

LC-MS/MS

在蔬菜例行监测项目中的应用



序言

农药在农作物种植和生长过程中的使用十分广泛，然而残留在食物中的农药进入人体会对人体健康造成危害，因此各国对食品中农残的监测和允许的最大残留量都有严格的法规要求。特别是近年来，食品安全事故层出不穷，各国政府不断加强监管力度，对商品中的农药残留量要求越来越严格。面对大量的受管控农药和很低的允许残留量，开发高灵敏分析方法显得更为迫切。

岛津公司作为全球著名的分析仪器厂商，进入中国已经近 30 年，自 1875 年创业以来，始终继承创始人岛津源藏的创业宗旨“以科学技术向社会做贡献”，不断钻研领先时代、满足社会需求的科学技术。长期以来，岛津公司一直关注国内外食品和药品安全，积极应对，及时提供全面、快速有效的整体解决方案。

三重四极杆质谱仪在痕量残留物质的定性定量检测方面有着独特的优势，一直以来在农药残留分析中发挥着重要作用。岛津公司最新推出的三重四极杆液相色谱质谱联用仪 LCMS-8050，具备 32000 个超高速 MRM 通道测定，30,000 u/sec 的超快速扫描速度以及 5 msec 的超快速正负离子切换速度等先进性能，实现真正意义上超快速质谱分析，在同类仪器中居于世界领先水平。

我们研究了 2012-2014 年农业部蔬菜例行监测农药种类，2012 年和 2013 年种类相同，2014 年农药种类略有增加。根据风险评估项目中农药检出率和全国主要蔬菜种植基地调研情况，2014 年在 2012-2013 年的基础上增加了 8 种，2014 年监测农药种类达到 58 种（见附表 1）。本手册中，收录了其中适用于 LC-MS/MS 检测的 37 种农药（见附表 2）进行了方法学考察。建立了针对蔬菜中例行监测项目的完整的解决方案。该方案包含 LC-MS/MS 分离分析条件、MRM 参数、校准曲线信息、仪器检出限、仪器精密度及 QuEChERS 样品前处理方法等相关数据，可供全国各地的农产品质量监督检验测试中心及其他相关监测单位，尤其是岛津 LC-MS/MS 用户使用。

附表 1 2012-2014 年例行监测农药列表

2012-2013 年 50 种	2014 年 58 种
甲胺磷、氧乐果、甲拌磷、对硫磷、甲基对硫磷、甲基异柳磷、水胺硫磷、乐果、敌敌畏、毒死蜱、乙酰甲胺磷、三唑磷、丙溴磷、杀螟硫磷、二嗪磷、马拉硫磷、亚胺硫磷、伏杀硫磷、辛硫磷、六六六、氯氰菊酯、氰戊菊酯、甲氰菊酯、氯氟氰菊酯、氟氯氰菊酯、溴氰菊酯、联苯菊酯、氟胺氰菊酯、氟氰戊菊酯、三唑酮、百菌清、异菌脲、涕灭威（包括涕灭威砒、涕灭威亚砒）、灭多威、克百威（包括 3-羟基克百威）、甲萘威、三氯杀螨醇、腐霉利、五氯硝基苯、乙烯菌核利、氟虫腈、啶虫脒、哒螨灵、苯醚甲环唑、啶菌胺、阿维菌素、除虫脲、灭幼脲、多菌灵、吡虫啉	新增 8 种：烯酰吗啉、虫螨腈、咪鲜胺、二甲戊灵、噻虫嗪、氟啶脲、啉菌酯、甲氨基阿维菌素苯甲酸盐

附表2 适用 LC-MS/MS 的 37 种农药列表

No.	中文名称	英文名称	CAS	检测方法	2012 年收录	2013 年收录	2014 年收录
1	甲胺磷	Methamidophos	10265-92-6	LC-MS/MS	○	○	○
2	乙酰甲胺磷	Acephate	30560-19-1	LC-MS/MS	○	○	○
3	氧乐果	Omethoate	1113-02-6	LC-MS/MS	○	○	○
4	涕灭威亚砒	Sulfoxide aldicarb	30560-19-1	LC-MS/MS	○	○	○
5	涕灭威砒	Sulfone aldicarb	108-62-3	LC-MS/MS	○	○	○
6	灭多威	Methomyl	16752-77-5	LC-MS/MS	○	○	○
7	噻虫嗪	Thiamethoxam	153719-23-4	LC-MS/MS	×	×	○
8	吡虫啉	Imidacloprid	105827-78-9	LC-MS/MS	○	○	○
9	3-羟基克百威	Carbofuran-3-hydroxy	16655-82-6	LC-MS/MS	○	○	○
10	乐果	Dimethoate	60-51-5	LC-MS/MS	○	○	○
11	啶虫脒	Acetamiprid	135410-20-7	LC-MS/MS	○	○	○
12	多菌灵	Carbendazim	10605-21-7	LC-MS/MS	○	○	○
13	涕灭威	Aldicarb	116-06-3	LC-MS/MS	○	○	○
14	克百威	Carbofuran	1563-66-2	LC-MS/MS	○	○	○
15	甲萘威	Carbaryl	63-25-2	LC-MS/MS	○	○	○
16	亚胺硫磷	Phosemet	732-11-6	LC-MS/MS	○	○	○
17	嘧菌酯	Azoxystrobin	131860-33-	LC-MS/MS	×	×	○
18	马拉硫磷	Malathion	121-75-5	LC-MS/MS	○	○	○
19	烯酰吗啉	Dimethomorph	110488-70-5	LC-MS/MS	×	×	○
20	三唑酮	Triadimefon	43121-43-3	LC-MS/MS	○	○	○
21	三唑磷	Triazophos	24017-47-8	LC-MS/MS	○	○	○
22	氟虫腴	Fipronil	120068-37-3	LC-MS/MS	○	○	○
23	除虫脲	Diflubenzuron	35367-38-5	LC-MS/MS	○	○	○
24	灭幼脲	Chlorobenzuron	196791-54-5	LC-MS/MS	○	○	○
25	二嗪磷	Diazinon	333-41-5	LC-MS/MS	○	○	○
26	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	Emamectinbenzoate	137512-74-4	LC-MS/MS	×	×	○
27	辛硫磷	Phoxim	14816-18-3	LC-MS/MS	○	○	○
28	咪鲜胺	Prochloraz	67747-09-5	LC-MS/MS	×	×	○
29	伏杀硫磷	Phosalone	2310-17-0	LC-MS/MS	○	○	○
30	苯醚甲环唑	Difenoconazole	119446-68-3	LC-MS/MS	○	○	○
31	丙溴磷	Profenofos	41198-08-7	LC-MS/MS	○	○	○
32	十三吗啉	Tridemorph	24602-86-6	LC-MS/MS	○	○	○
33	毒死蜱	Chlorpyrifos	2921-88-2	LC-MS/MS	○	○	○
34	二甲戊灵	Pendimethalin	40487-42-1	LC-MS/MS	×	×	○
35	氟啶脲	Chlorfluazuron	71422-67-8	LC-MS/MS	×	×	○
36	哒螨灵	Ppyridaben	96489-71-3	LC-MS/MS	○	○	○
37	阿维菌素	Abamectin	71751-41-2	LC-MS/MS	○	○	○

目录

1 实验方法	1
2 农药信息和监测离子.....	3
3 MRM 分析参数.....	4
4 标准样品的 MRM 色谱图.....	6
5 校准曲线及检出限.....	9
6 精密度实验	14
7 回收率实验	17
8 化合物信息及二级质谱图.....	19
9 MRM 分析同时触发产物离子扫描实验.....	38



SHIMADZU
Excellence in Science

1 实验方法

1.1 样品信息及前处理

1.1.1 标准品

用甲醇配制 500 mg/L 37 种混合标准溶液,用甘蓝基质提取液逐级稀释成 0.1 µg/L、0.5 µg/L、1.0 µg/L、5.0 µg/L、10.0 µg/L、50.0 µg/L 和 100.0 µg/L 的不同浓度的标准样品。

1.1.2 样品前处理

参照美国 AOAC 2007.01 QuEChERS 样品前处理方法,使用岛津技迹 QuEChERS 产品进行样品前处理。具体为:取 15 g 均质样品加入 50 ml 离心管中,加入 15 ml 乙腈/甲酸(99/1, v/v)提取液,涡混后加入 6 g MgSO₄ 和 1.5 g NaOAc, 迅速进行振荡, 然后离心 5 min (8000 rpm)。取上清液 1 ml, 加入盛有 150 mg MgSO₄, 50 mg PSA, 50 mg C18 粉末的离心管中, 涡混离心, 上清液过滤膜后上机。

1.2 分析条件

1.2.1 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-8050 联用系统。具体配置为:

输 液 泵 : LC-30AD×2

在 线 脱 气 机 : DGU-20A5

自 动 进 样 器 : SIL-30AC

柱 温 箱 : CTO-30A

系 统 控 制 器 : CBM-20A

三重四极杆质谱仪: LCMS-8050

色 谱 工 作 站 : LabSolutions Ver. 5.60

1.2.2 液相色谱条件

色 谱 柱: Shim-pack XR-ODSIII, 2.0 mm I.D.×150 mm L., 2.2 µm

流 动 相: A 相-5 mM 醋酸铵+0.02%甲酸水溶液; B 相-甲醇

流 速: 0.4 mL/min

进样体积: 1 µL

柱 温: 40 °C

洗脱方式: 梯度洗脱, B 相初始浓度为 10%, 时间程序如下:

Time(min)	Module	Command	Value
2	Pumps	Pump B Conc	10
5	Pumps	Pump B Conc	50
13	Pumps	Pump B Conc	95
16	Pumps	Pump B Conc	95
16.1	Pumps	Pump B Conc	10
20	Controller	Stop	

1.2.3 质谱条件

离子源：ESI，正负离子同时扫描

离子源接口电压：ESI+：+4.5 kV；ESI-：-3.5 kV

雾化气：氮气 3.0 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：250°C

加热模块 温度：400°C

接口温度：250°C

扫描模式：多反应监测（MRM）



SHIMADZU
Excellence in Science

2 农药信息和监测离子

No.	中文名称	英文名称	CAS	分子式	分子量	检测离子
1	甲胺磷	Methamidophos	10265-92-6	C ₂ H ₈ O ₂ NPS	141.1	[M+H] ⁺
2	乙酰甲胺磷	Acephate	30560-19-1	C ₄ H ₁₀ NO ₃ PS	183.2	[M+H] ⁺
3	氧乐果	Omethoate	1113-02-6	C ₅ H ₁₂ NO ₄ PS	213.2	[M+H] ⁺
4	涕灭威亚砷	Sulfoxide aldicarb	30560-19-1	C ₇ H ₁₄ N ₂ O ₃ S	206.3	[M+H] ⁺
5	涕灭威砷	Sulfone aldicarb	108-62-3	C ₇ H ₁₄ N ₂ O ₄ S	222.3	[M+NH ₄] ⁺
6	灭多威	Methomyl	16752-77-5	C ₅ H ₁₀ N ₂ O ₂ S	162.2	[M+H] ⁺
7	噻虫啉	Thiamethoxam	153719-23-4	C ₈ H ₁₀ ClN ₅ O ₃ S	291.7	[M+H] ⁺
8	吡虫啉	Imidacloprid	105827-78-9	C ₉ H ₁₀ ClN ₅ O ₂	255.7	[M+H] ⁺
9	3-羟基克百威	Carbofuran-3-hydroxy	16655-82-6	C ₁₂ H ₁₅ NO ₄	237.3	[M-OH] ⁺
10	乐果	Dimethoate	60-51-5	C ₅ H ₁₂ NO ₃ PS ₂	229.3	[M+H] ⁺
11	啶虫脒	Acetamiprid	135410-20-7	C ₁₀ H ₁₁ ClN ₄	222.7	[M+H] ⁺
12	多菌灵	Carbendazim	10605-21-7	C ₉ H ₉ N ₃ O ₂	191.2	[M+H] ⁺
13	涕灭威	Aldicarb	116-06-3	C ₇ H ₁₄ N ₂ O ₂ S	190.3	[M+Na] ⁺
14	克百威	Carbofuran	1563-66-2	C ₁₂ H ₁₅ NO ₃	221.3	[M+H] ⁺
15	甲萘威	Carbaryl	63-25-2	C ₁₂ H ₁₁ NO ₂	201.2	[M+H] ⁺
16	亚胺硫磷	Phosemet	732-11-6	C ₁₁ H ₁₂ NO ₄ PS ₂	317.3	[M+H] ⁺
17	嘧菌酯	Azoxystrobin	131860-33-	C ₂₂ H ₁₇ N ₃ O ₅	403.4	[M+H] ⁺
18	马拉硫磷	Malathion	121-75-5	C ₁₀ H ₁₉ O ₆ PS ₂	330.4	[M+H] ⁺
19	烯酰吗啉	Dimethomorph	110488-70-5	C ₂₁ H ₂₂ ClNO ₄	387.9	[M+H] ⁺
20	三唑酮	Triadimefon	43121-43-3	C ₁₄ H ₁₆ ClN ₃ O ₂	293.8	[M+H] ⁺
21	三唑磷	Triazophos	24017-47-8	C ₁₂ H ₁₆ N ₃ O ₃ PS	313.3	[M+H] ⁺
22	氟虫腈	Fipronil	120068-37-3	C ₁₂ H ₄ Cl ₂ F ₆ N ₄ OS	437.2	[M-H] ⁻
23	除虫脲	Diflubenzuron	35367-38-5	C ₁₄ H ₉ ClF ₂ N ₂ O ₂	310.7	[M-H] ⁻
24	灭幼脲	Chlorobenzuron	196791-54-5	C ₁₄ H ₁₀ Cl ₂ N ₂ O ₂	309.2	[M-H] ⁻
25	二嗪磷	Diazinon	333-41-5	C ₁₂ H ₂₁ N ₂ O ₃ PS	304.4	[M+H] ⁺
26	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	Emamectinbenzoate	137512-74-4	C ₄₉ H ₇₇ NO ₁₃	887.5	[M+H] ⁺
27	辛硫磷	Phoxim	14816-18-3	C ₁₂ H ₁₅ N ₂ O ₃ PS	298.3	[M+H] ⁺
28	咪鲜胺	Prochloraz	67747-09-5	C ₁₅ H ₁₆ Cl ₃ N ₃ O ₂	376.7	[M+H] ⁺
29	伏杀硫磷	Phosalone	2310-17-0	C ₁₂ H ₁₅ ClNO ₄ PS ₂	367.8	[M+H] ⁺
30	苯醚甲环唑	Difenoconazole	119446-68-3	C ₁₉ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O ₃	406.3	[M+H] ⁺
31	丙溴磷	Profenofos	41198-08-7	C ₁₁ H ₁₅ BrClO ₃ PS	373.6	[[M+H] ⁺
32	十三吗啉	Tridemorph	24602-86-6	C ₁₉ H ₃₉ NO	297.5	[[M+H] ⁺
33	毒死蜱	Chlorpyrifos	2921-88-2	C ₉ H ₁₁ C ₁₃ NO ₃ PS	350.5	[M+H] ⁺
34	二甲戊灵	Pendimethalin	40487-42-1	C ₁₃ H ₁₉ N ₃ O ₄	281.3	[M+H] ⁺
35	氟啶脲	Chlorfluzuron	71422-67-8	C ₂₀ H ₉ Cl ₃ F ₅ N ₃ O ₃	540.7	[M-H] ⁻
36	哒螨灵	Ppyridaben	96489-71-3	C ₁₉ H ₂₅ ClN ₂ OS	364.9	[M+H] ⁺
37	阿维菌素	Abamectin	71751-41-2	C ₄₉ H ₇₄ O ₁₄	873.1	[M+Na] ⁺

3 MRM 分析参数

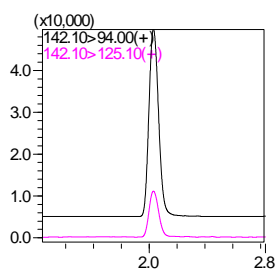
No.	中文名称	英文名称	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias (V)	CE	Q3 Pre Bias (V)
1	甲胺磷	Methamidophos	142.1	94.0*	-28	-14	-17
				125.1	-28	-18	-13
2	乙酰甲胺磷	Acephate	184.0	143.0*	-18	-10	-27
				125.0	-19	-17	-23
3	氧乐果	Omethoate	214.1	183.0*	-15	-11	-19
				155.0	-23	-15	-29
4	涕灭威亚砷	Sulfoxide aldicarb	207.1	89.0*	-14	-14	-15
				132.0	-14	-8	-23
5	涕灭威砷	Sulfone aldicarb	240.1	86.0*	-26	-21	-15
				223.0	-26	-8	-23
6	灭多威	Methomyl	163.0	88.0*	-18	-8	-16
				106.0	-18	-10	-19
7	噻虫嗪	Thiamethoxam	292.0	211.1*	-30	-11	-22
				181.0	-30	-23	-19
8	吡虫啉	Imidacloprid	256.1	209.1*	-27	-14	-22
				175.1	-27	-16	-27
9	3-羟基克百威	Carbofuran-3-hydroxy	220.1	163.1*	-15	-10	-17
				107.0	-15	-27	-19
10	乐果	Dimethoate	230.0	199.0*	-24	-10	-22
				125.0	-24	-21	-21
11	啉虫脒	Acetamiprid	223.1	126.0*	-20	-23	-20
				56.0	-20	-23	-17
12	多菌灵	Carbendazim	192.1	160.1*	-20	-17	-17
				132.1	-20	-28	-23
13	涕灭威	Aldicarb	213.1	89.1*	-22	-14	-15
				116.1	-22	-11	-21
14	克百威	Carbofuran	222.1	165.1*	-23	-9	-17
				123.1	-23	-11	-21
15	甲萘威	Carbaryl	202.1	145.1*	-21	-12	-29
				127.1	-21	-25	-24
16	亚胺硫磷	Phosemet	318.0	160.0*	-23	-17	-29
				77.0	-23	-53	-30
17	嘧菌酯	Azoxystrobin	404.1	372.1*	-30	-15	-26
				329.0	-30	-31	-23
18	马拉硫磷	Malathion	331.0	127.1*	-23	-12	-13
				99.0	-23	-23	-19
19	烯酰吗啉	Dimethomorph	388.1	301.0*	-29	-21	-21
				165.1	-29	-31	-17

20	三唑酮	Triadimefon	294.1	197.1*	-21	-15	-21
				69.2	-21	-22	-29
21	三唑磷	Triazophos	314.1	162.2*	-22	-18	-17
				119.2	-22	-32	-23
22	氟虫腴	Fipronil	435.0	330.0*	12	16	21
				250.0	21	26	24
23	除虫脲	Diflubenzuron	309.0	289.0*	15	9	28
				155.9	15	11	26
24	灭幼脲	Chlorobenzuron	307.0	154.0*	15	11	29
				126.1	15	24	20
25	二嗪磷	Diazinon	305.0	169.1*	-30	-35	-30
				153.1	-30	-30	-30
26	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	Emamectinbenzoate	886.6	158.1*	-26	-36	-17
				126.3	-26	-39	-13
27	辛硫磷	Phoxim	299.1	129.1*	-21	-11	-28
				77.1	-21	-52	-30
28	咪鲜胺	Prochloraz	376.0	308.0*	-27	-12	-21
				265.9	-27	-17	-29
29	伏杀硫磷	Phosalone	368.0	182.1*	-26	-14	-19
				111.0	-26	-37	-20
30	苯醚甲环唑	Difenoconazole	406.1	251.0*	-29	-26	-27
				337.1	-29	-17	-24
31	丙溴磷	Profenofos	372.9	302.8*	-27	-19	-21
				345.0	-27	-13	-24
32	十三吗啉	Tridemorph	372.9	98.2*	-21	-29	-18
				130.2	-21	-25	-24
33	毒死蜱	Chlorpyrifos	351.9	199.9*	-25	-20	-21
				97.0	-25	-32	-17
34	二甲戊灵	Pendimethalin	282.2	212.1*	-30	-11	-22
				194.1	-30	-17	-21
35	氟啶脲	Chlorfluazuron	539.9	519.9*	20	15	34
				357.0	20	21	22
36	吡蚜灵	Ppyridaben	365.1	309.1*	-26	-13	-22
				147.1	-26	-25	-26
37	阿维菌素	Abamectin	895.3	751.2*	-34	-46	-36
				449.1	-34	-50	-21

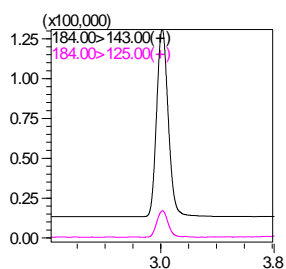
*表示定量离子

4 标准样品的 MRM 色谱图

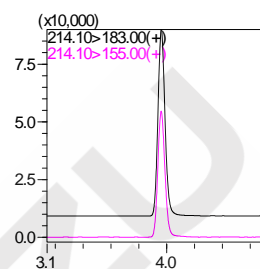
按照 1.2 分析条件对 37 种农药标准品进行分离和检测, 5.0 $\mu\text{g/L}$ 农药标准溶液的色谱图如下:



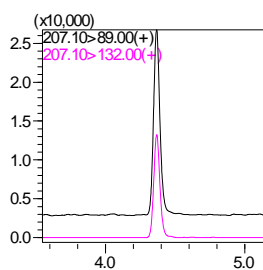
1 甲胺磷



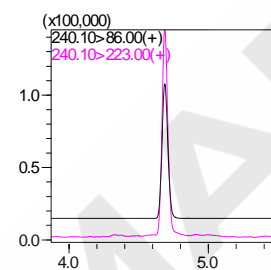
2 乙酰甲胺磷



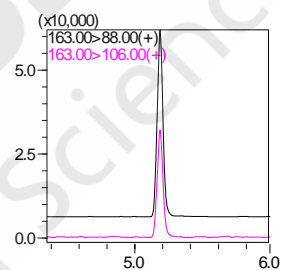
3 氧乐果



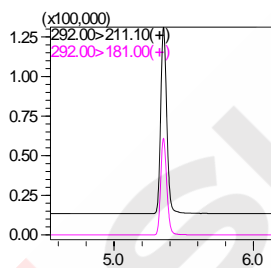
4 涕灭威亚砷



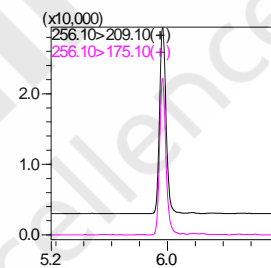
5 涕灭威砷



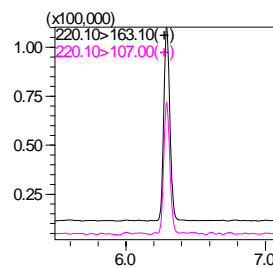
6 灭多威



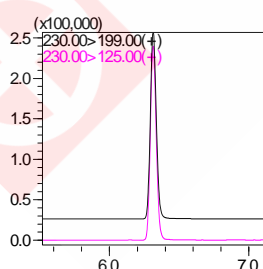
7 噻虫嗪



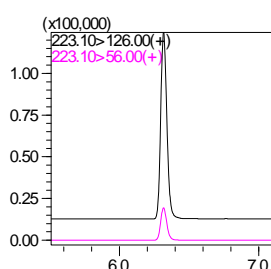
8 吡虫啉



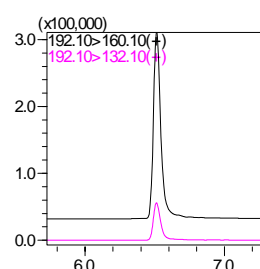
9 3-羟基克百威



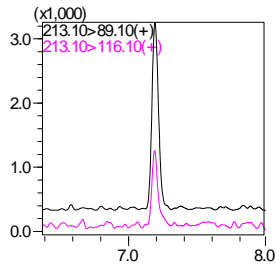
10 乐果



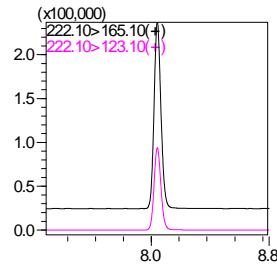
11 啉虫脒



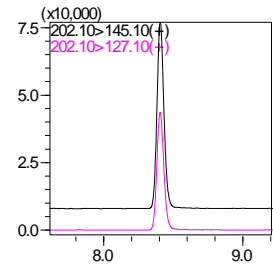
12 多菌灵



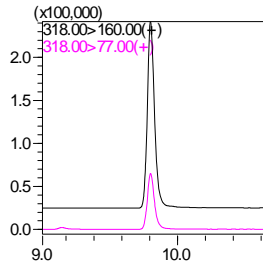
13 涕灭威



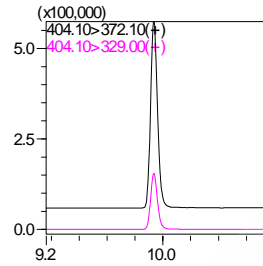
14 克百威



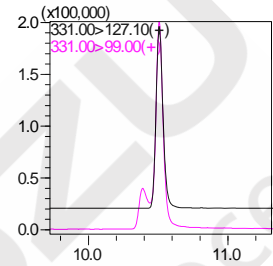
15 甲萘威



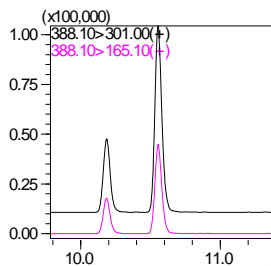
16 亚胺硫磷



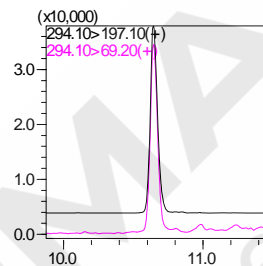
17 噻菌酯



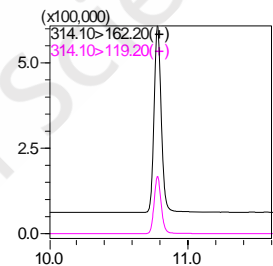
18 马拉硫磷



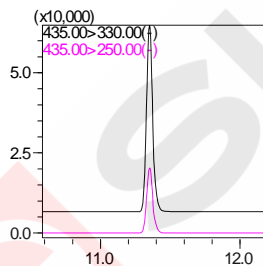
19 烯酰吗啉



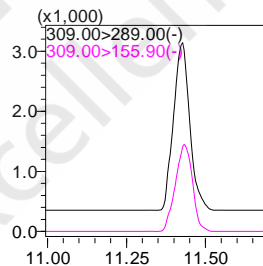
20 三唑酮



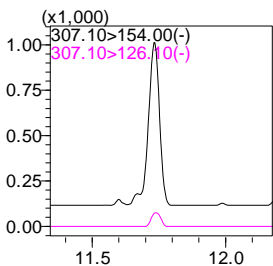
21 三唑磷



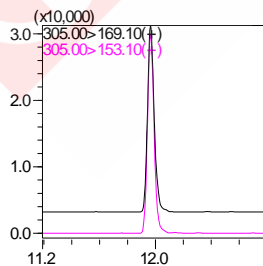
22 氟虫腈



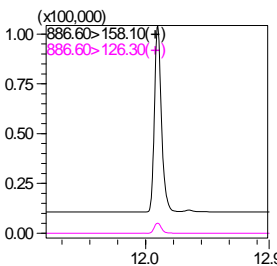
23 除虫脲



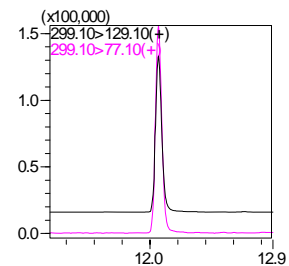
24 灭幼脲



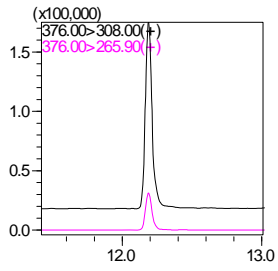
25 二嗪磷



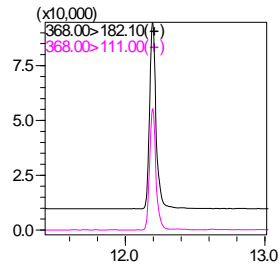
26 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐



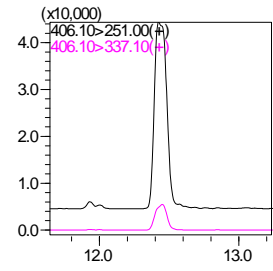
27 辛硫磷



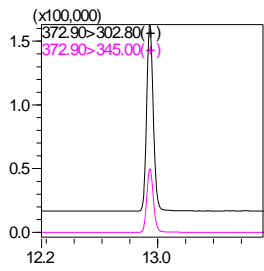
28 咪鲜胺



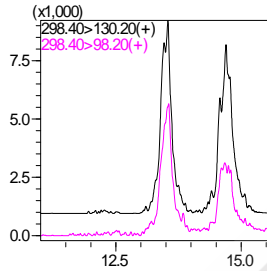
29 伏杀硫磷



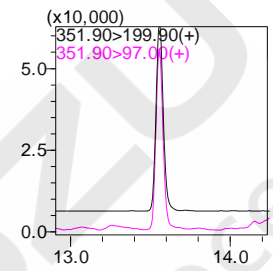
30 苯醚甲环唑



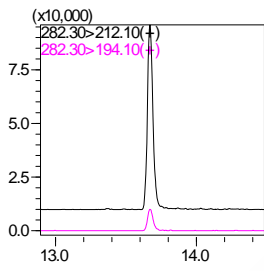
31 丙溴磷



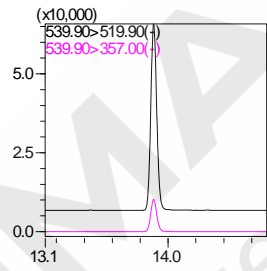
32 十三吗啉



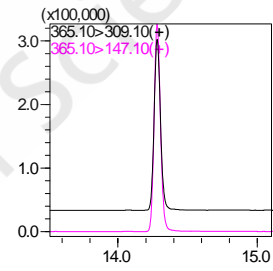
33 毒死蜱



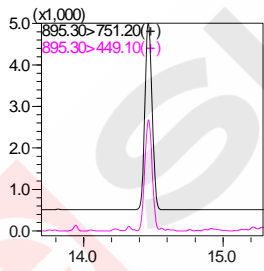
34 二甲戊灵



35 氟啶脲



36 啞螨灵

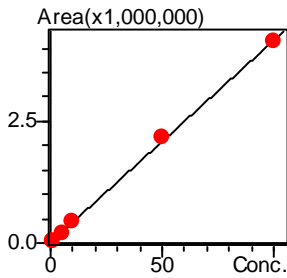


37 阿维菌素

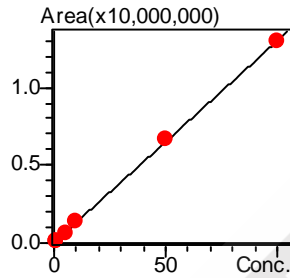
5 校准曲线及检出限

5.1 校准曲线

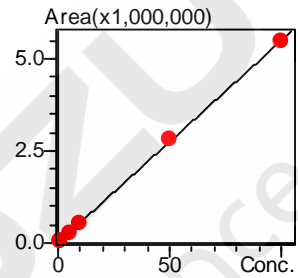
将配制的 0.1 $\mu\text{g/L}$ 、0.5 $\mu\text{g/L}$ 、1.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 和 100.0 $\mu\text{g/L}$ 不同浓度的标准溶液，按 1.2 中的分析条件进行测定，外标法定量。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线如下图所示。



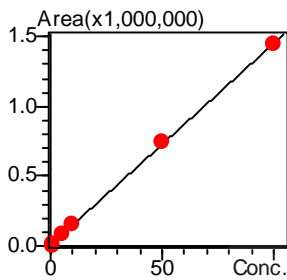
1 甲胺磷



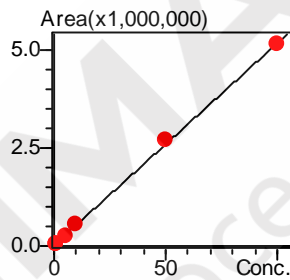
2 乙酰甲胺磷



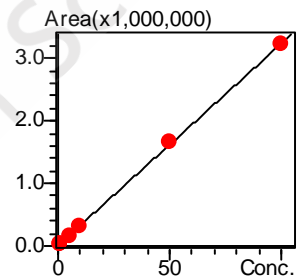
3 氧乐果



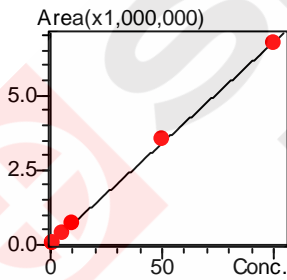
4 涕灭威亚砷



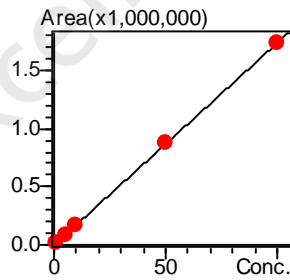
5 涕灭威砷



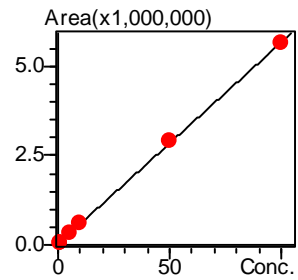
6 灭多威



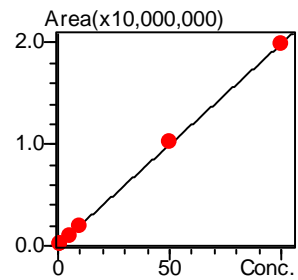
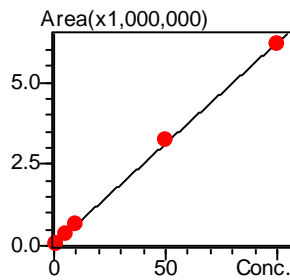
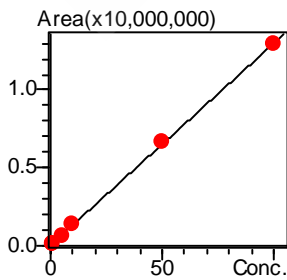
7 噻虫嗪



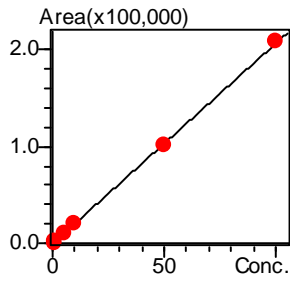
8 吡虫啉



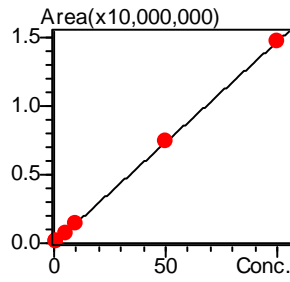
9 3-羟基克百威



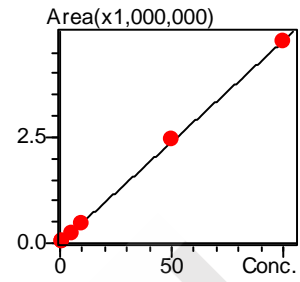
10 乐果



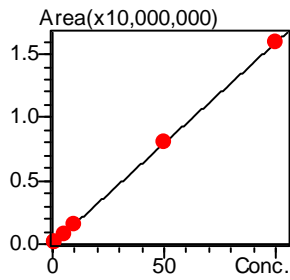
11 啶虫脒



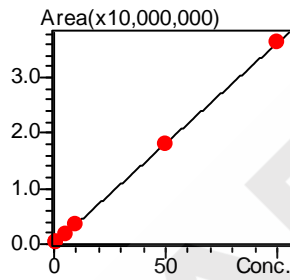
12 多菌灵



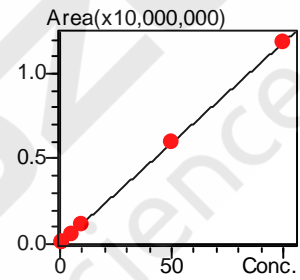
13 涕灭威



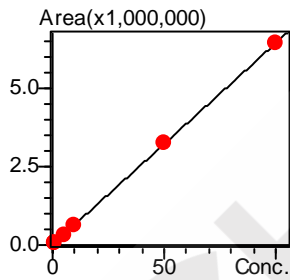
14 克百威



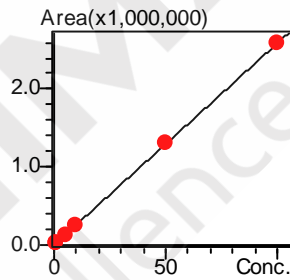
15 甲萘威



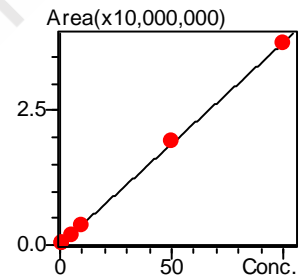
16 亚胺硫磷



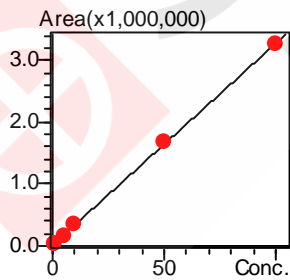
17 嘧菌酯



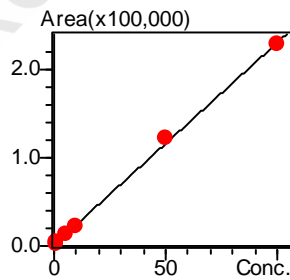
18 马拉硫磷



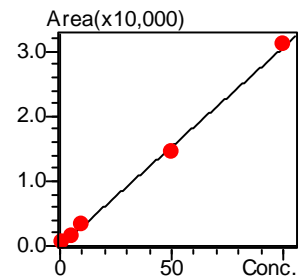
19 烯酰吗啉



20 三唑酮



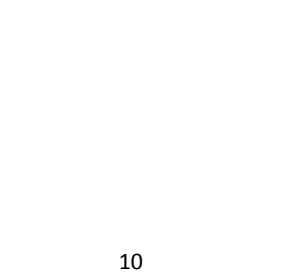
21 三唑磷



22 氟虫腓

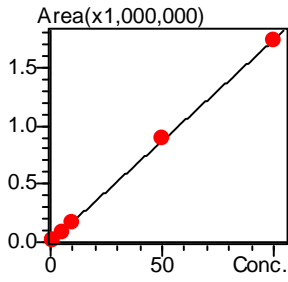


23 除虫脲

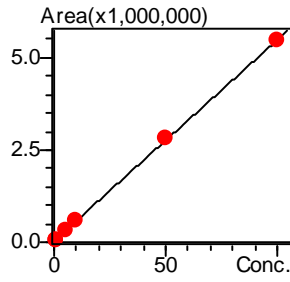


24 灭幼脲

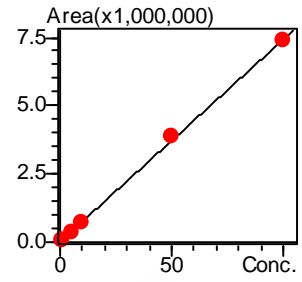




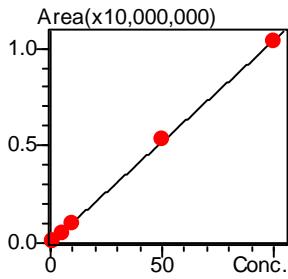
25 二嗪磷



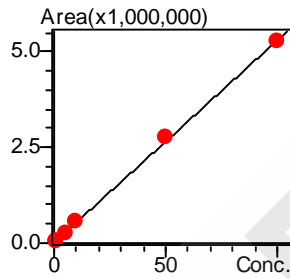
26 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐



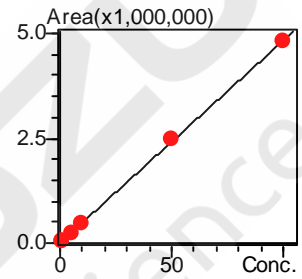
27 辛硫磷



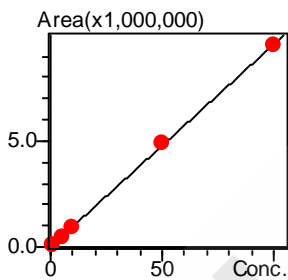
28 咪鲜胺



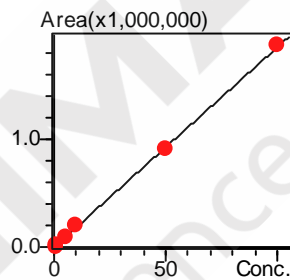
29 伏杀硫磷



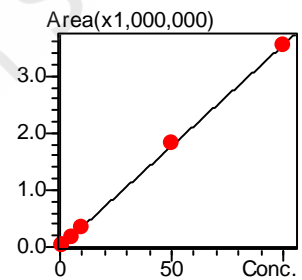
30 苯醚甲环唑



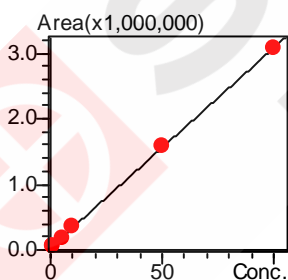
31 丙溴磷



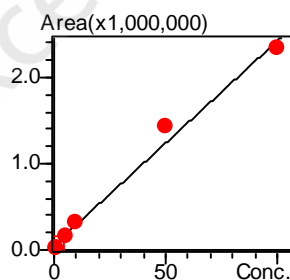
32 十三吗啉



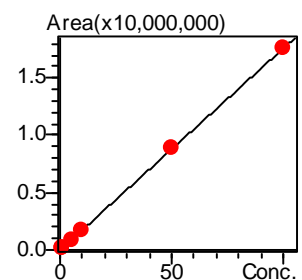
33 毒死蜱



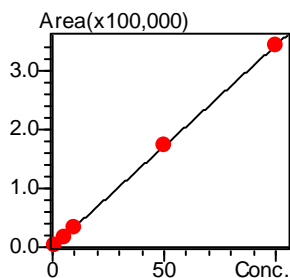
34 二甲戊灵



35 氟啶脲



36 哒螨灵



37 阿维菌素

5.2 校准曲线参数及检出限信息

对各化合物校准曲线最低点浓度进行分析，计算信噪比，以 3.3 倍信噪比算得仪器检出限；以 10 倍信噪比算得仪器定量限。所得曲线线性关系良好，线性方程、相关系数及检出限信息见下表。

编号	名称	校准曲线	相关系数 R	线性范围 ($\mu\text{g/L}$)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	定量限 ($\mu\text{g/L}$)
1	甲胺磷	$Y = (41475.4)X + (13938.7)$	0.9998	0.1~100	0.015	0.045
2	乙酰甲胺磷	$Y = (129572)X + (33404.8)$	0.9998	0.1~100	0.007	0.021
3	氧乐果	$Y = (54805.6)X + (12294.3)$	0.9998	0.1~100	0.006	0.017
4	涕灭威亚砷	$Y = (14449.7)X + (6612.28)$	0.9998	0.1~100	0.032	0.098
5	涕灭威砷	$Y = (51543.8)X + (22157.8)$	0.9995	0.1~100	0.022	0.069
6	灭多威	$Y = (32289.7)X + (8853.14)$	0.9997	0.1~100	0.016	0.048
7	噻虫嗪	$Y = (67514.6)X + (28531.4)$	0.9998	0.1~100	0.008	0.025
8	吡虫啉	$Y = (17363.0)X + (484.271)$	0.9999	0.1~100	0.031	0.094
9	3-羟基克百威	$Y = (56467.0)X + (26547.6)$	0.9998	0.1~100	0.030	0.090
10	乐果	$Y = (129336)X + (53174.2)$	0.9998	0.1~100	0.004	0.013
11	啶虫脒	$Y = (61863.6)X + (38150.4)$	0.9996	0.1~100	0.005	0.015
12	多菌灵	$Y = (198573)X + (46364.2)$	0.9999	0.1~100	0.019	0.056
13	涕灭威	$Y = (2074.70)X + (-433.971)$	0.9999	0.5~100	0.094	0.285
14	克百威	$Y = (146522)X + (7550.16)$	0.9999	0.1~100	0.008	0.025
15	甲萘威	$Y = (47556.5)X + (6742.19)$	0.9999	0.1~100	0.027	0.080
16	亚胺硫磷	$Y = (159095)X + (366.199)$	0.9999	0.1~100	0.007	0.020
17	啉菌酯	$Y = (363283)X + (-31794.8)$	0.9999	0.1~100	0.006	0.019
18	马拉硫磷	$Y = (117989)X + (15747.0)$	0.9999	0.1~100	0.002	0.007
19	烯酰吗啉	$Y = (63984.1)X + (12131.8)$	0.9999	0.1~100	0.006	0.018
20	三唑酮	$Y = (25839.9)X + (3513.01)$	0.9998	0.1~100	0.019	0.056
21	三唑磷	$Y = (375721)X + (57909.7)$	0.9999	0.1~100	0.004	0.011
22	氟虫腈	$Y = (32539.7)X + (16395.5)$	0.9998	0.1~100	0.002	0.007
23	除虫脲	$Y = (1108.95)X + (2191.85)$	0.9990	0.5~100	0.103	0.333
24	灭幼脲	$Y = (305.826)X + (13.6955)$	0.9992	0.5~100	0.143	0.433
25	二嗪磷	$Y = (17328.9)X + (3407.16)$	0.9999	0.1~100	0.017	0.053
26	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	$Y = (54387.2)X + (43170.4)$	0.9999	0.1~100	0.016	0.042

27	辛硫磷	$Y = (74006.1)X + (22096.5)$	0.9998	0.1~100	0.016	0.050
28	咪鲜胺	$Y = (103574)X + (27044.3)$	0.9998	0.1~100	0.005	0.015
29	伏杀硫磷	$Y = (52782.2)X + (15358.1)$	0.9998	0.1~100	0.008	0.025
30	苯醚甲环唑	$Y = (48217.1)X + (9498.49)$	0.9998	0.1~100	0.027	0.081
31	丙溴磷	$Y = (95289.5)X + (18343.9)$	0.9997	0.1~100	0.005	0.015
32	十三吗啉	$Y = (18627.3)X + (-1202.26)$	0.9998	0.5~100	0.080	0.250
33	毒死蜱	$Y = (35434.9)X + (610.194)$	0.9999	0.1~100	0.025	0.074
34	二甲戊灵	$Y = (30405.9)X + (38486.4)$	0.9999	0.5~100	0.051	0.155
35	氟啶脲	$Y = (23654.9)X + (56621.9)$	0.9958	0.1~100	0.004	0.011
36	哒螨灵	$Y = (175892)X + (-8724.95)$	0.9999	0.1~100	0.015	0.046
37	阿维菌素	$Y = (3411.36)X + (462.440)$	0.9999	0.5~100	0.090	0.360



SHIMADZU
Excellence in Science

6 精密度实验

6.1 标准品精密度实验

对 0.5 µg/L、1.0 µg/L 和 5.0 µg/L 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下表所示。3 个浓度标准品的保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.02~0.17%和 0.59~4.89%之间，仪器精密度良好。

编号	名称	RSD% (5.0 µg/L)		RSD% (1.0 µg/L)		RSD% (0.5 µg/L)	
		R.T	Area	R.T	Area	R.T	Area
1	甲胺磷	0.09	1.17	0.12	1.28	0.17	2.41
2	乙酰甲胺磷	0.06	0.54	0.08	0.60	0.15	0.84
3	氧乐果	0.05	1.40	0.06	2.20	0.09	2.01
4	涕灭威亚砷	0.05	1.09	0.05	4.67	0.06	3.45
5	涕灭威砷	0.07	1.32	0.05	1.32	0.06	2.32
6	灭多威	0.07	1.84	0.06	2.41	0.08	3.18
7	噻虫嗪	0.07	0.99	0.06	2.66	0.07	3.65
8	吡虫啉	0.09	1.40	0.06	3.24	0.09	4.00
9	3-羟基克百威	0.06	0.97	0.06	4.74	0.07	4.12
10	乐果	0.06	0.84	0.05	0.89	0.05	2.56
11	啶虫脒	0.06	1.57	0.06	4.89	0.03	3.59
12	多菌灵	0.06	0.72	0.07	4.66	0.09	3.75
13	涕灭威	0.04	2.08	0.12	4.60	0.10	4.53
14	克百威	0.06	0.46	0.08	1.67	0.05	2.63
15	甲萘威	0.04	1.10	0.07	2.47	0.05	4.28
16	亚胺硫磷	0.06	1.40	0.07	1.96	0.04	1.88
17	啉菌酯	0.05	0.83	0.07	1.36	0.05	3.18
18	马拉硫磷	0.05	0.88	0.06	3.27	0.04	1.59
19	烯酰吗啉	0.06	1.35	0.07	2.89	0.04	4.32
20	三唑酮	0.06	2.05	0.05	3.34	0.06	4.00
21	三唑磷	0.06	0.81	0.06	2.08	0.05	1.44
22	氟虫腈	0.05	2.25	0.06	4.50	0.04	4.07
23	除虫脒	0.04	1.58	0.05	3.57	0.05	3.06
24	灭幼脲	0.04	1.89	0.05	3.86	0.06	4.27
25	二嗪磷	0.04	1.58	0.06	1.94	0.03	3.52
26	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	0.04	1.74	0.03	4.58	0.02	3.66
27	辛硫磷	0.04	0.59	0.05	3.76	0.02	2.48
28	咪鲜胺	0.04	1.48	0.04	3.31	0.02	3.55
29	伏杀硫磷	0.04	1.30	0.04	4.76	0.04	4.29
30	苯醚甲环唑	0.06	1.26	0.07	3.22	0.03	3.96
31	丙溴磷	0.02	1.35	0.05	1.69	0.03	2.88

32	十三吗啉	0.10	4.37	0.09	4.39	0.08	4.67
33	毒死蜱	0.03	1.74	0.04	3.96	0.04	1.02
34	二甲戊灵	0.04	3.19	0.04	3.52	0.05	4.06
35	氟啶脲	0.04	3.19	0.04	3.97	0.03	4.75
36	哒螨灵	0.03	0.62	0.03	2.58	0.04	3.08
37	阿维菌素	0.09	3.69	0.04	4.60	0.08	4.45

6.2 基质提取液加标精密度实验

用空白的普通白菜、甘蓝、菜豆三种基质提取液加混标至浓度为 5 $\mu\text{g/L}$ ，连续 20 针进样，考察保留时间和峰面积稳定性，保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在 0.02~0.22% 和 0.63~4.93%之间。具体结果如下表：

编号	名称	RSD% (普通白菜)		RSD% (甘蓝)		RSD% (菜豆)	
		R.T	Area	R.T	Area	R.T	Area
1	甲胺磷	0.11	3.37	0.09	4.64	0.14	4.59
2	乙酰甲胺磷	0.10	3.43	0.11	2.82	0.11	4.19
3	氧乐果	0.17	1.12	0.06	1.31	0.09	1.09
4	涕灭威亚砷	0.08	3.14	0.08	2.36	0.10	3.50
5	涕灭威砷	0.04	1.72	0.06	1.90	0.08	2.43
6	灭多威	0.03	1.28	0.06	1.76	0.08	1.76
7	噻虫嗪	0.03	0.76	0.06	0.88	0.07	1.18
8	吡虫啉	0.04	2.56	0.06	2.04	0.08	3.37
9	3-羟基克百威	0.03	2.04	0.06	1.91	0.07	1.76
10	乐果	0.03	1.27	0.06	1.06	0.07	1.24
11	啶虫脒	0.03	1.23	0.06	1.38	0.07	1.35
12	多菌灵	0.03	0.84	0.06	1.06	0.07	1.32
13	涕灭威	0.05	4.93	0.07	4.17	0.07	4.21
14	克百威	0.05	0.81	0.04	0.70	0.07	0.86
15	甲萘威	0.04	1.69	0.05	1.01	0.08	1.40
16	亚胺硫磷	0.05	2.80	0.05	1.54	0.06	2.11
17	啉菌酯	0.05	1.81	0.05	1.23	0.06	1.81
18	马拉硫磷	0.04	1.14	0.05	0.63	0.05	1.19
19	烯酰吗啉	0.04	0.90	0.05	1.35	0.05	1.65
20	三唑酮	0.04	2.45	0.06	1.76	0.06	2.17
21	三唑磷	0.04	0.83	0.05	0.78	0.05	1.31
22	氟虫腈	0.04	4.52	0.05	3.62	0.05	4.06
23	除虫脲	0.03	4.25	0.06	4.61	0.06	4.38
24	灭幼脲	0.05	4.61	0.07	4.65	0.80	4.24
25	二嗪磷	0.03	4.16	0.04	3.14	0.04	3.92
26	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	0.02	1.34	0.03	1.76	0.04	2.35
27	辛硫磷	0.03	1.75	0.03	1.88	0.04	2.40
28	咪鲜胺	0.02	2.56	0.03	1.00	0.04	1.81

29	伏杀硫磷	0.03	2.22	0.03	1.51	0.04	1.74
30	苯醚甲环唑	0.03	3.12	0.03	2.06	0.04	1.93
31	丙溴磷	0.02	1.91	0.03	1.34	0.03	1.65
32	十三吗啉	0.16	4.48	0.22	4.12	0.21	4.66
33	毒死蜱	0.02	1.68	0.03	2.17	0.03	1.90
34	二甲戊灵	0.02	4.19	0.03	4.19	0.03	4.06
35	氟啶脲	0.02	4.12	0.03	4.59	0.03	3.38
36	哒螨灵	0.02	1.05	0.02	1.02	0.03	1.28
37	阿维菌素	0.03	4.38	0.04	4.33	0.03	4.58



SHIMADZU
Excellence in Science

7 回收率实验

将空白甘蓝样品进行 5.0 $\mu\text{g/L}$ 和 50.0 $\mu\text{g/L}$ 浓度加标后,按照 1.3 中样品前处理方法处理后上机,平行 3 份样品考察回收率和 RSD。具体结果如下,5.0 $\mu\text{g/L}$ 加标回收率在 80.5 ~ 105.2%之间,50.0 $\mu\text{g/L}$ 加标回收率在 89.6 ~ 104.5%之间。

编号	名称	5.0 $\mu\text{g/L}$ (甘蓝)		50.0 $\mu\text{g/L}$ (甘蓝)	
		平均回收率 (%)	RSD%	平均回收率 (%)	RSD%
1	甲胺磷	93.7	3.37	97.6	2.64
2	乙酰甲胺磷	87.6	2.35	96.0	2.05
3	氧乐果	96.7	3.17	95.5	2.13
4	涕灭威亚砷	85.5	5.55	98.8	3.45
5	涕灭威砷	88.9	3.25	95.6	3.27
6	灭多威	95.6	3.82	98.9	4.67
7	噻虫嗪	98.9	3.53	93.1	2.04
8	吡虫啉	88.6	4.34	94.6	2.03
9	3-羟基克百威	89.6	4.21	90.3	3.56
10	乐果	88.3	4.85	94.2	3.06
11	啶虫脒	88.2	3.74	89.6	2.80
12	多菌灵	93.8	4.30	98.7	3.56
13	涕灭威	97.0	3.15	93.9	3.74
14	克百威	92.7	3.92	93.5	3.56
15	甲萘威	86.9	4.31	96.2	2.83
16	亚胺硫磷	89.8	5.18	104.5	2.67
17	嘧菌酯	91.8	4.13	95.6	1.23
18	马拉硫磷	91.7	4.28	95.0	376
19	烯酰吗啉	92.5	4.87	97.0	3.88
20	三唑酮	86.9	4.14	98.3	4.04
21	三唑磷	89.8	4.12	98.9	3.61
22	氟虫腈	91.8	3.05	99.9	3.09
23	除虫脲	81.7	2.95	100.5	3.79
24	灭幼脲	80.5	4.87	96.2	2.90
25	二嗪磷	89.9	4.16	95.8	1.57
26	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	91.1	5.34	93.5	1.45
27	辛硫磷	88.7	5.75	96.9	0.86
28	咪鲜胺	93.2	5.56	104.5	2.63
29	伏杀硫磷	89.9	4.22	98.9	2.34
30	苯醚甲环唑	92.3	3.16	97.5	3.19
31	丙溴磷	86.9	5.91	96.9	3.22
32	十三吗啉	81.1	4.48	98.3	3.70
33	毒死蜱	95.9	4.60	96.9	2.86

34	二甲戊灵	88.6	4.19	103.1	3.51
35	氟啶脲	90.6	4.12	98.3	4.16
36	吡螨灵	88.3	3.05	99.2	2.70
37	阿维菌素	105.2	5.38	103.0	5.28



8 化合物信息及二级质谱图

1. 甲胺磷

英文名称: Methamidophos

结构式:

CAS#: 10265-92-6

分子式: $C_2H_8O_2NPS$

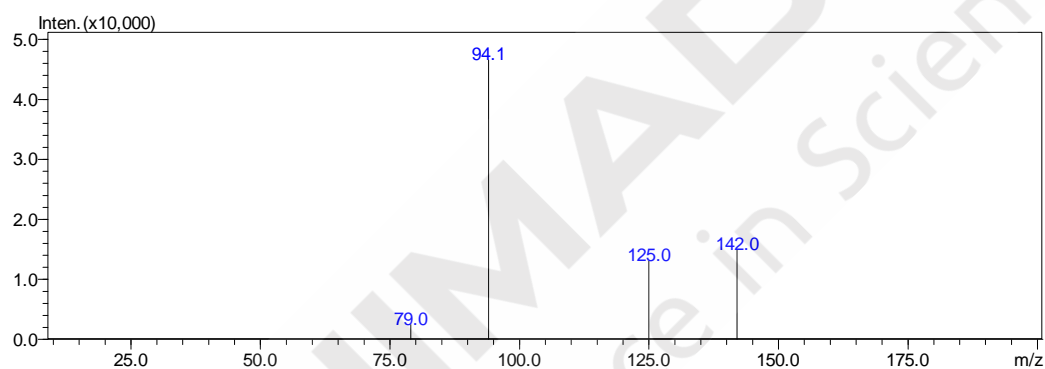
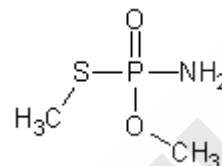
MW: 141.1

离子: $[M+H]^+$

m/z: 142.1

碰撞能 (CE): -16V

质谱图:



2. 乙酰甲胺磷

英文名称: Acephate

结构式:

CAS#: 30560-19-1

分子式: $C_4H_{10}NO_3PS$

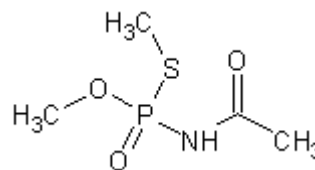
MW: 183.2

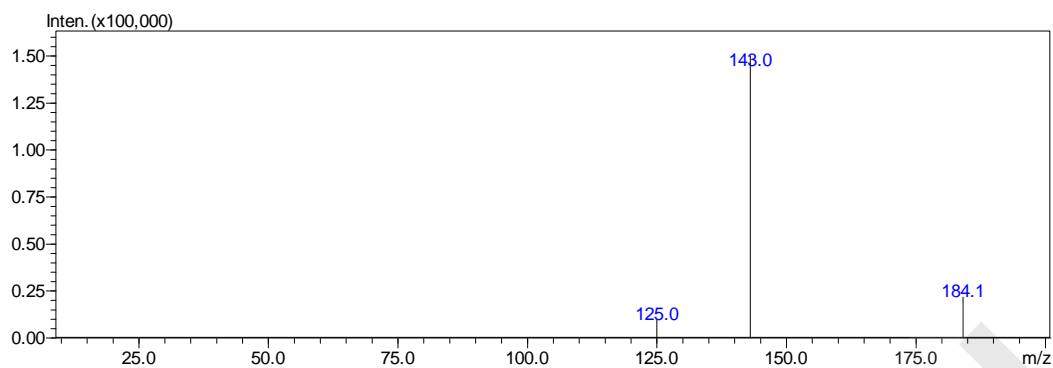
离子: $[M+H]^+$

m/z: 184.2

碰撞能 (CE): -8V

质谱图:





3. 氧乐果

英文名称: Omethoate

结构式:

CAS#: 1113-02-6

分子式: $C_5H_{12}NO_4PS$

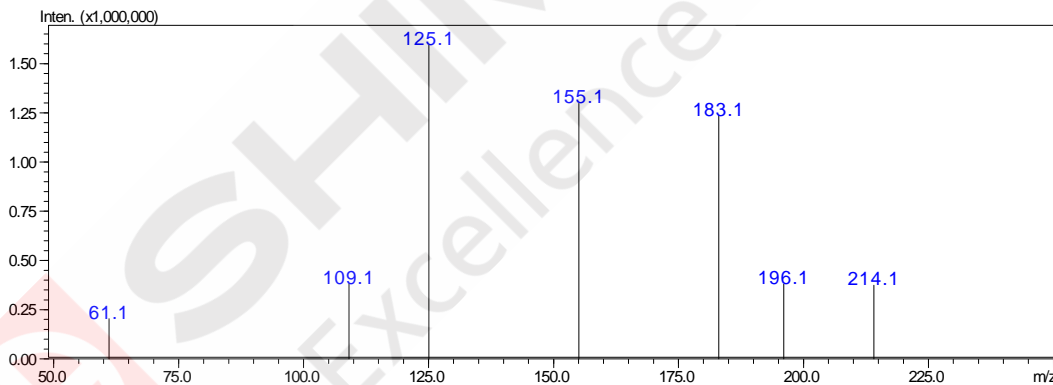
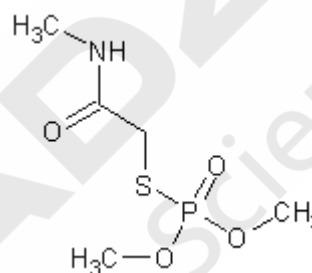
MW: 213.2

离子: $[M+H]^+$

m/z: 214.1

碰撞能 (CE): -14V

质谱图:



4. 涕灭威亚砷

英文名称: Aldicarb-sulfoxide

结构式:

CAS#: 1646-87-3

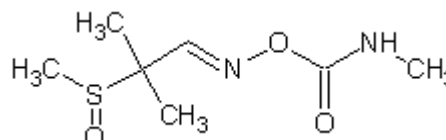
分子式: $C_7H_{14}N_2O_3S$

MW: 206.3

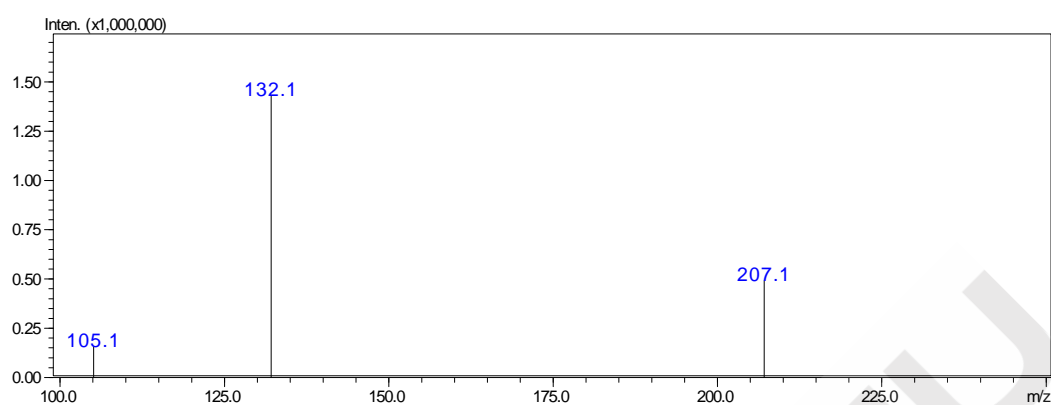
离子: $[M+H]^+$

m/z: 207.1

碰撞能 (CE): -8V



质谱图:



5. 涕灭威砒

英文名称: Aldicarb-sulfone

结构式:

CAS#: 1646-88-4

分子式: $C_7H_{14}N_2O_4S$

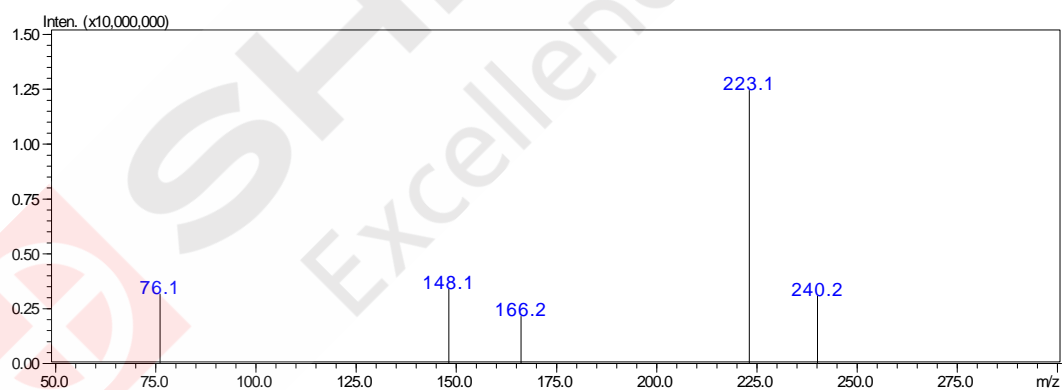
MW: 222.3

离子: $[M+NH_4]^+$

m/z: 240.1

碰撞能 (CE): -10V

质谱图:



6. 灭多威

英文名称: Methomyl

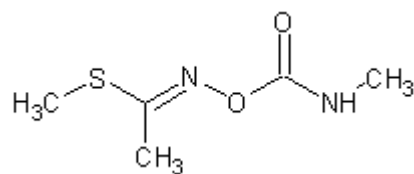
结构式:

CAS#: 16752-77-5

分子式: $C_5H_{10}N_2O_2S$

MW: 162.2

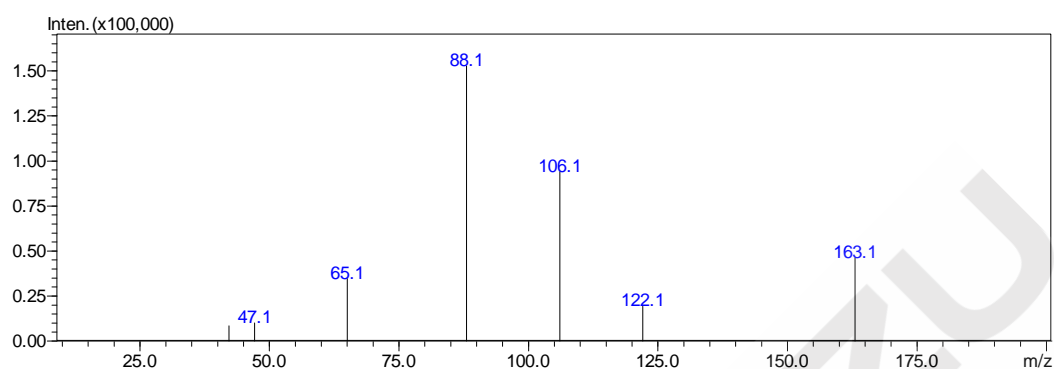
离子: $[M+H]^+$



m/z: 163.1

碰撞能 (CE): -9V

质谱图:



7. 噻虫嗪

英文名称: Thiamethoxam

结构式:

CAS#: 153719-23-4

分子式: $C_8H_{10}ClN_5O_3S$

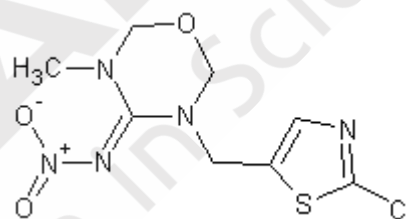
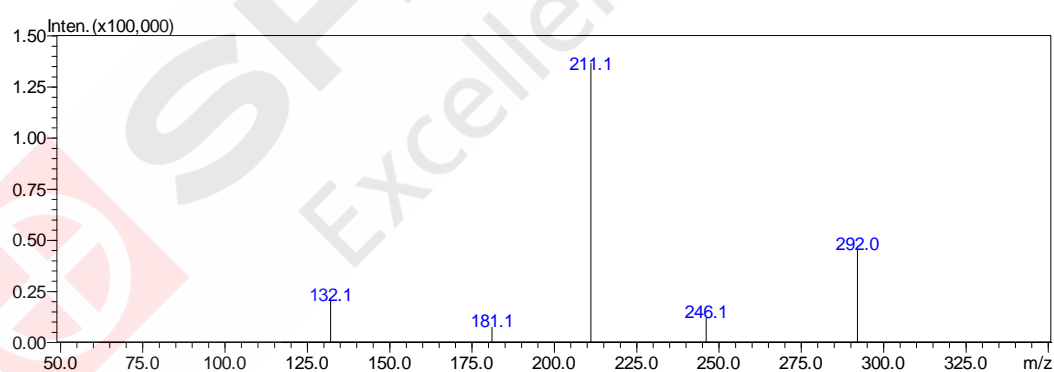
MW: 291.7

离子: $[M+H]^+$

m/z: 292.0

碰撞能 (CE): -10V

质谱图:



8. 吡虫啉

英文名称: Imidacloprid

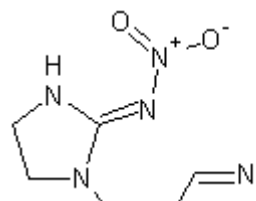
结构式:

CAS#: 105827-78-9

分子式: $C_9H_{10}ClN_5O_2$

MW: 255.7

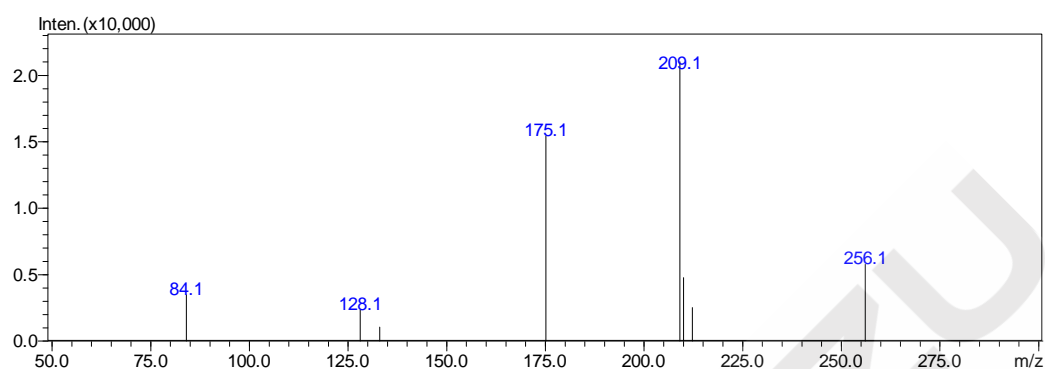
离子: $[M+H]^+$



m/z: 256.1

碰撞能 (CE): -14V

质谱图:



9. 3-羟基克百威

英文名称: Carbofuran-3-hydroxy

结构式:

CAS#: 16655-82-6

分子式: $C_{12}H_{15}NO_4$

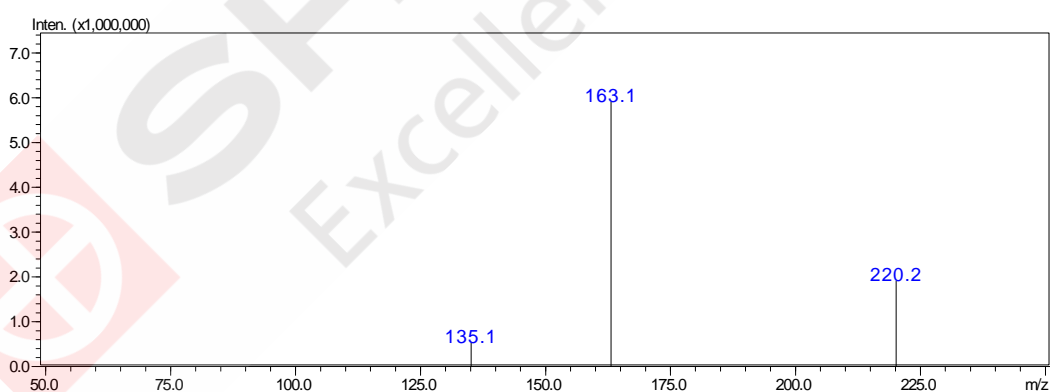
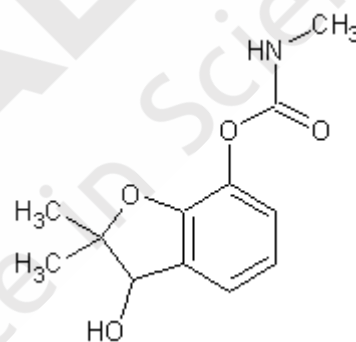
MW: 237.3

离子: $[M-OH]^+$

m/z: 220.2

碰撞能 (CE): -8 V

质谱图:



10. 乐果

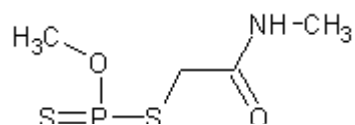
英文名称: Dimethoate

结构式:

CAS#: 60-51-5

分子式: $C_5H_{12}NO_3PS_2$

MW: 229.3

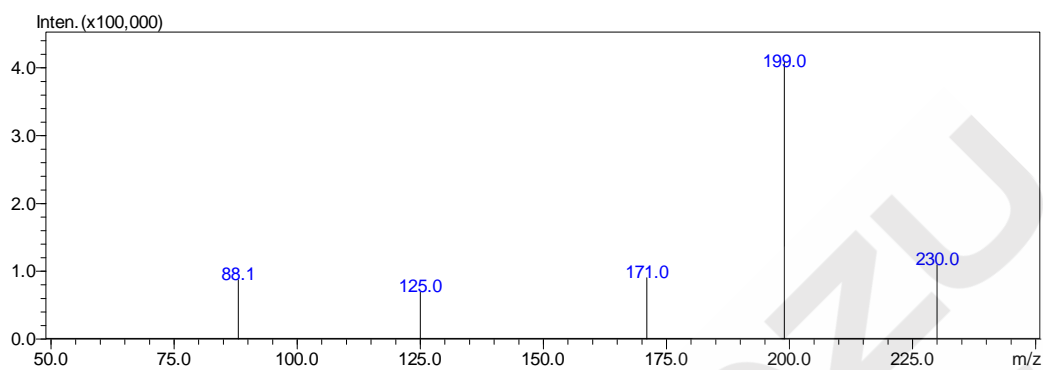


离子: $[M+H]^+$

m/z: 230.0

碰撞能 (CE): -10V

质谱图:



11. 啉虫脒

英文名称: Acetamiprid

结构式:

CAS#: 135410-20-7

分子式: $C_{10}H_{11}ClN_4$

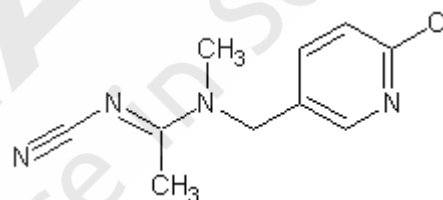
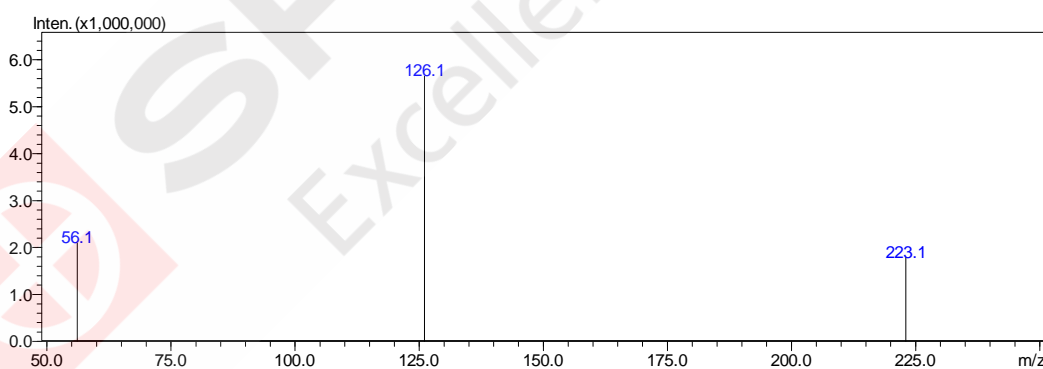
MW: 222.7

离子: $[M+H]^+$

m/z: 223.1

碰撞能 (CE): -16V

质谱图



12. 多菌灵

英文名称: Carbendazim

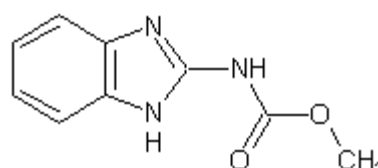
结构式:

CAS#: 10605-21-7

分子式: $C_9H_9N_3O_2$

MW: 191.2

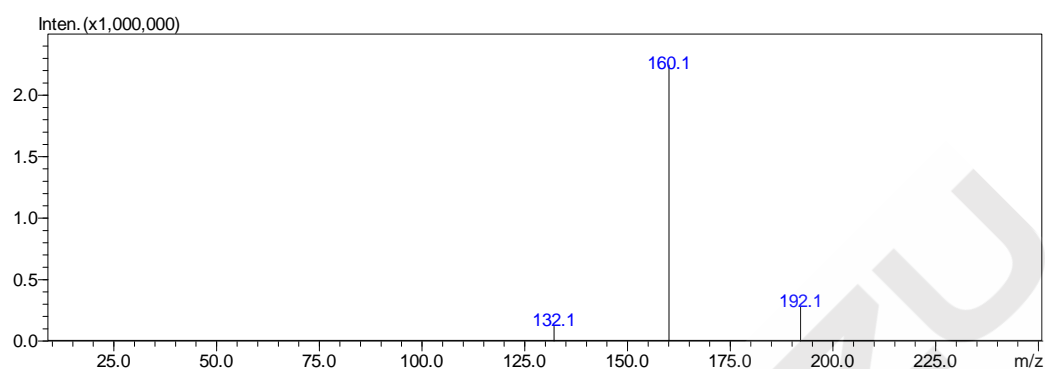
离子: $[M+H]^+$



m/z: 192.1

碰撞能 (CE): -17V

质谱图:



13. 涕灭威

英文名称: Aldicarb

结构式:

CAS#: 116-06-3

分子式: $C_7H_{14}N_2O_2S$

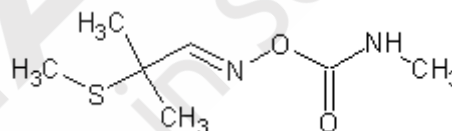
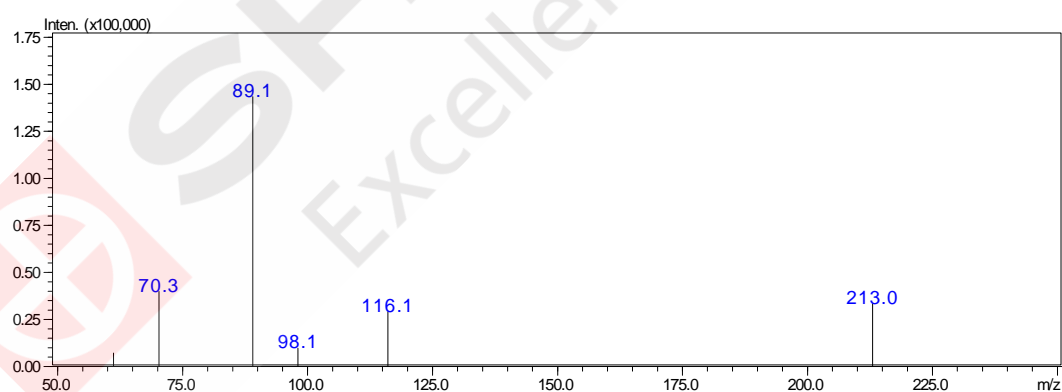
MW: 190.3

离子: $[M+Na]^+$

m/z: 213.0

碰撞能 (CE): -17V

质谱图:



14. 克百威

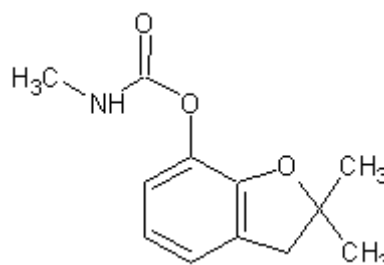
英文名称: Carbofuran

结构式:

CAS#: 1563-66-2

分子式: $C_{12}H_{15}NO_3$

MW: 221.3

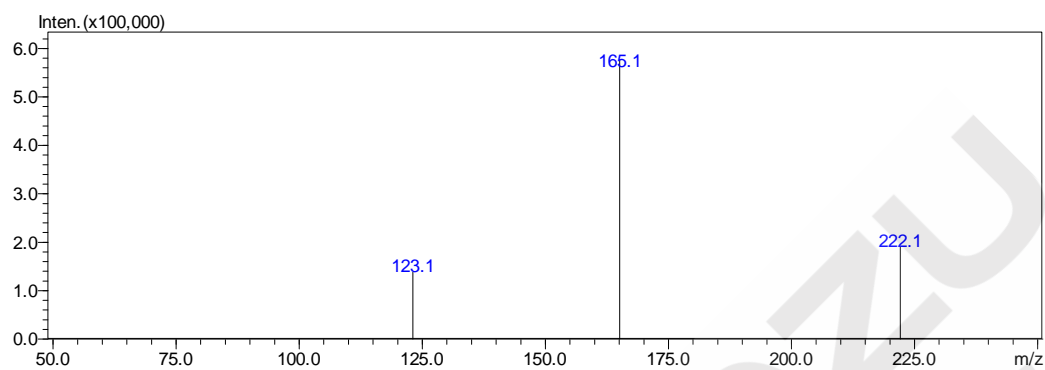


离子: $[M+H]^+$

m/z: 222.1

碰撞能 (CE): -11V

质谱图:



15. 甲萘威

英文名称: Carbaryl

结构式:

CAS#: 63-25-2

分子式: $C_{12}H_{11}NO_2$

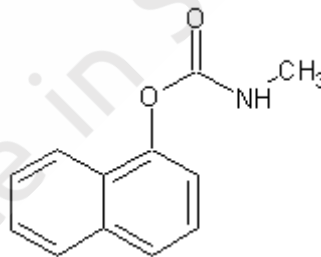
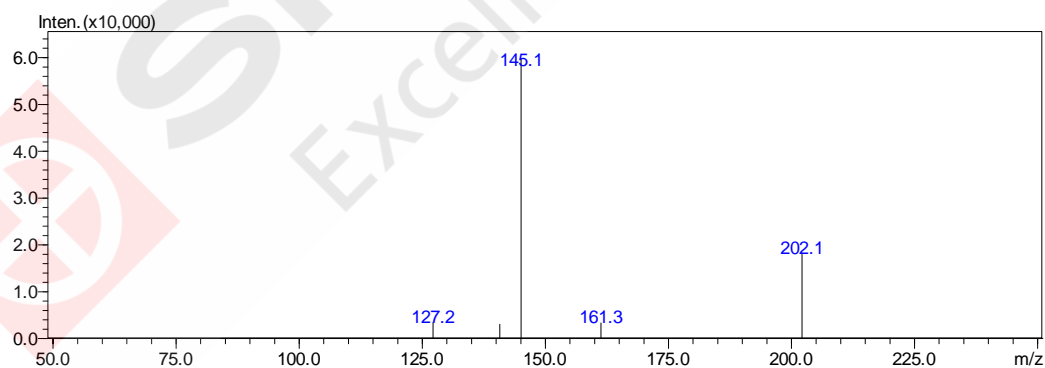
MW: 201.2

离子: $[M+H]^+$

m/z: 202.1

碰撞能 (CE): -5V

质谱图:



16. 亚胺硫磷

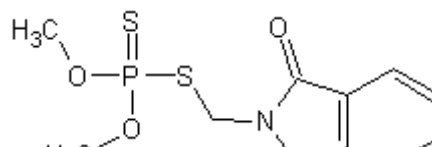
英文名称: Phosemet

结构式:

CAS#: 732-11-6

分子式: $C_{11}H_{12}NO_4PS_2$

MW: 317.3

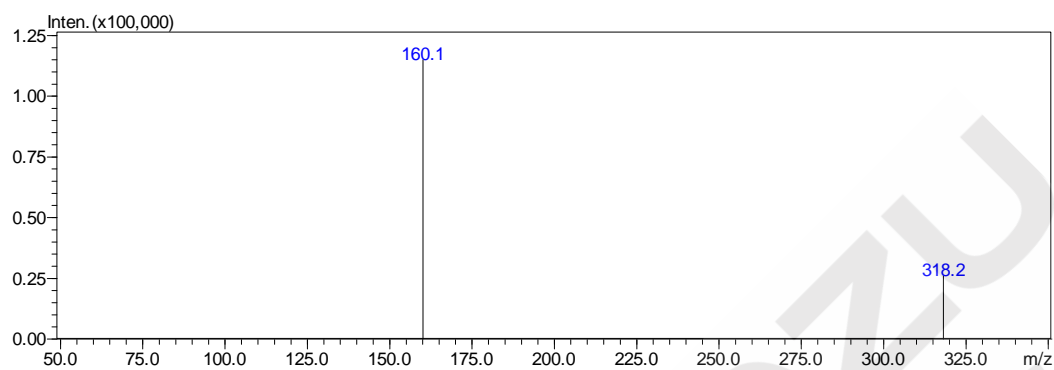


离子: $[M+H]^+$

m/z: 318.0

碰撞能 (CE): -10V

质谱图:



17. 嘧菌酯

英文名称: Azoxystrobin

结构式:

CAS#: 131860-33-8

分子式: $C_{22}H_{17}N_3O_5$

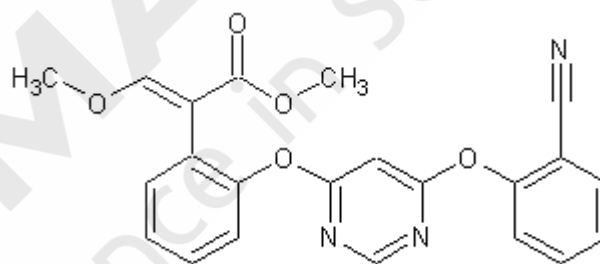
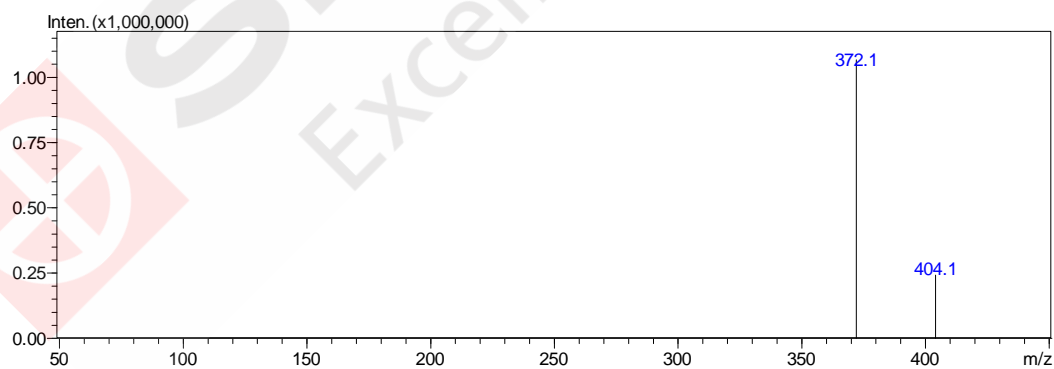
MW: 403.4

离子: $[M+H]^+$

m/z: 404.1

碰撞能 (CE): -12V

质谱图:



18. 马拉硫磷

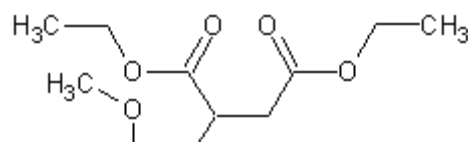
英文名称: Malathion

结构式:

CAS#: 121-75-5

分子式: $C_{10}H_{19}O_6PS_2$

MW: 330.4

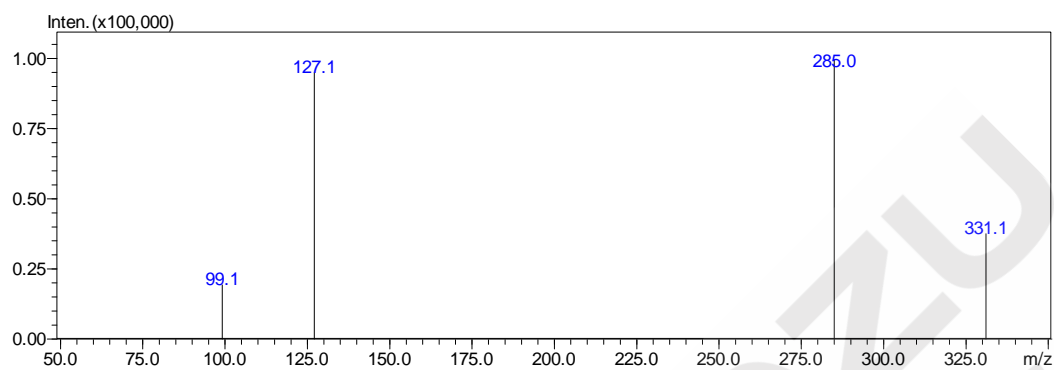


离子: $[M+H]^+$

m/z: 331.0

碰撞能 (CE): -9V

质谱图:



19. 烯酰吗啉

英文名称: Dimethomorph

CAS#: 110488-70-5

分子式: $C_{21}H_{22}ClNO_4$

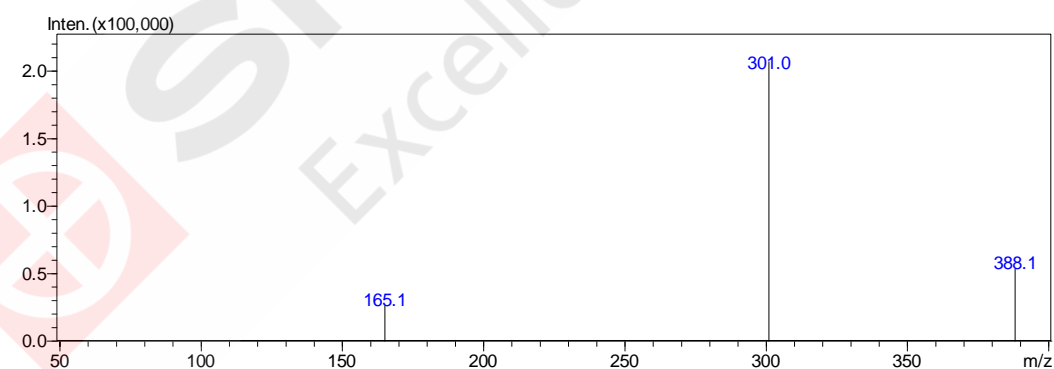
MW: 387.9

离子: $[M+H]^+$

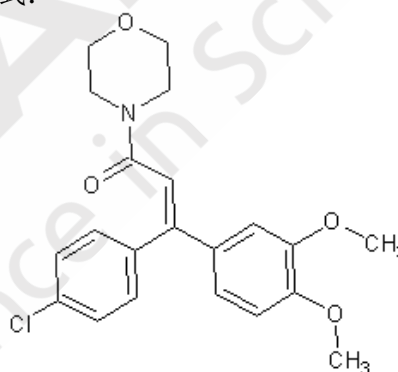
m/z: 388.1

碰撞能 (CE): -20V

质谱图:



结构式:



20. 三唑酮

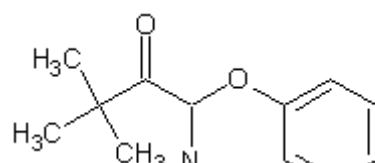
英文名称: Triadimefon

CAS#: 43121-43-3

分子式: $C_{14}H_{16}ClN_3O_2$

MW: 293.8

结构式:

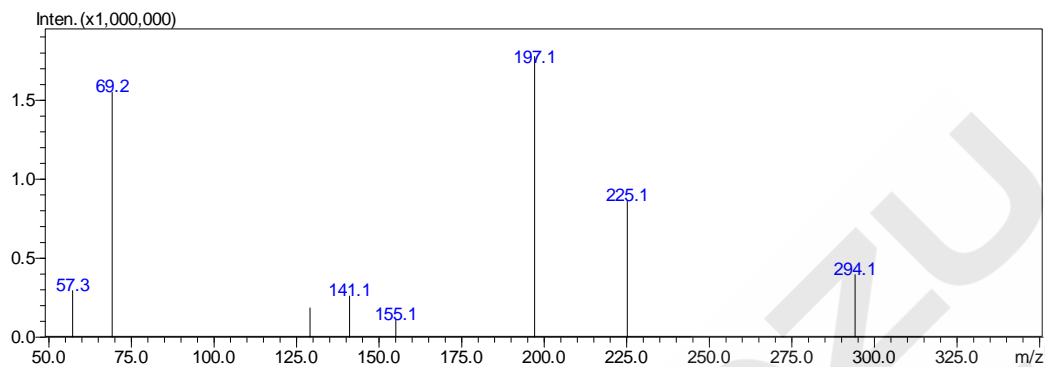


离子: $[M+H]^+$

m/z: 294.1

碰撞能 (CE): -17V

质谱图:



21. 三唑磷

英文名称: Triazophos

结构式:

CAS#: 24017-47-8

分子式: $C_{12}H_{16}N_3O_3PS$

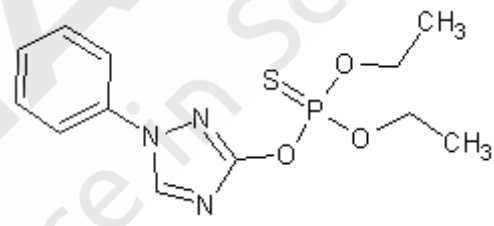
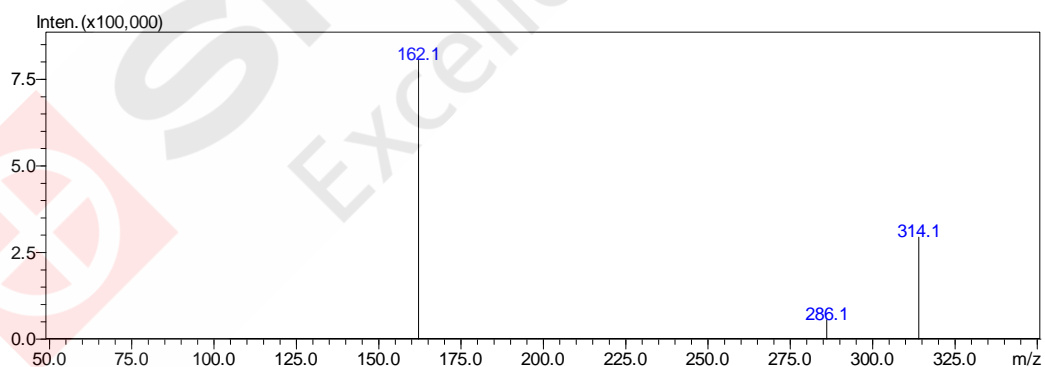
MW: 313.3

离子: $[M+H]^+$

m/z: 314.1

碰撞能 (CE): -15V

质谱图:



22. 氟虫腈

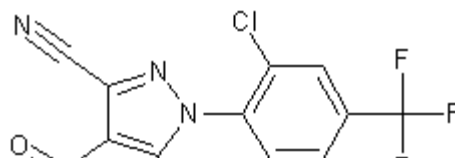
英文名称: Fipronil

结构式:

CAS#: 120068-37-3

分子式: $C_{12}H_4Cl_2F_6N_4OS$

MW: 437.2

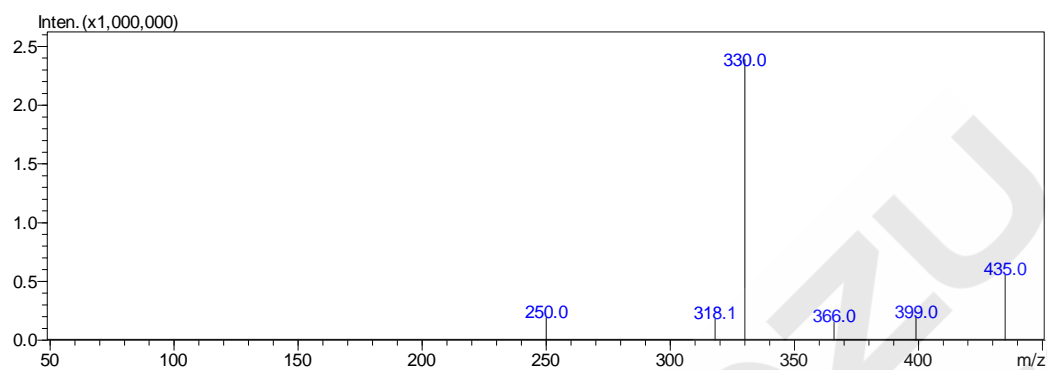


离子: [M-H]⁻

m/z: 435.0

碰撞能 (CE): 15V

质谱图:



23. 除虫脲

英文名称: Diflubenzuron

结构式:

CAS#: 35367-38-5

分子式: C₁₄H₉ClF₂N₂O₂

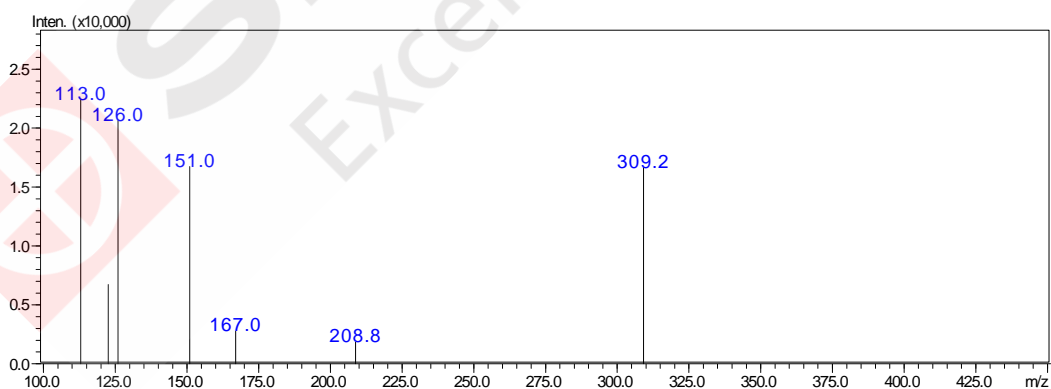
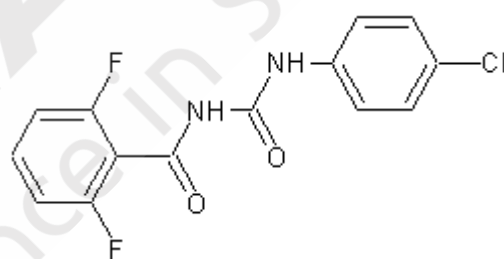
MW: 310.7

离子: [M-H]⁻

m/z: 309.1

碰撞能 (CE): 25V

质谱图:



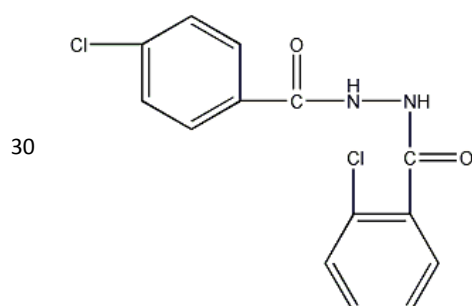
24. 灭幼脲

英文名称: Chlorobenzuron

结构式:

CAS#: 196791-54-5

分子式: C₁₄H₁₀Cl₂N₂O₂



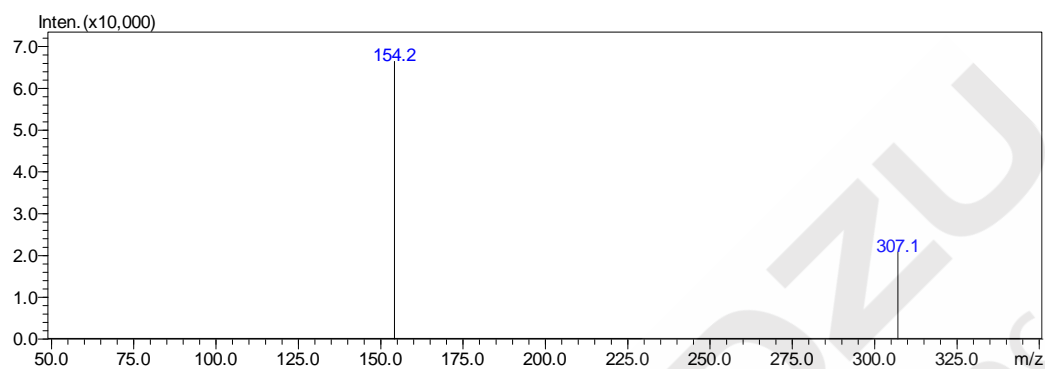
MW: 309.2

离子: [M-H]⁻

m/z: 307.0

碰撞能 (CE): 11V

质谱图:



25. 二嗪磷

英文名称: Diazinon

CAS#: 333-41-5

分子式: C₁₂H₂₁N₂O₃PS

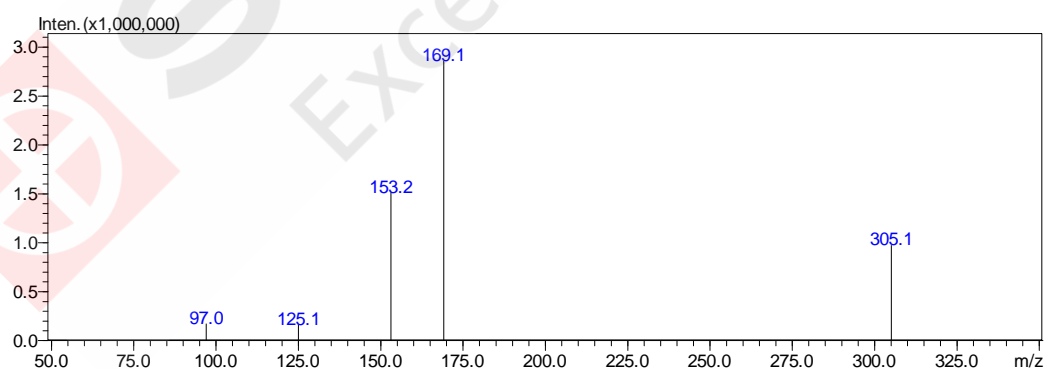
MW: 304.4

离子: [M+H]⁺

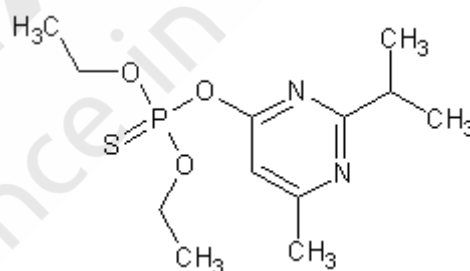
m/z: 305.0

碰撞能 (CE): -18V

质谱图:



结构式:



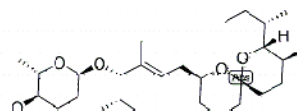
26. 甲氨基阿维菌素苯甲酸盐

英文名称: Emamectinbenzoate

CAS#: 137512-74-4

分子式: C₄₉H₇₇NO₁₃

结构式:



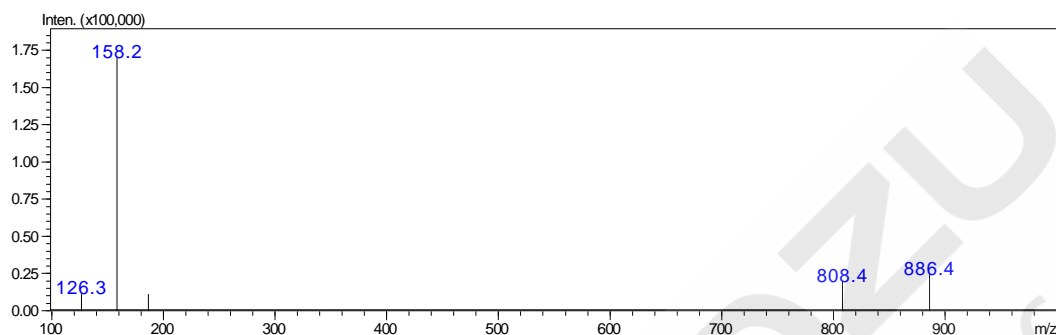
MW: 887.5

离子: $[M+H]^+$

m/z: 886.4

碰撞能 (CE): -32V

质谱图:



27. 辛硫磷

英文名称: Phoxim

CAS#: 14816-18-3

分子式: $C_{12}H_{15}N_2O_3PS$

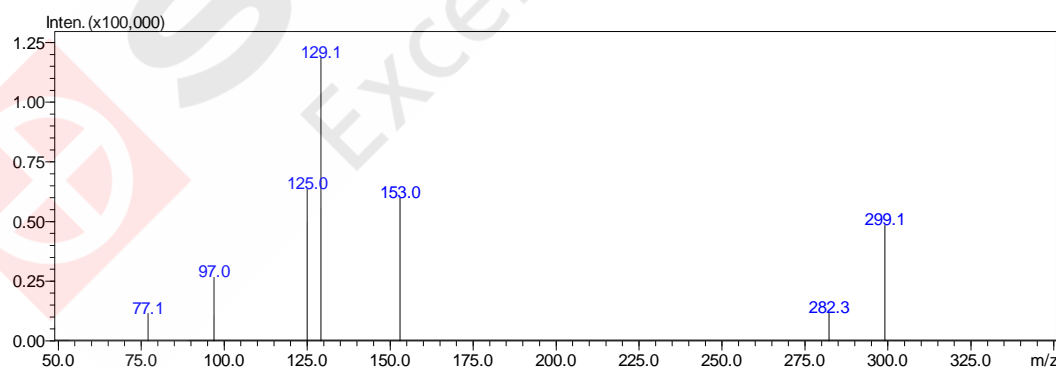
MW: 298.3

离子: $[M+H]^+$

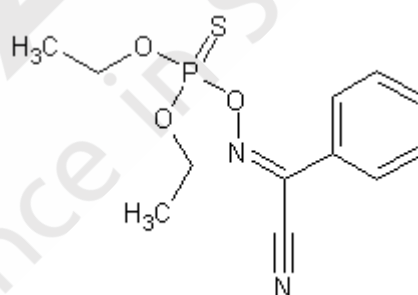
m/z: 299.0

碰撞能 (CE): -9V

质谱图:



结构式:



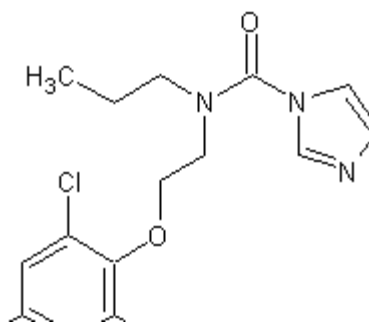
28. 咪鲜胺

英文名称: Prochloraz

CAS#: 67747-09-5

分子式: $C_{15}H_{16}Cl_3N_3O_2$

结构式:



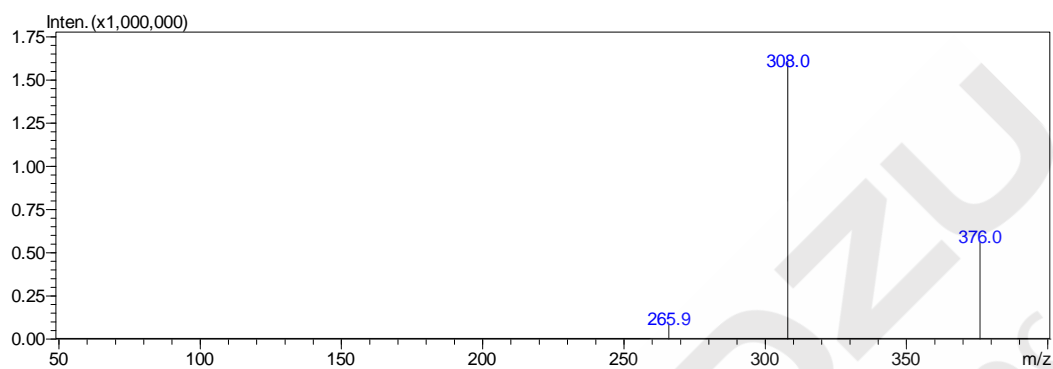
MW: 376.7

离子: $[M+H]^+$

m/z: 376.0

碰撞能 (CE): -10V

质谱图:



29. 伏杀硫磷

英文名称: Phosalone

结构式:

CAS#: 2310-17-0

分子式: $C_{12}H_{15}ClNO_4PS_2$

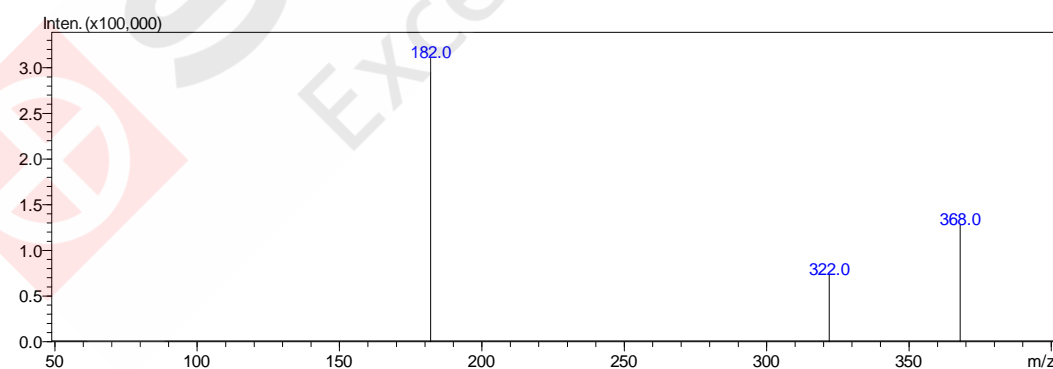
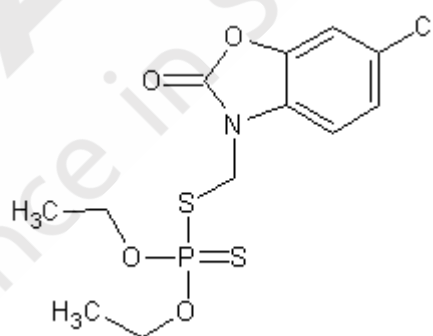
MW: 367.8

离子: $[M+H]^+$

m/z: 368.0

碰撞能 (CE): -10V

质谱图:



30. 苯醚甲环唑

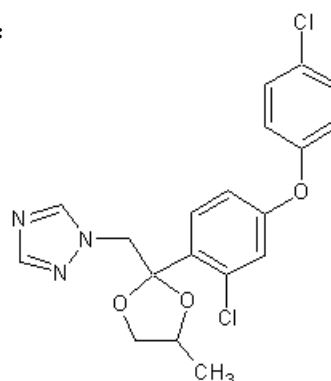
英文名称: Difenoconazole

结构式:

CAS#: 119446-68-3

分子式: $C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_3$

33



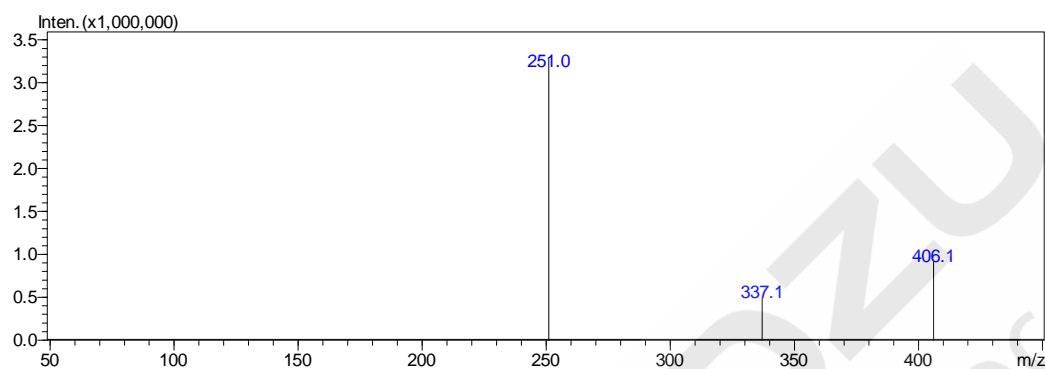
MW: 406.3

离子: $[M+H]^+$

m/z: 406.1

碰撞能 (CE): -20V

质谱图:



31. 丙溴磷

英文名称: Profenofos

结构式:

CAS#: 41198-08-7

分子式: $C_{11}H_{15}BrClO_3PS$

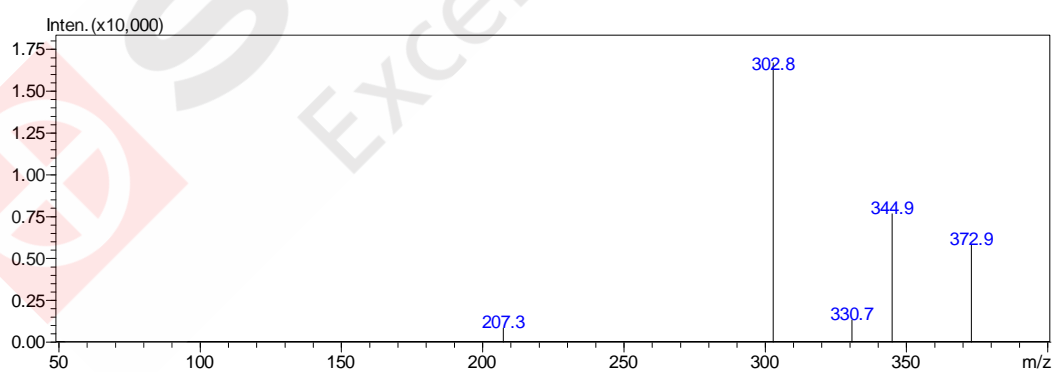
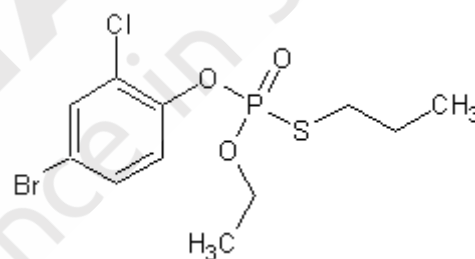
MW: 373.6

离子: $[M+H]^+$

m/z: 372.9

碰撞能 (CE): -16V

质谱图:



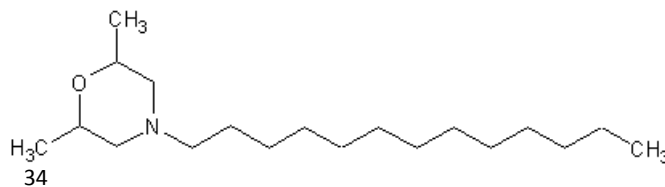
32. 十三吗啉

英文名称: Tridemorph

结构式:

CAS#: 24602-86-6

分子式: $C_{19}H_{39}NO$



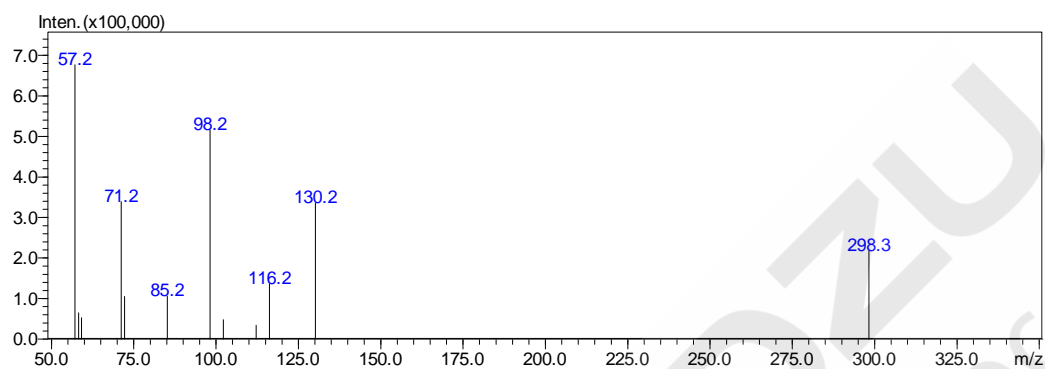
MW: 297.5

离子: $[M+H]^+$

m/z: 298.3

碰撞能 (CE): -33V

质谱图:



33. 毒死蜱

英文名称: Chlorpyrifos

结构式:

CAS#: 2921-88-2

分子式: $C_9H_{11}Cl_3NO_3PS$

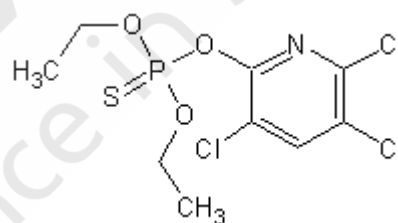
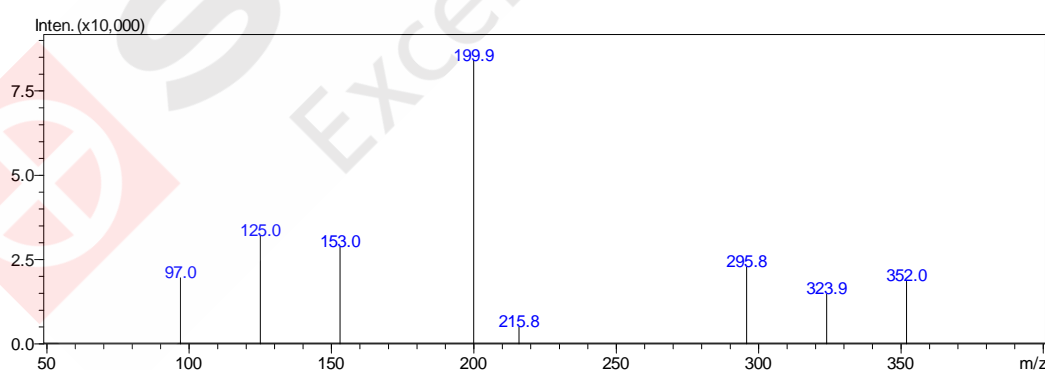
MW: 350.5

离子: $[M+H]^+$

m/z: 351.9

碰撞能 (CE): -16V

质谱图:



34. 二甲戊灵

英文名称: Pendimethalin

结构式:

CAS#: 40487-42-1

分子式: $C_{13}H_{19}N_3O_4$



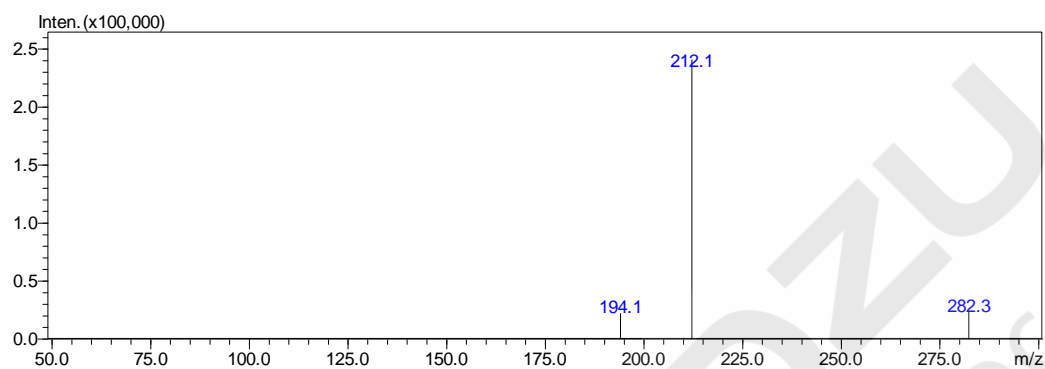
MW: 281.3

离子: $[M+H]^+$

m/z: 282.2

碰撞能 (CE): -14V

质谱图:



35. 氟啶脲

英文名称: Chlorfluazuron

结构式:

CAS#: 71422-67-8

分子式: $C_{20}H_9Cl_3F_5N_3O_3$

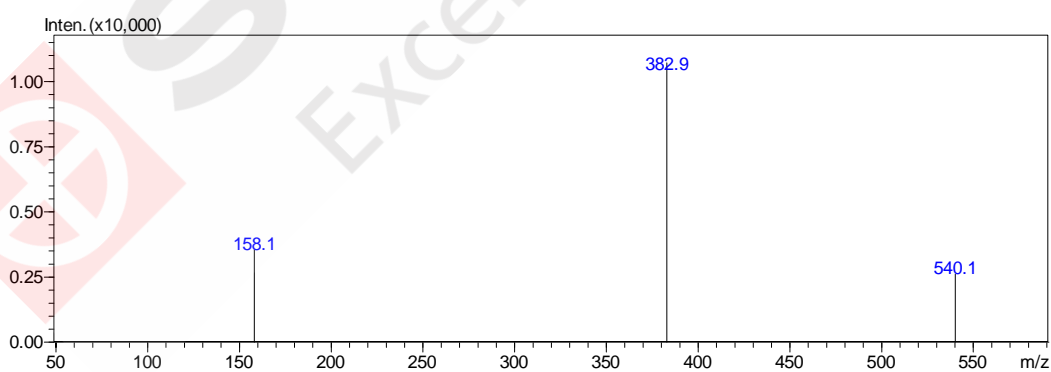
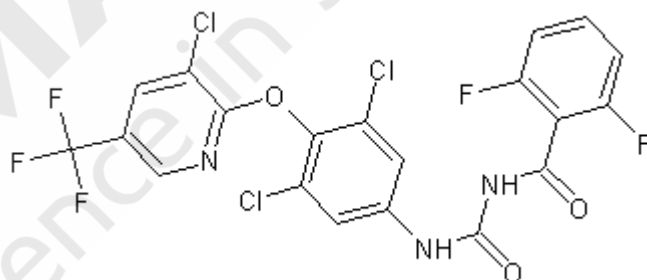
MW: 540.7

离子: $[M+H]^+$

m/z: 540.0

碰撞能 (CE): -17V

质谱图:



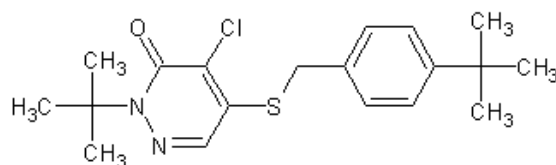
36. 哒螨灵

英文名称: Pyridaben

结构式:

CAS#: 96489-71-3

分子式: $C_{19}H_{25}ClN_2OS$



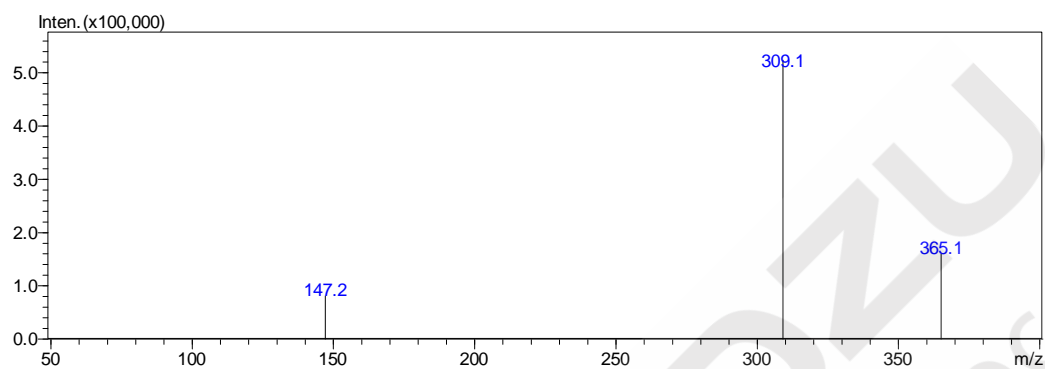
MW: 364.9

离子: $[M+H]^+$

m/z: 365.1

碰撞能 (CE): -11V

质谱图:



37. 阿维菌素

英文名称: Abamectin

结构式:

CAS#: 71751-41-2

分子式: $C_{49}H_{74}O_{14}$

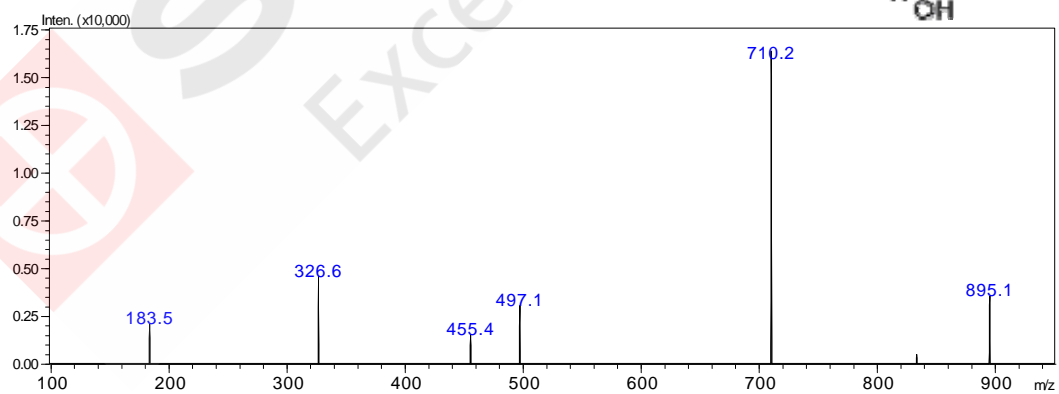
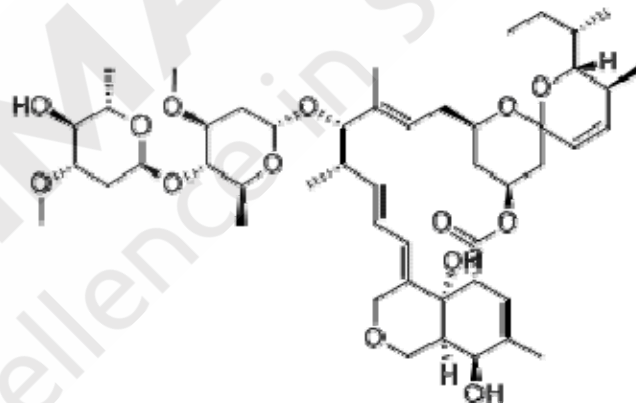
MW: 873.1

离子: $[M+Na]^+$

m/z: 895.1

碰撞能 (CE): -12V

质谱图:



9 MRM 分析同时触发产物离子扫描实验

在 MRM 定量分析方法中，设置监测参数，当 MRM 检测到一定强度的峰时，自动触发产物离子扫描，色谱峰对应的质谱图与质谱库进行搜索，搜索可得到匹配度、对应化合物质谱图及相关信息等，如下图所示，从而进行快速可靠的定性分析。

本次实验分别对 37 种农药的标准溶液和基质加标溶液进行分析，标准溶液为 5、50 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准工作溶液，溶剂为甲醇。另外在经过提取后的甘蓝样品基质中分别添加标准样品，得到 5、50 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液，即为基质加标溶液。

对这些溶液分别进行分析后，对相应的质谱图进行谱库搜索，匹配度结果如下：

No.	中文名称	标准溶液 ($\mu\text{g/L}$)		基质加标溶液 ($\mu\text{g/L}$)		No.	中文名称	标准溶液 ($\mu\text{g/L}$)		基质加标溶液 ($\mu\text{g/L}$)	
		5	50	5	50			5	50	5	50
1	甲胺磷	90	97	84	95	20	三唑酮	95	95	94	95
2	乙酰甲胺磷	91	95	92	95	21	三唑磷	95	97	95	97
3	氧乐果	90	97	90	95	22	氟虫腈	94	95	93	92
4	涕灭威亚砷	72	80	70	78	23	除虫脲	65	72	62	62
5	涕灭威砷	95	95	94	93	24	灭幼脲	67	91	68	87
6	灭多威	86	95	85	93	25	二嗪磷	85	87	85	90
7	噻虫嗪	95	95	93	94	26	甲氨基阿维菌素苯甲酸盐	89	96	85	92
8	吡虫啉	90	97	92	93	27	辛硫磷	91	90	90	90
9	3-羟基克百威	95	99	93	98	28	咪鲜胺	98	99	98	99
10	乐果	95	96	9	96	29	伏杀硫磷	93	93	92	94
11	啶虫脒	71	79	70	72	30	苯醚甲环唑	95	96	94	95
12	多菌灵	99	99	99	99	31	丙溴磷	97	97	93	93
13	涕灭威	72	84	73	83	32	十三吗啉	75	79	74	76
14	克百威	96	96	95	96	33	毒死蜱	92	95	90	92
15	甲萘威	96	95	95	95	34	二甲戊灵	66	79	65	76
16	亚胺硫磷	96	98	96	97	35	氟啶脲	95	95	92	93
17	啉菌酯	99	100	98	98	36	哒螨灵	97	99	97	98
18	马拉硫磷	97	98	97	97	37	阿维菌素	56	67	55	62
19	烯酰吗啉	98	99	98	98						



本公司三条工厂获得 ISO 认证

JQA-0376

⊕ 岛津企业管理 (中国) 有限公司 / 岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

北京

北京市朝阳区朝外大街 16 号中国人寿大厦 14F
 邮政编码: 100020
 电话: (010) 8525-2310/2312
 传真: (010) 8525-2326/2329

上海

上海市淮海西路 570 号红坊 E 楼
 邮政编码: 200052
 电话: (021) 2201-3888
 传真: (021) 2201-3555

沈阳

辽宁省沈阳市青年大街167号北方国际传媒中心11层
 邮政编码: 110001
 电话: (024) 2383-6735
 传真: (024) 2383-6378

四川

成都市锦江区创意产业商务区三色路38号博瑞创意成都B座12层
 邮政编码: 610015
 电话: (028) 8619-8421/8422
 传真: (028) 8619-8420

武汉

武汉市汉口建设大道568号新世界国贸大厦1座41层4116室
 邮政编码: 430022
 电话: (027) 8555-7910
 传真: (027) 8555-7920

广州

广州市流花路109号之9达宝广场7楼
 邮政编码: 510010
 电话: (020) 8710-8603
 传真: (020) 8710-8698

西安

西安市南二环西段88号老三届世纪星大厦24层G座
 邮政编码: 710065
 电话: (029) 8838-6016
 传真: (029) 8838-6497

乌鲁木齐

乌鲁木齐市中山路339号中泉广场14层H座
 邮政编码: 830000
 电话: (0991) 230-6271/6272
 传真: (0991) 230-6273

昆明

昆明市青年路 432 号天恒大酒店 908 室
 邮政编码: 650021
 电话: (0871) 315-2987
 传真: (0871) 315-2991

南京

南京市中山南路 49 号商茂世纪广场 23 层 A1 座
 邮政编码: 210005
 电话: (025) 8689-0278
 传真: (025) 8689-0237

重庆

重庆市渝中区青年路 38 号重庆国贸中心 1702 室
 邮政编码: 400010
 电话: (023) 6380-6057/6058
 传真: (023) 6380-6551

深圳

深圳市福田区福华一路98号卓越大厦15楼1号
 邮政编码: 518040
 电话: (0755) 8340-2852
 传真: (0755) 8389-3100

河南

郑州市郑东新区金水东路21号永和国际广场A区14层1405、1406室
 邮政编码: 450046
 电话: (0371) 8663-2981/2983
 传真: (0371) 8663-2982

香港

Suite 1028, Ocean Centre, Harbour City.
 Tsim Sha tsui, Kowloon, Hong-Kong
 电话: (00852) 2375-4979
 传真: (00852) 2199-7438

用户服务热线电话: 800-8100439
 400-6500439

本产品样本所宣传的内容, 以本版本为准
 样本中的试验数据除注明外为本公司的试验数据

日本总公司工厂已通过ISO质量·环境管理体系的认证

注: 此样本所有信息仅供参考, 如有变动恕不另行通知