

# GC-MS/MS 法测定谷物中 242 种农药残留含量

## GCMSMS-297

**摘要：** 本文采用岛津公司的三重四极杆气相色谱 - 质谱联用仪，结合岛津 Smart Pesticides Database 农残数据库，建立了谷物中 242 种农残及其代谢物残留量同时测定的方法，在 2~200  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内建立标准工作曲线，线性关系良好，相关系数在 0.99 以上，6 针峰面积的 RSD 小于 10%，采用 QuEChERS 方法，加标回收率在 70%~120% 之间。该方法适用于 GB 23200.113-2026《食品安全国家标准 植物源性食品中 242 种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱 - 质谱联用法》中 242 种残留物的测定。

**关键词：** GC-MS/MS 植物源性食品 农药残留 QuEChERS

### 技术特点：

- ❖ 采用岛津农残 MRM 数据库简单、快速建立 242 种农药采集方法文件。
- ❖ 采用 MRM 采集方式，有效去除水果中的基质干扰，提高检测灵敏度。

植物源性食品是以植物的种子、果实等为原料的食品，主要包括谷类、豆类、蔬菜、水果、薯类、茶叶以及它们的制品等，能够为人体提供所需的蛋白质、碳水化合物、脂类、维生素、矿物质等多种营养物质。植物在种植过程中，为了使其免受病、虫、杂草等影响，会对其施用多种类型的农药，但如农药使用不当，最终会在作物上残留；此外，一些现已被禁止使用的高毒农药，在环境中还有残留，也有可能是在植物生长过程中迁移到植物体内。农药在食品中的残留会引起食品安全问题，危害人们的健康，所以对于农药残留量的监管与检查非常重要，而成百上千种农药的同时

检测能够使工作效率大大提高，因此建立快速、可靠的植物源性食品农药多残留检测技术具有重要的现实意义。

本文依照 GB 23200.113-2026《食品安全国家标准 植物源性食品中 242 种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱 - 质谱联用法》，采用 QuEChERS 前处理方法，结合三重四极杆气质联用仪测定了谷物中 242 种农药残留。样品经乙腈提取、净化之后，氮吹至近干，再用乙酸乙酯复溶，上机。结果显示该方法能满足谷物中 242 种农药残留检测的要求。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

GCMS-TQ8040 NX 气相色谱 - 三重四极杆质谱联用仪

### 1.2 分析条件

色 谱 柱	: VF-1701 ms (30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 $\mu\text{m}$ )		
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 $^{\circ}\text{C}$ (11 min)		
进 样 口 温 度	: 280 $^{\circ}\text{C}$	离 子 化 方 式	: EI
载 气	: 氮气	离 子 源 温 度	: 230 $^{\circ}\text{C}$
进 样 方 式	: 不分流进样	色 谱 质 谱 接 口 温 度	: 280 $^{\circ}\text{C}$
进 样 量	: 1 $\mu\text{L}$	检 测 器 电 压	: 调谐电压 +0.6 kV

流速控制方式：恒线速度方式  
线速度：36.1 mL/min

采集模式：MRM，离子信息见表 1

## ■ 样品前处理

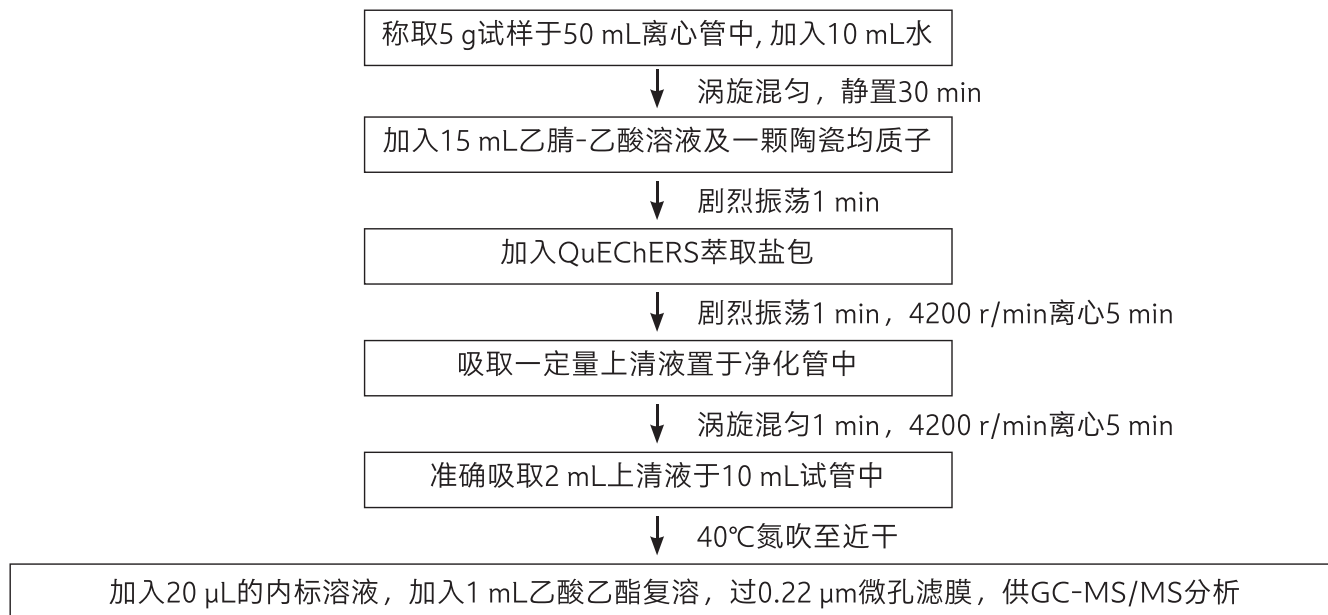


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 3.1 MRM 参数

使用岛津 Smart Pesticides Database 农残数据库方法文件，采集正构烷烃数据，结合数据库文件，建立 MRM 方法，MRM 采集参数如下表所示。

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
1	2,4-滴异辛酯	27.549	331.50>69.90	30	221.70>99.60	15
2	乙酰甲胺磷	16.149	136.00>42.00	5	136.00>94.00	10
3	乙草胺	22.389	222.90>132.20	20	222.90>147.20	5
4	苯草醚	29.780	212.10>182.20	10	264.10>194.20	15
5	氟丙菊酯	32.604	288.90>92.80	10	207.80>181.10	10
6	甲草胺	22.780	188.10>160.20	10	160.00>132.10	10
7	艾氏剂	22.278	262.90>192.90	35	254.90>220.00	20
8	烯丙菊酯	25.325/25.381	123.00>81.00	10	107.00>91.00	10
9	莠灭净	23.145	227.00>58.10	10	227.00>170.10	10

10	莎稗磷	32.402	225.90>184.00	5	225.90>157.00	10
11	阿特拉通	19.510	211.00>169.10	5	169.00>154.10	5
12	莠去津	20.642	214.90>58.10	10	214.90>200.20	5
13	脱乙基阿特拉津 (脱乙基莠去津)	19.537	172.00>94.00	15	187.00>172.00	5
14	乙基谷硫磷 (益棉磷)	33.578	132.00>77.10	15	160.00>77.10	20
15	氟丁酰草胺	27.496	176.10>91.10	10	221.00>193.10	5
16	苯霜灵	29.944	148.00>77.00	35	148.00>105.10	20
17	草除灵	26.208	199.00>170.00	10	170.00>134.00	15
18	氟草胺(乙丁氟灵)	17.703	292.00>264.00	5	292.00>206.00	10
19	alpha- 六六六	18.646	218.90>183.00	5	216.90>181.00	5
20	beta- 六六六	23.353	181.00>145.00	15	216.90>181.00	5
21	gamma- 六六六	20.331	181.00>145.00	15	216.90>181.00	5
22	delta- 六六六	24.275	217.00>181.10	5	181.10>145.10	15
23	氟萘禾草灵(甲酸除草醚)	32.325	340.90>309.90	10	189.10>126.00	20
24	联苯菊酯	30.550	181.20>165.20	25	181.20>166.20	10
25	联苯	10.648	154.10>153.10	15	153.10>152.10	15
26	啶酰菌胺	36.036	140.00>112.00	10	140.00>76.00	25
27	除草定	27.533	205.00>188.00	15	207.00>190.00	15
28	溴苯烯磷	27.595	266.90>159.10	15	268.90>161.10	15
29	溴硫磷	24.560	330.80>315.80	15	328.80>313.80	15
30	乙基溴硫磷	25.830	358.70>302.80	15	302.80>284.70	15
31	溴螨酯	31.267	185.00>157.00	15	183.00>155.00	15
36	克百威	20.342	164.20>149.10	10	164.20>131.10	15
37	3- 羟基克百威	25.079	180.00>162.00	10	180.00>137.00	10
38	三硫磷	29.567	199.00>143.00	10	153.00>96.90	10
39	顺式- 氯丹	26.108	372.90>265.90	20	271.90>236.90	15
40	氯丹- 反式	25.857	372.80>265.80	15	271.70>236.90	15
41	虫螨腈	29.628	246.90>227.00	15	136.90>102.00	15
42	杀螨酯	27.96	175.00>111.00	10	111.00>75.00	15
43	毒虫畏	25.374	266.90>159.10	15	322.80>266.80	10
44	草枯醚	29.763	316.60>286.60	15	235.90>172.90	25
45	乙酯杀螨醇	28.636	139.10>111.00	10	251.10>139.10	15

46	氯苯甲醚	13.896	191.00>113.00	15	191.00>141.00	10
47	丙酯杀螨醇	28.758	139.10>111.00	15	251.10>139.10	15
48	氯苯胺灵	18.330	153.00>90.00	25	153.00>125.10	10
49	毒死蜱	23.503	196.90>169.00	15	198.90>171.00	15
50	甲基毒死蜱	21.958	285.90>92.90	20	287.90>92.90	20
51	氯酞酸甲酯	23.879	300.90>223.90	25	298.90>221.90	25
52	虫螨磷	28.723/29.143	324.80>268.90	10	296.80>268.90	5
53	异噁草酮	19.754	125.00>89.00	15	204.10>107.10	20
54	蝇毒磷	35.052	361.90>109.00	15	210.00>182.00	10
55	草灭特(环草敌)	15.840	154.10>83.10	5	154.10>72.10	5
56	环氟菌胺	28.547	118.10>90.00	10	118.10>89.00	25
57	氟氯氟菊酯	34.631/34.897/ 34.985/35.137	226.00>206.00	15	198.90>170.10	25
58	氯氟氟菊酯	32.445/32.733	197.00>141.00	10	197.00>161.00	5
59	氯氟菊酯	34.908/34.982/ 35.200/35.281	163.00>127.00	6	163.00>91.00	14
60	环唑醇(环丙唑醇)	29.923/29.962	139.00>111.00	15	222.00>125.10	15
61	噻菌环胺	24.896	225.20>224.30	10	224.20>208.20	20
62	o,p'-DDD	27.891	235.00>165.20	20	237.00>165.20	20
63	p,p'-DDD	29.342	234.90>165.10	20	236.90>165.20	20
64	o,p'-DDE	25.576	246.00>176.20	30	248.00>176.20	30
65	p,p'-DDE	26.871	246.10>176.20	30	315.80>246.00	15
66	o,p'-DDT	28.360	235.00>165.20	20	237.00>165.20	20
67	p,p'-DDT	29.778	235.00>165.20	20	237.00>165.20	20
68	脱叶磷	27.277	202.00>147.00	5	169.00>57.10	5
69	溴氟菊酯	38.022/38.656	252.90>93.00	15	250.70>172.00	5
70	甲基内吸磷	17.684	142.00>78.90	10	112.00>79.00	5
71	砒吸磷	27.255	169.10>125.10	9	169.10>109.00	15
72	敌草净	22.528	213.00>58.10	10	213.00>171.20	5
73	二嗪磷	19.556	137.10>84.00	10	137.10>54.00	20
74	除线磷	21.462	278.90>222.90	15	222.90>204.90	15
75	2,6-二氯苯甲酰胺	21.081	189.00>173.00	5	173.00>145.00	15
76	敌草腈	11.622	171.00>100.00	25	171.00>136.10	15
77	敌敌畏	9.190	109.00>79.00	5	184.90>93.00	10
78	禾草灵	30.336	253.00>162.10	15	339.90>252.90	10
79	氯硝胺	20.777	206.10>176.00	10	160.10>124.10	10

80	三氯杀螨醇	24.431	139.00>111.00	15	250.90>138.90	15
81	百治磷	19.900	127.00>109.00	15	127.00>95.00	15
82	狄氏剂	27.385	277.00>241.00	5	262.90>193.00	35
83	苯醚甲环唑	38.161/38.257	322.80>264.80	15	264.90>202.00	20
84	菌核净	27.454	243.00>215.00	5	243.00>187.00	5
85	乐果	22.096	86.90>46.00	15	142.90>111.00	10
86	烯唑醇	29.747	267.90>232.10	10	269.90>232.00	10
87	敌噁磷	20.324	197.00>141.00	12	197.00>169.00	6
88	二苯胺	17.107	169.00>168.20	15	168.00>167.20	15
89	异丙净	23.896	255.10>222.10	10	255.10>180.10	20
90	灭菌磷	28.019	130.00>102.10	10	148.00>130.10	10
91	敌瘟磷	30.333	172.90>109.00	5	201.00>109.00	10
92	硫丹硫酸酯	31.195	273.80>238.90	15	271.90>237.00	15
93	alpha- 硫丹	26.000	194.90>159.00	5	194.90>125.00	20
94	beta- 硫丹	29.465	206.90>172.00	15	194.90>124.90	25
95	异狄氏剂	28.055	262.80>193.00	35	244.80>173.00	30
96	异狄氏剂醛	30.487	278.90>209.00	25	249.90>214.90	30
97	异狄氏剂酮	32.071	316.80>280.70	5	316.80>100.80	10
98	烯肟菌酯	39.192	190.00>102.00	35	145.00>102.00	30
99	苯硫磷	31.916	169.00>141.10	5	169.00>77.10	25
100	氟环唑	31.344/31.502	192.00>138.10	10	192.00>111.00	25
101	抑草蓬	28.643	171.00>99.00	20	169.00>97.00	20
102	乙丁烯氟灵	17.266	275.90>202.10	15	315.90>275.90	10
103	硫草敌	7.443	100.00>72.00	5	161.00>100.00	5
104	乙硫磷	29.386	230.90>129.00	20	230.90>175.00	10
105	灭草松(乙氧味草黄)	25.020	206.90>161.10	5	161.00>105.10	10
106	灭线磷	16.915	157.90>97.00	15	157.90>114.00	5
107	醚菊酯	34.327	163.00>135.10	10	163.00>107.10	20
108	乙螨唑	31.236	141.00>113.00	15	141.00>63.10	30
109	土菌灵	12.118	211.10>183.00	10	183.00>140.00	15
110	乙噻硫磷	20.466	181.00>153.10	5	168.00>153.10	5
111	伐灭磷	31.483	218.00>109.00	15	218.00>79.00	30
112	咪唑菌酮	31.986	238.00>237.20	10	268.00>180.20	20
113	烯肟菌胺	43.288	132.00>104.00	10	132.00>77.00	20
114	氯苯嘧啶醇	33.137	219.00>107.10	10	251.00>139.10	10

115	腈苯唑	36.330	128.90>102.10	15	197.90>129.00	5
116	杀螟硫磷	24.755	277.00>260.00	5	277.00>109.00	20
117	仲丁威	17.339	121.00>77.00	20	121.00>103.10	15
118	苯硫威	27.010	160.10>72.10	10	72.00>56.00	10
119	甲氰菊酯	31.482	207.90>181.00	5	264.90>210.00	10
120	丰索磷	30.485	291.80>156.00	15	291.80>108.80	15
121	倍硫磷	24.489	278.00>109.00	15	278.00>169.00	15
122	倍硫磷砒	30.998	309.90>105.00	10	135.90>92.00	10
123	倍硫磷亚砒	30.606	278.00>109.00	15	278.00>169.00	15
124	三苯基氢氧化锡	33.158	351.00>196.90	25	351.00>119.90	35
125	氰戊菊酯	36.691/37.195	167.00>125.10	5	224.90>119.00	15
126	氟虫腈	30.001	366.80>212.80	25	368.80>214.80	25
127	氟甲腈	27.977	388.00>333.00	15	388.00>281.00	35
128	氟虫腈硫醚	29.735	420.00>350.90	10	351.00>254.90	20
129	氟虫腈砒	32.587	384.80>256.80	20	382.80>254.90	20
130	吡氟禾草灵	28.382	281.90>91.00	20	281.90>238.00	20
131	氟氰戊菊酯	35.656/36.060	156.90>107.10	15	198.90>157.10	10
132	咯菌腈	31.245	248.00>154.10	20	248.00>182.10	10
133	丁虫腈	28.598	421.00>402.90	12.00	403.00>367.90	15.00
134	氟吗啉	36.264	284.60>164.70	10	164.70>76.90	20
135	氟吡菌胺	30.966	346.90>171.80	30	208.90>181.90	15
136	氟吡菌酰胺	27.478	172.90>94.90	30	172.90>74.90	50
137	三氟硝草醚	29.688	190.00>126.10	10	190.00>75.00	20
138	氟除草醚	27.619	303.00>273.00	15	301.00>271.00	10
139	氟啶唑	34.056	340.00>298.00	15	108.00>57.00	15
140	噻草酸甲酯	44.948	403.00>84.00	10	403.00>56.00	20
141	氟酰胺	29.202	173.00>145.10	15	280.90>173.00	10
142	氟胺氰菊酯	37.443/37.588	250.00>55.00	20	250.00>200.00	20
143	地虫硫磷	20.024	136.90>109.00	5	245.90>137.00	5
144	安硫磷(安果)	24.264	170.00>93.00	5	197.90>92.90	10
145	噻唑膦	26.826/26.930	195.00>103.00	5	195.00>60.00	20
146	格螨酯	27.835	141.00>76.90	5	141.00>51.00	35
147	氟吡甲禾灵	26.192	375.00>316.00	10	316.00>91.00	20
148	七氟	21.170	273.70>236.90	15	271.70>236.90	15
149	庚烯磷	16.147	124.00>89.00	15	124.00>63.00	35

150	六氯苯	16.453	283.80>213.90	30	283.80>248.80	15
151	己唑醇	28.035	231.00>175.00	10	256.00>82.10	10
152	环嗪酮	31.963	171.00>71.10	10	171.00>85.10	10
153	烯虫乙酯	20.043	139.00>111.10	5	139.00>55.10	20
154	抑霉唑	28.441	214.90>173.00	5	216.80>175.00	5
155	亚胺唑	42.830	125.00>99.00	20	125.00>89.00	20
156	茚草酮	31.839	159.00>103.00	15	159.00>77.00	30
157	异稻瘟净	21.339	203.90>91.00	5	121.90>121.00	15
158	异菌脲	31.913	187.00>124.00	25	243.90>187.00	5
159	氯唑磷	21.431	161.00>119.10	5	161.00>146.00	5
160	水胺硫磷	26.115	135.90>108.00	15	135.90>69.00	30
161	异柳磷	25.888	212.90>121.10	10	212.90>185.10	5
162	氧异柳磷	25.270	229.00>200.90	10	229.00>121.00	25
163	甲基异柳磷	25.563	199.00>121.00	10	241.10>199.10	10
164	异丙威	15.999	121.00>77.10	20	136.00>121.10	10
165	稻瘟灵	28.539	162.10>85.00	20	162.10>134.00	5
166	异唑磷(噁唑磷)	29.157	177.10>130.00	10	177.10>116.10	15
167	烯虫炔酯	22.651	149.00>77.00	15	149.00>93.00	5
168	醚菌酯	27.925	116.00>89.00	15	116.00>63.00	30
169	溴苯磷	31.768	171.00>77.10	15	154.90>77.10	15
170	马拉氧磷	23.776	126.90>99.00	5	126.90>55.00	5
171	马拉硫磷	24.511	126.90>99.00	5	172.90>99.00	15
172	2甲4氯异辛酯	26.892	200.00>141.00	5	200.00>77.10	35
173	苯噻酰草胺	32.956	192.00>136.10	15	192.00>109.10	30
174	嘧菌胺	27.266	223.20>222.20	10	222.20>207.20	15
175	地胺磷	28.601	196.00>139.90	15	168.00>139.90	5
176	甲霜灵	23.499	234.00>146.10	20	220.00>192.10	5
177	虫螨畏	14.180	207.90>180.10	5	207.90>93.00	10
178	甲胺磷	11.033	141.00>95.00	5	141.00>79.00	15
179	杀扑磷	27.632	144.90>85.00	5	144.90>58.10	15
180	烯虫酯	24.660	153.00>111.10	5	111.10>55.00	15
181	甲氧滴滴涕	31.253	227.10>169.10	24	227.10>212.10	14
182	异丙甲草胺	24.174	238.00>162.20	10	162.20>133.20	15
183	噻草酮	23.422	198.00>82.00	15	198.00>55.00	30
184	速灭磷	13.437/13.647	127.00>109.00	10	127.00>95.00	15

185	灭蚁灵	30.999	273.80>238.80	15	271.80>236.80	15
186	禾草敌	14.244	126.20>55.10	10	126.20>83.10	5
187	久效磷	21.777	127.10>109.00	10	127.10>95.00	15
188	绿谷隆	21.203	214.00>61.00	10	126.00>99.00	15
189	腈菌唑	29.885	179.00>125.10	10	179.00>90.00	30
190	二溴磷	17.900	108.90>79.00	5	144.90>109.00	15
191	萘丙酰草胺(敌草胺)	27.904	128.00>72.10	5	128.00>100.10	10
192	除草醚	29.140	202.00>139.10	20	282.90>253.00	10
193	氧乐果	19.403	155.90>110.00	5	109.90>79.00	15
194	丙炔草酮	29.419	212.70>184.90	5	212.70>150.10	10
195	草酮	28.013	174.90>112.00	15	174.90>76.00	35
196	霜灵	31.279	163.00>132.10	5	163.00>117.10	25
197	亚砷磷	7.490	142.00>78.90	20	78.90>47.00	10
198	乙氧氟草醚	29.071	252.00>196.00	20	252.00>146.00	30
199	多效唑	28.422	236.00>125.10	10	236.00>167.00	10
200	对氧磷	24.825	108.90>91.00	5	148.90>119.00	5
201	甲基对氧磷	23.143	229.90>106.10	15	229.90>136.10	5
202	对硫磷	25.511	290.90>109.00	10	138.90>109.00	5
203	甲基对硫磷	24.011	262.90>109.00	10	232.90>109.00	10
204	戊菌唑	26.356	248.00>157.10	25	248.00>192.10	15
205	二甲戊灵	25.368	251.80>162.20	10	251.80>161.10	15
206	五氯苯胺	21.509	262.80>192.00	20	264.90>194.00	20
207	五氯硝基苯	18.760	295.00>237.00	20	236.90>142.90	30
208	氯菊酯	32.807/33.056	183.10>153.00	14	183.10>168.10	14
209	氰烯菌酯	28.385	216.00>197.00	15	216.00>187.00	15
210	甲拌磷	18.035	260.00>75.00	5	230.90>128.90	25
211	甲拌磷砷	26.643	153.00>97.00	10	124.90>96.90	5
212	甲拌磷亚砷	25.831	96.90>64.90	20	199.00>142.90	10
213	伏杀硫磷	32.792	182.00>111.00	15	182.00>102.10	15
214	硫环磷	28.686	196.00>140.00	10	168.00>140.00	5
215	亚胺硫磷	32.201	160.00>77.10	20	160.00>133.10	10
216	磷胺	23.775/23.967	127.00>109.00	10	127.00>95.00	15
217	增效醚	29.958	176.10>103.10	25	176.10>131.10	15
218	哌草磷	31.825	320.00>122.00	10	140.00>98.10	10
219	抗蚜威	21.521	238.00>166.20	10	166.00>55.10	20

220	乙基虫螨磷 / 啞啞磷	24.232	318.10>166.10		318.10>182.00	
221	甲基啞啞磷	22.952	290.00>125.00	20	232.90>151.00	5
222	丙草胺	27.727	162.10>132.20	20	262.00>202.00	5
223	腐霉利	27.483	96.00>67.10	10	96.00>53.10	15
224	丙溴磷	27.691	207.90>63.00	30	338.80>268.70	15
225	环丙氟灵	19.828	317.90>199.00	15	317.90>54.80	10
226	扑草净	22.983	226.00>184.20	10	199.00>184.10	5
227	炔苯酰草胺	21.614	173.00>145.00	15	175.00>147.00	15
228	敌稗	26.030	161.00>99.00	30	161.00>90.00	25
229	扑灭津	20.503	214.20>172.20	10	229.10>58.10	10
230	胺丙畏	20.830	138.00>110.00	10	138.00>64.00	15
231	丙环唑	30.258/30.371	172.90>145.00	15	172.90>74.00	45
232	残杀威	17.899	110.00>63.00	25	110.00>64.00	15
233	丙硫磷	26.949	266.90>239.00	5	308.90>238.90	15
234	吡啶醚菌酯	37.378	132.00>77.00	20	132.00>104.00	10
235	定菌磷 (吡菌磷)	32.921	221.00>193.10	10	232.00>204.10	10
236	吡蚜灵	33.466	147.20>117.10	20	147.20>132.20	10
237	吡嗪硫磷	31.872	340.00>199.00	5	204.00>203.10	5
238	啞霉胺	20.057	198.00>183.10	15	198.00>118.00	35
239	吡丙醚	31.698	136.10>96.00	15	136.10>78.10	20
240	喹硫磷	26.075	146.00>118.00	10	146.00>91.00	30
241	喹氧灵	29.620	237.00>208.10	30	271.90>237.10	10
242	皮蝇磷	22.458	285.00>269.90	15	286.90>272.00	15
243	西玛津	20.747	201.10>173.10	5	201.10>186.20	5
244	治螟磷	18.051	201.80>145.90	10	237.80>145.90	10
245	戊唑醇	31.507	250.00>125.00	20	250.00>153.00	10
246	吡蚜胺	31.047	275.90>171.10	10	332.90>171.00	15
247	啞丙磷 (丁基啞啞磷)	20.103	233.90>110.10	15	260.80>137.20	15
248	四氯硝基苯	15.514	260.90>203.00	10	214.90>179.00	10
249	特丁硫磷	19.540	230.90>175.00	10	230.90>129.00	20
250	特丁硫磷砒	27.412	152.90>96.90	10	198.90>96.90	20
251	特丁津	20.916	228.90>173.10	5	172.90>172.00	5
252	去草净 (特丁净)	23.508	185.00>170.10	5	241.10>170.20	15
253	杀虫威	27.298	328.90>109.00	15	330.90>109.00	15
254	氟醚唑 (四氟醚唑)	26.659	336.00>217.90	20	336.00>203.80	30

255	三氯杀螨砒	32.311	226.90>199.00	15	158.90>131.00	10
256	胺菊酯	31.261/31.425	164.00>107.10	10	164.00>77.10	25
257	禾草丹	23.691	100.00>72.00	5	124.90>89.00	15
258	虫线磷	16.571	143.00>79.00	10	175.00>79.00	10
259	甲基立枯磷	22.600	265.00>250.00	15	265.00>93.00	25
260	三唑酮	25.350	208.00>181.10	5	208.00>111.00	20
261	三唑醇	27.614/27.614	168.00>70.00	10	128.00>65.00	25
262	野麦畏	19.724	268.00>184.10	20	142.90>83.00	15
263	三唑磷	30.585	161.20>134.20	5	161.20>106.10	10
264	毒壤磷	23.860	296.80>268.90	10	298.80>270.90	10
265	灭草环	22.560	187.10>159.10	10	173.10>145.00	15
266	肟菌酯	29.727	116.00>89.00	15	131.00>89.00	30
267	乙烯菌核利	23.241	187.00>124.00	20	197.90>145.00	15
内标	环氧七氯 (exo)	24.953	352.80>262.90	15	354.80>264.90	15

注：此表化合物编号按照 GB 23200.113-2026 国标编号排序（按照英文名字母排序），一共 242 个农药及其代谢物，但其中某些农药及代谢物存在异构体（如六六六同分异构体有 4 个），故共有 267 个化合物。

### 3.2 基质匹配标准溶液色谱图

以大米为基质，制备各农药浓度为 20  $\mu\text{g/L}$  的基质标溶液，检测得到的 TIC 图如下所示。

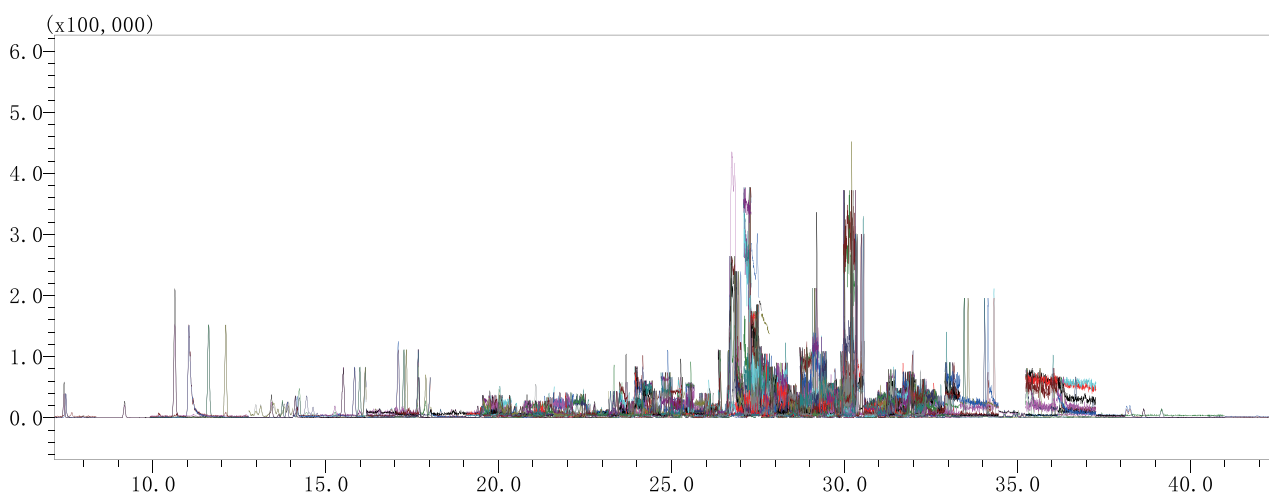
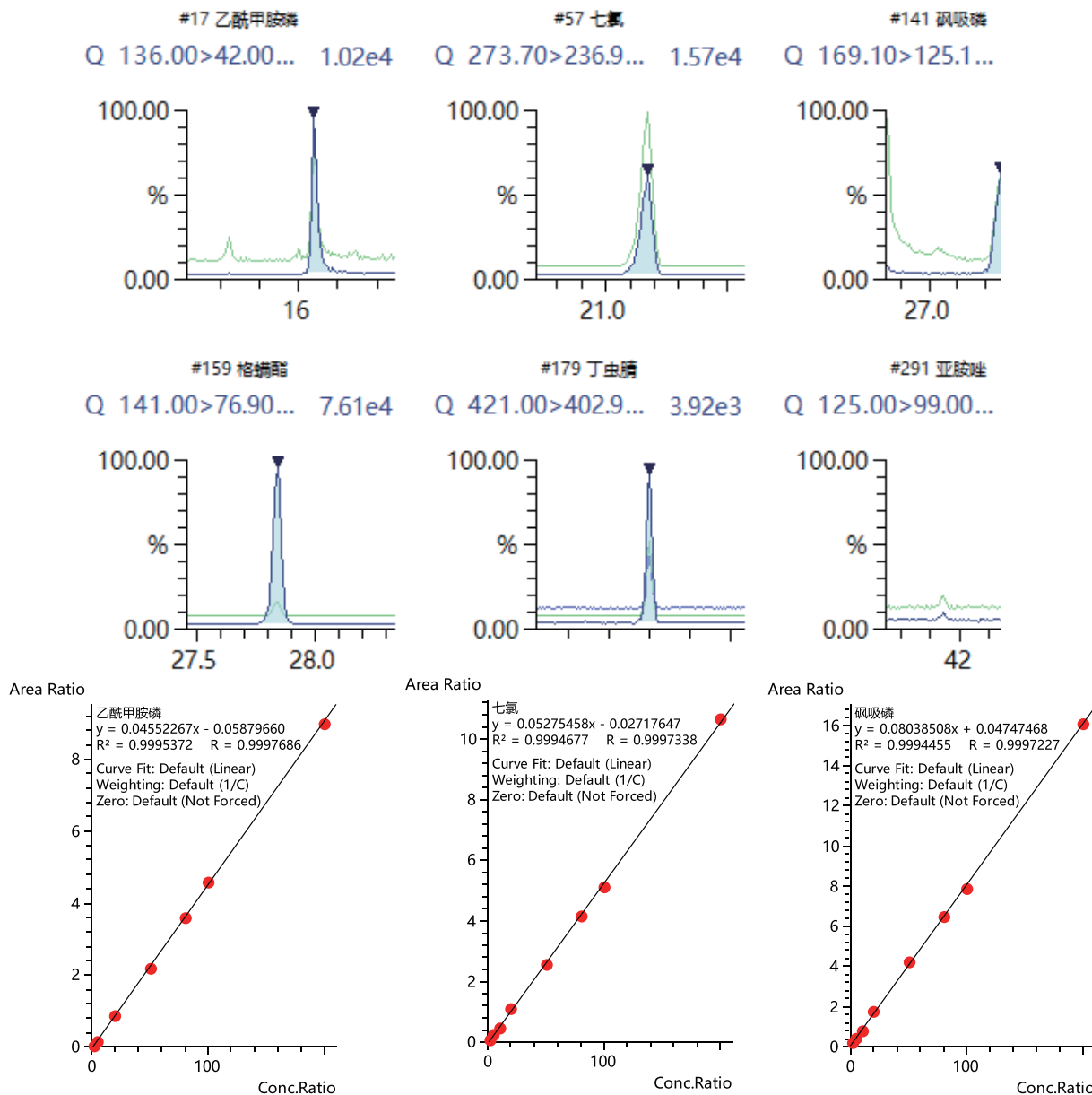


图 2 大米基质中 242 种农药及其代谢物的谱图 (20  $\mu\text{g/L}$ )

### 3.3 标准曲线、检测限和重复性

称取 5 g 空白样品（精确到 0.01 g），按照 2 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 242 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 2、5、10、20、50、80、100 和 200  $\mu\text{g/L}$  的 242 种混合农药基质添加的标准溶液，过 0.22  $\mu\text{m}$  微孔滤膜，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，以 3 倍信噪比（峰至峰）计算最低检测限（LOD）。峰面积的重复性以 20  $\mu\text{g/L}$  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。各化合物标准曲线的相关系数、最低检出限（LOD）及峰面积的 RSD 值见表 2。



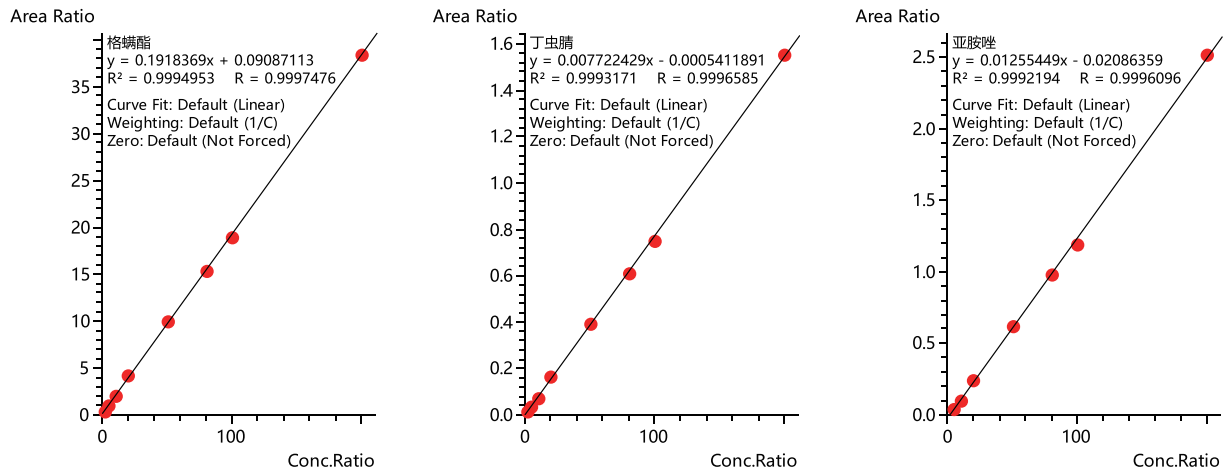


图 3 大米基质中部分农药的质量色谱图及标准曲线

表 2 大米基质中各农药标准曲线相关系数、最低检出限 (LOD) 及精密度 RSD (%)

序号	化合物名称	相关系数 R	LOD (µg/L)	RSD% (n=6)	序号	化合物名称	相关系数 R	LOD (µg/L)	RSD% (n=6)
1	2,4- 滴异辛酯	0.9990	6.19	9.77	135	氟吡菌胺	0.9997	0.09	1.96
2	乙酰甲胺磷	0.9998	0.48	8.21	136	氟吡菌酰胺	0.9996	0.21	2.79
3	乙草胺	0.9996	0.21	2.42	137	三氟硝草醚	0.9947	0.51	3.43
4	苯草醚	0.9928	1.39	3.61	138	氟除草醚	0.9987	0.52	3.47
5	氟丙菊酯	0.9963	0.27	3.79	139	氟喹唑	0.9998	0.06	2.51
6	甲草胺	0.9996	0.42	2.95	140	噻草酸甲酯	0.9997	1.26	4.84
7	艾氏剂	0.9994	0.58	6.48	141	氟酰胺	0.9996	0.12	2.18
8	烯丙菊酯	0.9981	3.57	5.29	142	氟胺氰菊酯	0.9984	0.70	4.02
9	莠灭净	0.9994	0.64	3.07	143	地虫硫磷	0.9996	0.47	3.16
10	莎稗磷	0.9997	0.25	3.04	144	安硫磷 (安果)	0.9979	0.20	2.13
11	阿特拉通	0.9998	0.61	3.86	145	噻唑磷	0.9979	0.26	2.93
12	莠去津	0.9998	0.23	2.84	146	格磷酯	0.9997	0.09	2.56
13	脱乙基阿特拉津 (脱乙基莠去津)	0.9996	0.19	2.62	147	氟吡甲禾灵	0.9997	0.09	2.24
14	乙基谷硫磷 (益棉磷)	0.9991	1.38	3.03	148	七氯	0.9997	0.09	3.45
15	氟丁酰草胺	0.9997	0.32	3.47	149	庚烯磷	0.9998	0.08	2.40
16	苯霜灵	0.9995	1.32	2.29	150	六氯苯	0.9996	0.09	2.61
17	草除灵	0.9990	2.67	4.51	151	己唑醇	0.9993	2.23	8.40
18	氟草胺 (乙丁氟灵)	0.9951	0.15	4.46	152	环嗪酮	0.9997	0.21	2.74

19	alpha- 六六六	0.9997	0.12	3.10	153	烯虫乙酯	0.9997	0.27	3.36
20	beta- 六六六	0.9997	0.15	2.79	154	抑霉唑	0.9992	1.61	4.84
21	gamma- 六六六	0.9998	0.08	2.39	155	亚胺唑	0.9996	3.34	4.42
22	delta- 六六六	0.9997	0.13	2.07	156	茚草酮	0.9971	5.54	4.48
23	氟萘禾草灵 (甲酸除草醚)	0.9921	0.35	2.02	157	异稻瘟净	0.9994	0.04	3.55
24	联苯菊酯	0.9997	0.14	2.04	158	异菌脲	0.9996	0.31	5.21
25	联苯	0.9996	0.12	3.17	159	氯唑磷	0.9998	0.78	4.20
26	啶酰菌胺	0.9998	0.19	3.16	160	水胺硫磷	0.9997	10.05	5.48
27	除草定	0.9995	1.65	3.19	161	异柳磷	0.9998	0.27	2.89
28	溴苯烯磷	0.9991	0.05	2.61	162	氧异柳磷	0.9998	0.13	2.62
29	溴硫磷	0.9997	0.10	2.81	163	甲基异柳磷	0.9996	0.07	2.95
30	乙基溴硫磷	0.9998	0.06	2.89	164	异丙威	0.9998	0.37	3.00
31	溴螨酯	0.9997	0.48	3.08	165	稻瘟灵	0.9998	0.07	3.00
32	辛酰溴苯腈	0.9994	1.30	5.46	166	异唑磷(噁唑磷)	0.9935	1.18	2.87
33	乙嘧酚磺酸酯	0.9996	0.14	3.17	167	烯虫炔酯	0.9965	6.15	9.58
34	丁草胺	0.9947	2.00	7.35	168	醚菌酯	0.9997	0.53	3.05
35	抑草磷	0.9975	0.12	3.08	169	溴苯磷	0.9998	0.29	2.39
36	克百威	0.9995	1.16	5.03	170	马拉氧磷	0.9987	0.52	3.37
37	3- 羟基克百威	0.9993	1.95	8.22	171	马拉硫磷	0.9997	0.48	3.04
38	三硫磷	0.9997	1.75	2.70	172	2 甲 4 氯异辛酯	0.9987	1.81	9.76
39	顺式 - 氯丹	0.9998	0.23	2.54	173	苯噻酰草胺	0.9998	0.17	2.12
40	氯丹 - 反式	0.9997	0.17	3.81	174	啞菌胺	0.9998	1.27	2.43
41	虫螨腈	0.9993	0.93	7.30	175	地胺磷	0.9997	0.12	2.99
42	杀螨酯	0.9997	0.28	2.59	176	甲霜灵	0.9996	0.22	3.14
43	毒虫畏	0.9977	0.99	3.96	177	虫螨畏	0.9989	3.46	8.10
44	草枯醚	0.9953	0.47	3.45	178	甲胺磷	0.9993	0.73	5.84
45	乙酯杀螨醇	0.9997	0.23	2.54	179	杀扑磷	0.9999	0.05	2.50
46	氯苯甲醚	0.9998	0.06	2.78	180	烯虫酯	0.9997	2.03	3.79
47	丙酯杀螨醇	0.9998	0.28	2.54	181	甲氧滴滴涕	0.3434	#VALUE!	47.52
48	氯苯胺灵	0.9969	1.05	6.26	182	异丙甲草胺	0.9998	0.05	2.47
49	毒死蜱	0.9997	1.38	1.93	183	噻草酮	0.9995	0.49	4.00
50	甲基毒死蜱	0.9998	0.11	3.72	184	速灭磷	0.9998	0.18	3.39
51	氯酞酸甲酯	0.9995	0.13	1.97	185	灭蚁灵	0.9997	0.06	2.69
52	虫螨磷	0.9995	0.16	2.43	186	禾草敌	0.9996	1.37	3.93

53	异噁草酮	0.9998	0.09	2.67	187	久效磷	0.9996	0.37	5.88
54	蝇毒磷	0.9998	0.19	3.15	188	绿谷隆	0.9997	0.18	3.30
55	草灭特(环草敌)	0.9997	0.94	3.01	189	腈菌唑	0.9997	0.12	3.19
56	环氟菌胺	0.9944	2.16	5.98	190	二溴磷	0.9994	1.76	9.03
57	氟氟菊酯	0.9987	1.16	2.75	191	萘丙酰草胺 (敌草胺)	0.9995	0.39	3.36
58	氯氟菊酯	0.9986	0.69	3.17	192	除草醚	0.9974	0.13	3.31
59	氯氟菊酯	0.9992	17.24	4.68	193	氧乐果	0.9993	0.27	3.73
60	环唑醇 (环丙唑醇)	0.9996	0.72	3.02	194	丙炔噁草酮	0.9989	4.22	4.83
61	啞菌环胺	0.9997	0.20	2.83	195	噁草酮	0.9997	1.31	2.10
62	o,p'-DDD	0.9997	0.18	2.63	196	噁霜灵	0.9997	0.23	2.91
63	p,p'-DDD	0.9998	0.15	2.86	197	亚砷磷	0.9993	0.41	5.29
64	o,p'-DDE	0.9996	0.03	2.96	198	乙氧氟草醚	0.9954	0.71	4.17
65	p,p'-DDE	0.9996	0.06	1.65	199	多效唑	0.9984	0.61	4.32
66	o,p'-DDT	0.9993	0.44	1.89	200	对氧磷	0.9957	2.16	5.67
67	p,p'-DDT	0.9978	0.50	1.67	201	甲基对氧磷	0.9973	0.92	5.91
68	脱叶磷	0.9997	1.21	1.40	202	对硫磷	0.9946	0.64	4.83
69	溴氟菊酯	0.9977	1.83	3.83	203	甲基对硫磷	0.9985	0.94	4.16
70	甲基内吸磷	0.9996	0.38	3.46	204	戊菌唑	0.9972	0.13	2.19
71	砷吸磷	0.9997	0.89	2.39	205	二甲戊灵	0.9970	1.29	3.98
72	敌草净	0.9998	0.34	3.60	206	五氯苯胺	0.9994	0.38	2.50
73	二嗪磷	0.9998	0.13	3.88	207	五氯硝基苯	0.9991	0.33	3.09
74	除线磷	0.9998	0.08	2.63	208	氯菊酯	0.9993	0.88	2.54
75	2,6-二氯苯甲酰胺	0.9998	0.38	3.32	209	氰烯菌酯	0.9995	1.07	4.37
76	敌草腈	0.9997	0.05	2.50	210	甲拌磷	0.9982	0.15	3.78
77	敌敌畏	0.9994	0.15	2.43	211	甲拌磷砷	0.9883	2.85	9.55
78	禾草灵	0.9997	0.09	2.91	212	甲拌磷亚砷	0.9996	1.20	2.00
79	氯硝胺	0.9999	0.51	3.94	213	伏杀硫磷	0.9998	0.35	3.30
80	三氯杀螨醇	0.9995	0.45	2.85	214	硫环磷	0.9999	0.37	2.13
81	百治磷	0.9997	0.18	5.07	215	亚胺硫磷	0.9998	0.17	4.28
82	狄氏剂	0.9996	1.25	5.03	216	磷胺	0.9995	2.02	2.16
83	苯醚甲环唑	0.9998	0.23	5.69	217	增效醚	0.9998	0.23	2.29
84	菌核净	0.9993	1.48	3.91	218	哌草磷	0.9997	0.05	3.96

85	乐果	0.9998	1.09	3.83	219	抗蚜威	0.9998	0.05	2.85
86	烯唑醇	0.9997	0.27	4.03	220	乙基虫螨磷 / 啉啉磷	0.9995	0.24	3.61
87	敌噁磷	0.9988	1.39	4.08	221	甲基啉啉磷	0.9998	0.10	4.04
88	二苯胺	0.9998	0.86	2.81	222	丙草胺	0.9997	0.40	3.52
89	异丙净	0.9997	0.04	4.39	223	腐霉利	0.9975	10.85	5.16
90	灭菌磷	0.9998	0.91	1.93	224	丙溴磷	0.9996	0.51	3.82
91	敌瘟磷	0.9996	0.09	2.17	225	环丙氟灵	0.9927	0.63	3.57
92	硫丹硫酸酯	0.9997	0.16	3.04	226	扑草净	0.9998	1.51	3.85
93	alpha- 硫丹	0.9988	2.36	1.92	227	炔苯酰草胺	0.9995	0.37	4.20
94	beta- 硫丹	0.9997	0.81	1.86	228	敌稗	0.9995	0.51	2.82
95	异狄氏剂	0.9986	1.96	3.19	229	扑灭津	0.9996	0.45	3.29
96	异狄氏剂醛	0.9974	4.99	6.63	230	胺丙畏	0.9998	0.72	3.42
97	异狄氏剂酮	0.9994	0.49	5.84	231	丙环唑	0.9997	6.87	5.26
98	烯肟菌酯	0.9977	1.12	2.98	232	残杀威	0.9998	0.06	3.27
99	苯硫磷	0.9943	1.03	2.88	233	丙硫磷	0.9997	0.30	2.82
100	氟环唑	0.9998	0.22	3.58	234	吡唑醚菌酯	0.9994	11.67	6.82
101	抑草蓬	0.9973	1.04	3.43	235	定菌磷 (吡菌磷)	0.9998	0.38	2.61
102	乙丁烯氟灵	0.9950	2.41	3.44	236	哒螨灵	0.9996	0.25	3.21
103	硫草敌	0.9996	0.13	2.81	237	哒嗪硫磷	0.9999	0.11	4.39
104	乙硫磷	0.9998	0.07	2.97	238	啉霉胺	0.9996	0.91	4.72
105	灭草松 (乙氧呋草黄)	0.9990	0.11	2.80	239	吡丙醚	0.9996	0.45	4.16
106	灭线磷	0.9998	0.14	2.74	240	喹硫磷	0.9999	2.01	2.59
107	醚菊酯	0.9998	0.19	2.22	241	喹氧灵	0.9996	0.04	2.70
108	乙螨唑	0.9995	0.74	2.45	242	皮蝇磷	0.9998	0.11	2.69
109	土菌灵	0.9997	0.38	3.48	243	西玛津	0.9881	1.41	3.55
110	乙啉硫磷	0.9996	0.98	4.65	244	治螟磷	0.9996	0.19	2.96
111	伐灭磷	0.9998	0.24	3.84	245	戊唑醇	0.9998	0.10	2.28
112	咪唑菌酮	0.9996	0.34	3.90	246	吡螨胺	0.9996	0.04	2.61
113	烯肟菌胺	0.9973	3.05	3.23	247	啉丙磷 (丁基啉啉磷)	0.9998	0.20	3.38
114	氯苯啉啉醇	0.9996	0.85	2.76	248	四氯硝基苯	0.9998	0.27	3.92
115	腈苯唑	0.9996	0.51	2.53	249	特丁硫磷	0.9996	0.36	2.63
116	杀螟硫磷	0.9977	0.20	4.63	250	特丁硫磷砒	0.9998	4.72	2.27
117	仲丁威	0.9998	0.11	2.68	251	特丁津	0.9998	0.21	2.03

118	苯硫威	0.9996	0.08	2.46	252	去草净(特丁净)	0.9998	0.40	2.54
119	甲氰菊酯	0.9995	0.61	3.15	253	杀虫威	0.9973	0.13	2.39
120	丰索磷	0.9936	0.12	1.77	254	氟醚唑(四氟醚唑)	0.9994	0.14	4.23
121	倍硫磷	0.9998	0.43	4.51	255	三氯杀螨砜	0.9996	0.63	2.34
122	倍硫磷砜	0.9997	0.06	1.32	256	胺菊酯	0.9998	0.77	1.58
123	倍硫磷亚砜	0.9958	1.95	5.15	257	禾草丹	0.9997	0.46	2.53
124	三苯基氢氧化锡	0.9987	2.92	8.54	258	虫线磷	0.9998	0.13	3.56
125	氟戊菊酯	0.9979	0.74	3.52	259	甲基立枯磷	0.9997	0.36	3.07
126	氟虫腈	0.9997	0.22	3.33	260	三唑酮	0.9998	0.16	3.31
127	氟甲腈	0.9997	0.04	3.26	261	三唑醇	0.9988	1.86	7.88
128	氟虫腈硫醚	0.9997	0.06	3.44	262	野麦畏	0.9996	0.09	3.81
129	氟虫腈砜	0.9997	0.08	2.88	263	三唑磷	0.9964	2.39	3.56
130	吡氟禾草灵	0.9997	0.07	3.43	264	毒壤磷	0.9993	0.05	3.12
131	氟氟戊菊酯	0.9995	0.38	4.32	265	灭草环	0.9993	1.15	4.56
132	咯菌腈	0.9997	0.18	1.97	266	肟菌酯	0.9996	0.54	2.98
133	丁虫腈	0.9997	0.35	4.42	267	乙烯菌核利	0.9994	0.16	2.88
134	氟吗啉	0.9994	0.09	3.31					

### 3.4 加标回收率

将空白样品进行 20 µg/L 浓度加标后, 按照上述前处理方法处理后上机, 平行 3 份样品考察回收率和 RSD, 详细结果如下表所示。

表 4 各组分添加回收率结果

序号	化合物名称	平均回收率 %	RSD% (n=3)	序号	化合物名称	平均回收率 %	RSD% (n=3)
1	2,4-滴异辛酯	109.46	3.68	135	氟吡菌胺	108.74	2.11
2	乙酰甲胺磷	108.14	1.97	136	氟吡菌酰胺	105.96	1.34
3	乙草胺	100.34	2.60	137	三氟硝草醚	114.86	2.68
4	苯草醚	101.72	8.73	138	氟除草醚	100.79	3.76
5	氟丙菊酯	99.66	3.75	139	氟啶唑	101.81	2.29
6	甲草胺	103.90	1.57	140	噻草酸甲酯	105.18	3.24
7	艾氏剂	85.68	3.80	141	氟酰胺	103.58	0.42
8	烯丙菊酯	94.09	6.41	142	氟胺氰菊酯	109.01	1.42
9	莠灭净	94.07	1.40	143	地虫硫磷	98.85	2.77
10	莎稗磷	104.03	1.61	144	安硫磷(安果)	73.37	2.64
11	阿特拉通	102.09	1.65	145	噻唑磷	95.48	2.45
12	莠去津	102.67	1.81	146	格螨酯	103.63	0.85

13	脱乙基阿特拉津 (脱乙基莠去津)	104.02	2.50	147	氟吡甲禾灵	108.26	2.17
14	乙基谷硫磷(益棉磷)	107.77	1.24	148	七氯	98.26	0.97
15	氟丁酰草胺	102.42	0.47	149	庚烯磷	103.23	1.07
16	苯霜灵	101.14	8.73	150	六氯苯	84.28	1.11
17	草除灵	115.98	1.90	151	己唑醇	91.64	8.00
18	氟草胺(乙丁氟灵)	103.96	2.64	152	环嗪酮	102.48	2.71
19	alpha-六六六	98.58	1.38	153	烯虫乙酯	84.91	1.34
20	beta-六六六	98.63	0.94	154	抑霉唑	90.66	1.17
21	gamma-六六六	96.62	2.44	155	亚胺唑	110.37	3.31
22	delta-六六六	102.66	2.83	156	茛草酮	105.40	2.89
23	氟萘禾草灵(甲酸除草醚)	114.48	6.03	157	异稻瘟净	103.80	1.34
24	联苯菊酯	92.26	1.45	158	异菌脲	99.96	1.24
25	联苯	94.84	0.74	159	氯唑磷	107.61	1.89
26	啶酰菌胺	105.01	2.14	160	水胺硫磷	100.27	5.21
27	除草定	98.37	2.96	161	异柳磷	106.07	1.68
28	溴苯烯磷	98.99	2.29	162	氧异柳磷	110.23	1.79
29	溴硫磷	103.68	1.72	163	甲基异柳磷	106.52	1.39
30	乙基溴硫磷	103.67	0.77	164	异丙威	102.30	1.16
31	溴螨酯	96.54	1.61	165	稻瘟灵	106.05	2.69
32	辛酰溴苯腈	84.69	1.17	166	异唑磷(噁唑磷)	105.57	4.21
33	乙嘧酚磺酸酯	104.53	0.39	167	烯虫炔酯	103.42	5.29
34	丁草胺	106.21	2.36	168	醚菌酯	104.05	2.73
35	抑草磷	105.96	1.27	169	溴苯磷	95.64	1.36
36	克百威	104.41	1.86	170	马拉氧磷	104.69	0.15
37	3-羟基克百威	93.45	4.48	171	马拉硫磷	105.72	2.12
38	三硫磷	98.27	4.44	172	2甲4氯异辛酯	103.93	4.12
39	顺式-氯丹	95.72	2.50	173	苯噻酰草胺	102.83	1.67
40	氯丹-反式	99.09	2.80	174	啞菌胺	97.55	1.41
41	虫螨腈	103.98	3.57	175	地胺磷	104.27	0.85
42	杀螨酯	102.22	0.78	176	甲霜灵	106.35	0.68
43	毒虫畏	113.99	1.46	177	虫螨畏	92.44	1.13
44	草枯醚	105.49	3.53	178	甲胺磷	97.84	1.21
45	乙酯杀螨醇	98.48	1.68	179	杀扑磷	103.29	0.74
46	氯苯甲醚	92.35	1.55	180	烯虫酯	88.82	4.12
47	丙酯杀螨醇	97.99	1.02	181	甲氧滴滴涕	106.30	1.68

48	氯苯胺灵	83.59	3.02	182	异丙甲草胺	103.73	0.89
49	毒死蜱	105.15	0.92	183	噻草酮	108.14	2.06
50	甲基毒死蜱	99.10	1.03	184	速灭磷	94.35	1.19
51	氯酞酸甲酯	100.58	2.06	185	灭蚁灵	89.09	1.32
52	虫螨磷	102.91	2.06	186	禾草敌	81.63	0.46
53	异噁草酮	101.74	1.09	187	久效磷	108.03	4.08
54	蝇毒磷	106.36	0.93	188	绿谷隆	99.52	1.46
55	草灭特（环草敌）	93.48	0.93	189	腈菌唑	103.89	0.93
56	环氟菌胺	96.07	5.74	190	二溴磷	97.02	2.73
57	氟氯氰菊酯	92.78	2.89	191	萘丙酰草胺（敌草胺）	103.35	1.26
58	氯氟氰菊酯	98.17	8.17	192	除草醚	103.88	1.52
59	氯氰菊酯	106.41	3.29	193	氧乐果	103.51	1.20
60	环唑醇（环丙唑醇）	95.86	2.15	194	丙炔噁草酮	106.43	4.86
61	啉菌环胺	99.92	1.69	195	噁草酮	100.73	2.19
62	o,p'-DDD	102.29	1.77	196	噁霜灵	105.61	2.77
63	p,p'-DDD	99.61	0.85	197	亚砷磷	102.65	3.59
64	o,p'-DDE	95.47	0.27	198	乙氧氟草醚	107.26	8.69
65	p,p'-DDE	87.28	1.94	199	多效唑	96.45	1.81
66	o,p'-DDT	100.21	1.96	200	对氧磷	73.52	4.86
67	p,p'-DDT	97.99	1.43	201	甲基对氧磷	81.77	1.46
68	脱叶磷	91.61	3.42	202	对硫磷	112.12	1.57
69	溴氰菊酯	108.37	11.78	203	甲基对硫磷	111.40	2.74
70	甲基内吸磷	100.94	1.22	204	戊菌唑	101.28	1.00
71	砷吸磷	94.95	2.56	205	二甲戊灵	107.79	5.30
72	敌草净	101.82	0.79	206	五氯苯胺	97.34	1.57
73	二噻磷	98.55	1.99	207	五氯硝基苯	97.90	1.32
74	除线磷	97.96	1.19	208	氯菊酯	97.50	1.79
75	2,6-二氯苯甲酰胺	104.64	2.16	209	氰烯菌酯	101.57	1.36
76	敌草腈	81.79	1.40	210	甲拌磷	97.38	1.30
77	敌敌畏	96.95	0.85	211	甲拌磷砷	106.81	2.15
78	禾草灵	97.07	0.88	212	甲拌磷亚砷	101.36	4.36
79	氯硝胺	110.92	1.90	213	伏杀硫磷	102.70	1.71
80	三氯杀螨醇	108.54	2.31	214	硫环磷	101.16	2.42
81	百治磷	106.54	1.82	215	亚胺硫磷	103.09	2.84
82	狄氏剂	89.27	9.84	216	磷胺	104.11	2.66

83	苯醚甲环唑	105.94	0.96	217	增效醚	102.39	1.51
84	菌核净	107.66	2.14	218	呋草磷	101.29	1.08
85	乐果	116.40	0.68	219	抗蚜威	102.03	0.88
86	烯唑醇	97.78	2.17	220	乙基虫螨磷 / 啉啉磷	98.48	5.45
87	敌噁磷	104.43	3.89	221	甲基啉啉磷	102.32	0.64
88	二苯胺	89.05	2.67	222	丙草胺	101.43	1.58
89	异丙净	101.20	1.90	223	腐霉利	97.50	5.60
90	灭菌磷	71.71	1.19	224	丙溴磷	92.99	2.51
91	敌瘟磷	93.99	3.20	225	环丙氟灵	107.53	4.77
92	硫丹硫酸酯	98.38	1.83	226	扑草净	100.78	0.45
93	alpha- 硫丹	112.52	3.26	227	炔苯酰草胺	103.66	1.93
94	beta- 硫丹	97.38	4.28	228	敌稗	109.05	1.84
95	异狄氏剂	103.67	4.98	229	扑灭津	108.19	0.59
96	异狄氏剂醛	-	-	230	胺丙畏	105.63	2.26
97	异狄氏剂酮	102.67	5.55	231	丙环唑	94.15	1.26
98	烯肟菌酯	100.30	3.39	232	残杀威	103.34	0.76
99	苯硫磷	104.13	3.69	233	丙硫磷	94.46	2.39
100	氟环唑	103.89	0.05	234	吡唑醚菌酯	108.27	8.00
101	抑草蓬	108.14	1.71	235	定菌磷 (吡菌磷)	104.07	1.76
102	乙丁烯氟灵	106.94	0.63	236	哒螨灵	97.99	2.40
103	硫草敌	72.17	1.18	237	哒嗪硫磷	101.22	2.20
104	乙硫磷	100.73	0.73	238	啉霉胺	101.85	2.09
105	灭草松 (乙氧呋草黄)	104.13	2.24	239	吡丙醚	98.16	1.88
106	灭线磷	100.70	1.61	240	喹硫磷	100.18	1.21
107	醚菊酯	112.50	0.85	241	喹氧灵	94.07	0.82
108	乙螨唑	99.33	4.64	242	皮蝇磷	98.53	1.29
109	土菌灵	82.53	1.45	243	西玛津	103.93	2.80
110	乙啉硫磷	102.41	0.83	244	治螟磷	101.16	1.92
111	伐灭磷	99.23	1.32	245	戊唑醇	99.26	2.43
112	咪唑菌酮	102.37	0.79	246	吡螨胺	100.82	1.12
113	烯肟菌胺	86.38	4.36	247	啉丙磷 (丁基啉啉磷)	100.22	0.35
114	氯苯啉啉醇	98.16	4.01	248	四氯硝基苯	92.92	2.60
115	腈苯唑	109.17	1.64	249	特丁硫磷	98.79	2.11
116	杀螟硫磷	110.12	2.94	250	特丁硫磷砒	103.47	1.30
117	仲丁威	104.51	3.80	251	特丁津	103.75	0.83

118	苯硫威	103.52	1.05	252	去草净（特丁净）	100.22	2.28
119	甲氰菊酯	98.89	1.80	253	杀虫威	95.12	1.00
120	丰索磷	99.82	1.96	254	氟醚唑（四氟醚唑）	103.00	1.07
121	倍硫磷	98.08	1.57	255	三氯杀螨砜	101.81	1.83
122	倍硫磷砜	103.57	1.22	256	胺菊酯	102.89	5.40
123	倍硫磷亚砜	101.98	8.37	257	禾草丹	100.71	0.76
124	三苯基氢氧化锡	99.91	9.09	258	虫线磷	100.04	2.08
125	氰戊菊酯	104.38	2.44	259	甲基立枯磷	104.20	1.22
126	氟虫腈	107.24	2.33	260	三唑酮	101.76	2.74
127	氟甲腈	105.27	0.50	261	三唑醇	90.41	2.23
128	氟虫腈硫醚	103.88	1.59	262	野麦畏	97.63	1.68
129	氟虫腈砜	105.06	1.84	263	三唑磷	106.42	2.53
130	吡氟禾草灵	100.28	1.19	264	毒壤磷	99.18	2.24
131	氟氰戊菊酯	105.40	1.99	265	灭草环	108.47	1.21
132	咯菌腈	103.22	1.10	266	肟菌酯	102.34	0.24
133	丁虫腈	114.18	5.00	267	乙烯菌核利	102.31	1.36
134	氟吗啉	115.06	1.18				

注：测定植物源性食品中异狄氏剂醛时，前处理中不使用 PSA

## ■ 结论

本方法采用三重四极杆气质联用仪建立了谷物中 242 种农药残留的检测方法，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，整个前处理操作简单。在 2~200  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内线性良好，相关系数 R 均在 0.99 以上。基质标液 6 针精密度测试 RSD 在 10% 以内。加标浓度为 20  $\mu\text{g/L}$  时，大米中农药回收率在 70~120%。实验表明，采用岛津农残数据库生成仪器方法快速简便，三重四极杆串联质谱检测农药能够有效地消除基质干扰，获得较好的检测灵敏度，从而实现了对植物源性食物中多农药残留的快速准确检测。

岛津应用云

