	甲基噁啉磷	0.9998	0.01	177	三唑磷	0.9996	0.18
69	扑草净	0.9996	0.15	178	毗螨胺	0.9999	0.01
70	莠灭净	0.9999	0.13	179	乙螨唑	0.9999	0.01
71	免克宁	0.9998	0.01	180	溴螨酯	0.9998	0.01
72	beta-六六六	0.9997	0.01	181	胺菊酯	0.9998	0.19
73	噻草酮	0.9998	0.10	182	咯菌腈	0.9996	0.02
74	毒死蜱	0.9998	0.15	183	噁霜灵	0.9999	0.12
75	去草净	0.9998	0.03	184	氟环唑	0.9998	0.05
76	甲霜灵	0.9999	0.12	185	甲氧菊酯	0.9999	0.14
77	杀丹	0.9998	0.19	186	戊唑醇	0.9996	0.06

78	毒壤磷	0.9998	0.01	187	吡丙醚	0.9999	0.09
79	异丙净	0.9999	0.01	188	溴苯磷	0.9998	0.02
80	磷胺	0.9998	0.04	189	哌草磷	0.9999	0.01
81	异丙甲草胺	0.9996	0.01	190	必芬松	0.9998	0.08
82	乙基虫螨磷/啉啉 磷	0.9999	0.01	191	苯硫磷	0.9997	0.30
83	delta-六六六	0.9998	0.01	192	环嗪酮	0.9999	0.09
84	福木松	0.9998	0.01	193	咪唑菌酮	0.9999	0.16
85	三氯杀螨醇分解 物	0.9998	0.01	194	四氯杀螨砒	0.9999	0.01
86	倍硫磷	0.9998	0.15	195	比芬诺	0.9999	0.06
87	马拉硫磷	0.9999	0.02	196	氯氟氰菊酯	0.9999	0.32
88	溴硫磷	0.9999	0.01	197	氟丙菊酯	0.9999	0.24
89	乙霉威	0.9999	0.03	198	伏杀磷	0.9999	0.15
90	杀螟硫磷	0.9999	0.15	199	氯菊酯	0.9997	0.16
91	对氧磷	0.9998	0.01	200	定菌磷	0.9998	0.25
92	啉菌环胺	0.9999	0.29	201	灭芬草	0.9998	0.07
93	乙味草黄	0.9998	0.07	202	苯胺磷砒	0.9998	0.14
94	氧异柳磷	0.9998	0.07	203	氯苯啉啉醇	0.9998	0.09
95	二甲戊乐灵	0.9995	0.01	204	吡唑硫磷	0.9999	0.07
96	三泰芬	0.9994	0.12	205	哒螨灵	0.9993	0.07
97	对硫磷	0.9997	0.05	206	乙基谷硫磷	0.9999	0.10
98	o,p'-DDE	0.9999	0.01	207	氟啶唑	0.9999	0.04
99	甲基异柳磷	0.9997	0.02	208	氟氯氰菊酯	0.9999	0.32
100	乙基溴硫磷	0.9999	0.01	209	氯氰菊酯	0.9994	0.72
101	甲拌磷亚砒	0.9998	0.33	210	蝇毒磷	0.9999	0.15
102	亚芬松	0.9999	0.04	211	氟氰菊酯	0.9999	0.12
103	alpha-硫丹	0.9996	0.10	212	啉酰菌胺	0.9994	0.01
104	敌稗	0.9999	0.04	213	腈苯唑	0.9999	0.04
105	啉硫磷	0.9999	0.33	214	氰戊菊酯	0.9999	0.04
106	(Z)-毒虫畏	0.9999	0.09	215	氟胺氰菊酯	0.9996	0.15
107	水胺硫磷	0.9999	0.05	216	溴氰菊酯	0.9999	0.32
108	反-氯丹	0.9999	0.01	217	苯醚甲环唑	0.9997	0.09
109	平克座	0.9998	0.09				

注：乃力松，甲胺磷，乙酰甲胺磷，苯草醚，氯氰菊酯，己唑醇，除草定，硫环磷等化合物浓度范围 5-200 $\mu\text{g/L}$ ，哒螨灵，环嗪酮，环嗪酮，胡椒基丁醚，p,p'-DDD 浓度范围 0.5-100 $\mu\text{g/L}$ ，联苯菊酯、福多宁浓度范围 0.5-50 $\mu\text{g/L}$ ，啉硫磷，氯硝胺，残杀威，氟丁酰草胺，草灭特，氧化乐果，本达乐，苯硫磷，氟氯氰菊酯，溴氰菊酯，甲拌磷砒，甲拌磷亚砒，丁基拉草等浓度范围 1-200 $\mu\text{g/L}$ 。

2.4 回收率和精密度实验

采用阴性黄瓜样品作为空白基质，按照样品前处理过程考察 100 $\mu\text{g/L}$ 浓度添加水平的回收率和精密度，重复提取 6 次，考察方法回收率，100 $\mu\text{g/L}$ 标准品溶液，连续进样 6 次，考察仪器的重复性，测定结果见表 3。

表3 重复性和回收率结果(n=6)

ID.	化合物名称	RSD(%)	回收率(%)	ID.	化合物名称	RSD(%)	回收率(%)
1	苯胺	2.03	85.39	110	甲拌磷砒	2.76	94.15
2	硫草敌	2.61	88.50	111	四克利	2.53	93.40
3	敌敌畏	3.82	90.62	112	丁基拉草	2.12	81.06
4	乃力松	3.93	91.47	113	噻唑膦	4.05	98.74
5	联苯	3.51	93.66	114	p,p'-DDE	1.90	89.01
6	甲胺磷	4.16	84.30	115	普硫松	1.60	86.05
7	敌草腈	1.63	81.92	116	苯硫威	3.67	82.90
8	美文松	2.79	79.68	117	加护松	1.37	94.86
9	虫螨畏	2.83	82.58	118	巴毒磷	3.07	92.10
10	地茂散	2.49	76.71	119	噻菌胺/灭派林	2.35	98.64
11	四氯硝基苯	2.29	95.80	120	脱叶磷	4.60	93.65
12	草灭特	3.53	102.84	121	杀虫威	1.86	84.34
13	乙酰甲胺磷	3.53	83.46	122	狄氏剂(地特灵)	5.49	96.14
14	六氯苯	4.38	96.01	123	特丁硫磷砒	1.91	85.02
15	虫线磷	1.46	81.00	124	腐霉利	4.12	88.20
16	灭克磷	2.23	84.70	125	氟丁酰草胺	3.21	94.46
17	梨内二苯胺苯胺	1.47	85.77	126	除草定	2.68	93.61
18	丁氟消草	2.02	87.75	127	三唑乙醇	1.66	93.43
19	仲丁威	3.78	85.90	128	溴苯烯磷	2.72	89.45
20	杀虫脒	2.26	95.49	129	杀扑磷	1.69	90.75
21	氟草胺	4.74	95.69	130	丙溴磷	2.09	80.77
22	残杀威	4.53	89.32	131	普拉草	3.38	88.01
23	甲拌磷	3.12	87.44	132	o,p'-DDD	1.34	86.96
24	硫特普	2.86	89.53	133	萘丙酰草胺	1.44	73.58
25	氯苯胺灵	3.53	90.96	134	甲基克收欣	5.20	83.75
26	alpha-六六六	1.95	106.83	135	异狄氏剂	3.94	85.41
27	五氯硝基苯	3.57	91.69	136	乐灭草	1.77	89.45
28	甲基乙拌磷	2.37	93.18	137	己唑醇	3.14	86.13
29	氧化乐果	4.20	87.22	138	丁胺磷	0.74	94.32
30	内吸磷	3.77	88.44	139	杀螨脂	2.17	91.00
31	阿特拉通	6.56	75.84	140	克线磷	2.82	89.87
32	二嗪农	4.74	96.97	141	o,p'-DDT	1.36	96.49

33	野麦畏	3.47	103.87	142	烯菌灵	4.66	88.48
34	广灭灵	3.11	88.96	143	吡氟禾草灵	4.16	90.38
35	环丙氟灵	2.25	89.04	144	多效唑	2.98	81.40
36	百治磷	2.84	102.82	145	虫螨磷	2.44	92.05
37	大福松	2.95	86.59	146	稻瘟灵	1.80	87.62
38	啞霉胺	2.82	102.58	147	地胺磷	2.49	87.53
39	啞丙磷	6.77	93.80	148	甲氧丙净	2.89	90.41
40	gamma-六六六	1.72	98.65	149	硫环磷	2.28	91.02
41	敌杀磷	4.26	94.59	150	乙啞酚磺酸酯	1.79	96.88
42	益多松	2.07	87.06	151	乙酯杀螨醇	1.30	94.90
43	扑灭津	2.79	93.50	152	乙氧氟草醚	3.05	93.70
44	加保扶	4.88	96.40	153	除草醚	6.30	75.97
45	莠去津	3.87	98.32	154	萎锈灵	2.53	83.05
46	氯硝胺	4.32	94.66	155	福多宁	0.82	95.84
47	西玛津	2.85	93.79	156	p,p'-DDD	0.39	98.77
48	巴胺磷	9.35	91.30	157	爱杀松	1.90	94.38
48	特丁津	1.18	88.92	158	乙拌磷砒	6.65	76.88
50	八甲磷	1.73	83.95	159	beta-硫丹	1.38	91.59
51	氯谷隆	4.03	90.93	160	硫丙磷	3.49	83.10
52	异稻瘟净	2.31	97.01	161	苯氧喹啉	2.87	84.33
53	异丙三唑硫磷	2.84	104.62	162	三氟硝草醚	2.10	89.88
54	除线磷	5.08	95.03	163	烯唑醇	2.73	90.59
55	五氯苯胺	3.95	88.82	164	肟菌酯	5.16	89.47
56	抗蚜威	1.60	93.77	165	p,p'-DDT	1.35	87.13
57	炔敌稗	3.99	90.61	166	苯草醚	4.96	106.70
58	亚素灵	4.97	90.22	167	三硫磷	5.63	89.55
59	甲基毒死蜱	1.52	82.66	168	灭克落	2.16	89.92
60	乐果 2	2.07	86.72	169	环唑醇	2.46	89.23
61	艾氏剂	0.93	88.98	170	本达乐	1.02	92.53
62	乙草胺	1.14	90.76	171	胡椒基丁醚	2.88	93.70
63	皮蝇磷	3.49	83.14	172	氟虫腈	2.45	84.66
64	敌草净	2.22	95.03	173	丙环唑	3.51	92.04
65	甲基立枯磷	2.82	96.88	174	克温散	1.89	94.83
66	异丙草胺	2.16	93.18	175	禾草灵	4.36	80.22
67	拉草	2.25	90.06	176	联苯菊酯	1.90	96.95
68	甲基啞啞磷	0.74	81.74	177	三唑磷	1.93	98.49
69	扑草净	6.72	79.04	178	毗螨胺	4.05	78.66
70	莠灭净	2.23	85.05	179	乙螨唑	4.24	84.04

71	免克宁	2.03	88.02	180	溴螨酯	0.84	95.47
72	beta-六六六	0.83	105.23	181	胺菊酯	3.85	91.22
73	噻草酮	4.47	101.50	182	咯菌腈	1.27	96.12
74	毒死蜱	3.35	95.90	183	噁霜灵	2.05	90.90
75	去草净	2.95	94.59	184	氟环唑	0.62	99.57
76	甲霜灵	3.59	85.08	185	甲氰菊酯	1.93	89.45
77	杀丹	3.09	90.61	186	戊唑醇	0.82	86.13
78	毒壤磷	1.62	90.22	187	吡丙醚	3.10	94.32
79	异丙净	2.58	82.66	188	溴苯磷	2.10	91.00
80	磷胺	3.10	86.72	189	哌草磷	4.51	97.48
81	异丙甲草胺	0.94	87.38	190	必芬松	3.49	83.73
82	乙基虫螨磷/啞啞 磷	3.27	103.90	191	苯硫磷	3.45	87.55
83	delta-六六六	0.90	98.37	192	环嗪酮	2.73	90.58
84	福木松	5.19	74.87	193	咪唑菌酮	2.12	82.30
85	三氯杀螨醇分解 物	3.14	79.05	194	四氯杀螨砒	1.26	92.07
86	倍硫磷	2.72	93.80	195	比芬诺	4.99	92.58
87	马拉硫磷	2.14	96.12	196	氯氟氰菊酯	4.71	93.50
88	溴硫磷	1.41	94.08	197	氟丙菊酯	3.89	77.63
89	乙霉威	4.49	90.37	198	伏杀磷	1.29	90.06
90	杀螟硫磷	2.89	93.59	199	氯菊酯	4.05	79.40
91	对氧磷	5.50	107.44	200	定菌磷	4.21	84.55
92	啞菌环胺	1.40	91.38	201	灭芬草	0.81	84.34
93	乙味草黄	0.72	90.07	202	苯胺磷砒	2.63	96.14
94	氧异柳磷	2.51	86.94	203	氯苯啞啞醇	0.79	85.02
95	二甲戊乐灵	2.03	85.71	204	吡唑硫磷	3.05	88.20
96	三泰芬	3.02	88.85	205	哒螨灵	2.16	94.46
97	对硫磷	2.43	86.97	206	乙基谷硫磷	5.35	93.61
98	o,p'-DDE	0.96	93.09	207	氟啞啞	2.81	93.43
99	甲基异柳磷	1.28	81.28	208	氟氯氰菊酯	4.55	89.45
100	乙基溴硫磷	2.93	96.08	209	氯氰菊酯	3.56	90.85
101	甲拌磷亚砒	1.10	89.56	210	蝇毒磷	3.27	88.65
102	亚芬松	0.84	94.05	211	氟氰菊酯	2.22	92.44
103	alpha-硫丹	2.12	98.48	212	啞酰菌胺	1.41	95.08
104	敌稗	0.76	93.16	213	腈苯啞	3.34	104.04
105	啞硫磷	4.57	95.90	214	氰戊菊酯	2.68	92.66
106	(Z)-毒虫畏	0.90	82.80	215	氟胺氰菊酯	3.84	89.30
107	水胺硫磷	5.93	96.04	216	溴氰菊酯	3.78	96.12
108	反-氯丹	4.89	85.00	217	苯醚甲环啞	5.00	93.80
109	平克座	2.81	93.88				

■ 结论

本方法采用岛津 GCMS-TQ8050 结合 SHIMADZU-GL WondaPak QuEChERS 前处理包建立了黄瓜中的 217 种农残同时检测的方法。在 0.5~200 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数均在 0.999 以上，检出限在 0.01~1.60 $\mu\text{g/L}$ 。100 $\mu\text{g/L}$ 标准品溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD 均小于 9.35%，精密度良好。100 $\mu\text{g/L}$ 浓度水平加标回收率在 74.87~107.44%。该方法简单方便，抗干扰能力强，检出限低，能够有效的监测蔬菜水果中 217 种农残的含量。