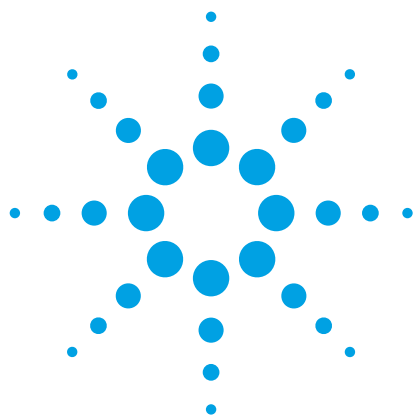




应用 QuEChERS 方法和 Agilent 7000 系列三重四极杆气质联用仪测定谷物中的 200 多种农药残留

应用简报

食品

作者

Zeying He、Lu Wang、Yi Peng、
Ming Luo 和 Xiaowei Liu
农业部环境保护科研监测所，
中国天津，300191

Wenwen Wang
安捷伦科技（中国）有限公司，
中国北京，100102

摘要

本应用简报介绍了一种用于分析谷物（玉米、小麦粉和大米）中 218 种农药的简单高通量方法，该方法使用安捷伦 QuEChERS 试剂盒与 Agilent 7000 系列三重四极杆气质联用系统相结合。利用基质匹配标样校准方法避免基质干扰引起的定量偏差。结果表明该方法在 2-200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 两个数量级的浓度范围内，线性良好。定量限 (LOQ) 处于 5-50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的范围内，且大多数农药的定量限为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，低于法规允许的最大残留限量。加标测试表明在 5、10、20、50、100 和 200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的浓度下，大部分农药的回收率在 70%-120% 的范围内 ($n = 6$)，相对标准偏差 (RSD) 低于 20 %。该流程适用于对谷物中的农药残留进行常规分析。



Agilent Technologies

前言

大米、小麦和玉米是全球最重要的三种粮食作物。为确保高产量，农用化学品（肥料和农药）被广泛使用。然而，不规范的使用农药可能导致产品中含有农药残留。许多国际组织和不同国家（如美国、中国和日本）的法规均规定了农药在谷物等食品中的最大残留限量 (MRL)。中国最新制定的最大残留限量标准将谷物中的大部分农药残留水平设定为 50-500 µg/kg [1]。监测谷物中的农药残留对于确保食品安全和遵循生产质量管理规范都非常重要。

QuEChERS 方法被广泛应用在提取和净化食品中的农药残留。QuEChERS 方法自 2003 年由 Anastassiades 等人 [2] 推出以来，已得到科学界的广泛认可。QuEChERS 多残留流程省略了传统方法中许多复杂的分析步骤，或将一些步骤替换为更简单的步骤。

由于基质的高度复杂性和多样性，分析谷物等干燥样品中的农药被视为一项艰巨的任务。与蔬菜相比，玉米等谷物具有较高的脂肪含量，使其更难萃取和净化。QuEChERS 流程最早开发用于测定含有 75% 以上水分和非脂肪基质的样品中的农药残留。因此，与在蔬菜和水果分析中的应用相比，QuEChERS 方法极少用于谷物中的农药残留分析。

此前，已有研究报道了基于 GC-MS/MS、GC-TOFMS 和 UHPLC-MSMS 检测谷物中的农药多残留分析 [3-5]。然而，这些报道中并未对 200 种以上的农药进行分析。本应用简报介绍了最新发表的一项研究，该研究利用 QuEChERS 与 GC-MS/MS 相结合分析谷物中的 200 多种农药残留 [6]。它是一种基于优化的 QuEChERS 样品前处理与 GC-MS/MS 检测相结合的快速多残留分析方法，目的是对玉米、大米和小麦粉中的 200 多种农药进行测定。

材料与方法

乙腈、乙酸乙酯和丙酮为 HPLC 级。包含陶瓷均质子的安捷伦 QuEChERS 萃取盐包（部件号 5982-5755CH），QuEChERS 分散式固相萃取试剂盒（部件号 5982-5158）。

农药标准品购自 Chemservice (West Chester, PA, USA) 和 Dr. Ehrenstorfer (Ausberg, Germany)。5 µg/mL 的储备标准溶液（分为两组的农药混合物）和内标溶液（环氧七氯 B，1 µg/mL）以乙酸乙酯配制，在使用前均于 -20 °C 下储存。

仪器条件

气相色谱条件

气相色谱系统	Agilent 7890A 气相色谱仪与 Agilent 7693A 自动液体进样器联用
色谱柱	Agilent VF-1701ms (30 m × 0.25 mm, 0.25 µm) (部件号 CP9151)
柱温箱温度	40 °C 下保持 1 min， 以 40 °C/min 升温至 120 °C， 以 5 °C/min 升温至 240 °C， 以 12 °C/min 升温至 300 °C， 保持 6 min
载气	氮气
流速	1.0 mL/min
进样口温度	280 °C
进样量	1.0 µL
进样模式	不分流，1.5 min 后开启吹扫

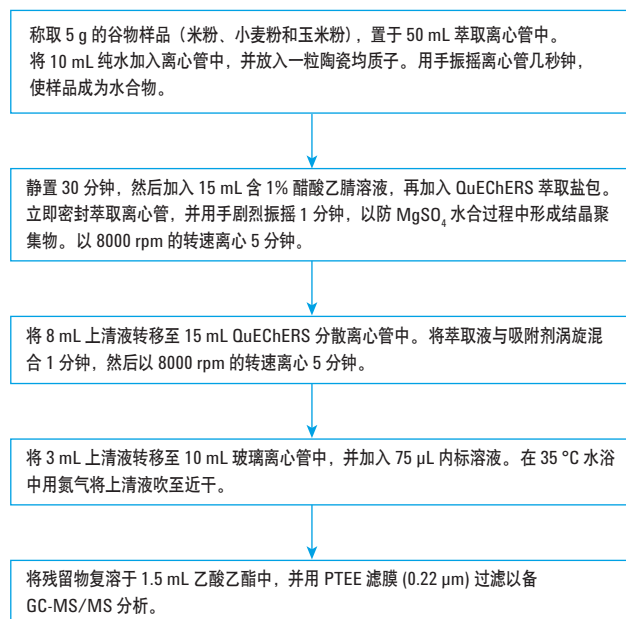
质谱条件

质谱系统	Agilent 7000B 三重四极杆气质联用系统*
离子源	El
离子化电压	70 eV
离子源温度	280 °C
四极杆温度	Q1 150 °C, Q2 150 °C
接口温度	280 °C
溶剂延迟	3.0 min

*安捷伦公司已推出了具有更优异性能的 7000C GC-MS/MS 和 7010 GC-MS/MS。

所有测试农药的特定 MRM 离子对及其他参数均列于附录中。

样品前处理



方法验证

通过添加回收率实验来测定方法准确度和精密度。在 5、10、20、50、100 和 200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 六个添加水平下，进行添加回收率实验。加标后，将加标样品在室温下静置 30 分钟，然后加入水和萃取溶剂。为避免定量误差，使用基质匹配校准样计算分析物回收率。还通过分析基于溶剂的标样对基质效应进行了评价（详细内容参考文献 6）。每种农药的定量限均基于回收率结果，分别将其定义为该农药满足回收率和相对标准偏差要求的最低验证加标浓度。

结果与讨论

线性和定量限

由于基质效应的存在，使用基质匹配标样进行定量分析。在 2-200 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的浓度范围之间，测定农药在三种基质中的线性（采用内标方法，内标浓度为 50 $\mu\text{g}/\text{L}$ ）。在三种基质中，绝大多数农药的线性相关系数 (R^2) 大于 0.99，因而可以实现准确的定量分析。在回收率和相对标准偏差分析中，将 218 种农药分别在 5、10、20、50、100 和 200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的添加水平下，每个添加水平做六个平行样品测试。农药的定量限基于回收率和相对标准偏差结果进行测定，其定义为该农药满足回收率和相对标准偏差要求的最低验证加标浓度，具体信息参照 SANCO/12495/2013 文件 [7]。218 种农药的定量限介于 5-50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 之间，结果如图 1 所示。大多数农药的定量限为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量离子对的信噪比远大于 10。这意味着该方法可以检测更低的浓度水平。

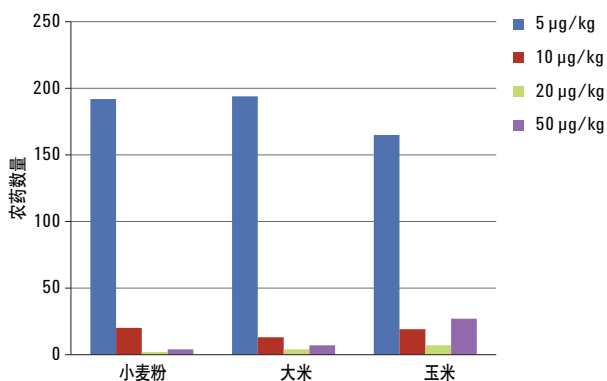


图 1. 三种基质中定量限的分布

回收率和精密度

通过添加回收率实验对玉米、小麦粉和大米基质中 218 种农药优化的 QuEChERS 方法进行评估。在回收率研究中, 通过比较测得的每种农药的实际浓度来测定方法准确度, 在 5、10、20、50、100 和 200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 六个添加水平进行回收率实验, 每个添加水平做六个平行样品测试。回收率实验结果表明, 218 种农药中大多数农药的回收率在 70%-120% 的范围内, 相对标准偏差小于 20%。也有小部分不在此范围的农药, 比如乙拌磷亚砷、敌瘟磷、硫草敌和甲胺磷等农药, 在浓度为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时, 回收率和相对标准偏差分别处于 60%-70% 和 20%-30% 的范围内。图 2A 是浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的添加回收率结果。从图中看出, 对于大多数农药, 大米中的回收率相对低于玉米和面粉的回收率。总的来说, 玉米和小麦粉中的农药回收率相当。

实际样品分析

对购自当地市场的十种谷物样品(两种小麦粉、四种玉米和四种大米)进行测定以验证已建立的方法。如表 1 所示, 样品中检出了两种农药, 其中包括敌敌畏和稻瘟灵, 但浓度和阳性率非常低。基质标准溶液和实际玉米样品中敌敌畏的提取离子色谱图如图 3 所示。

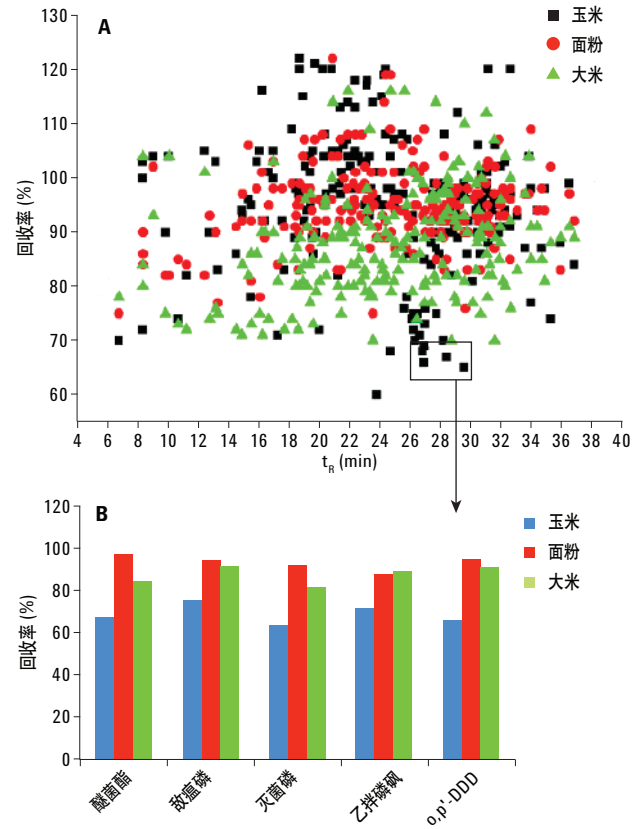


图 2. 玉米、小麦粉和大米基质中所有检测农药 (100 $\mu\text{g}/\text{kg}$) 的回收率 (A) 以及玉米中回收率低于小麦粉和大米中回收率的五种农药的回收率 (B)

表 1. 实际样品中检出的农药浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)

农药	面粉 A	面粉 B	大米 A	大米 B	大米 C	大米 D	玉米 A	玉米 B	玉米 C	玉米 D
敌敌畏	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	< LOQ	n.d.	n.d.	< LOQ	9.58	< LOQ
稻瘟灵	n.d.	n.d.	< LOQ	n.d.	< LOQ	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.

n.d. = 未检出

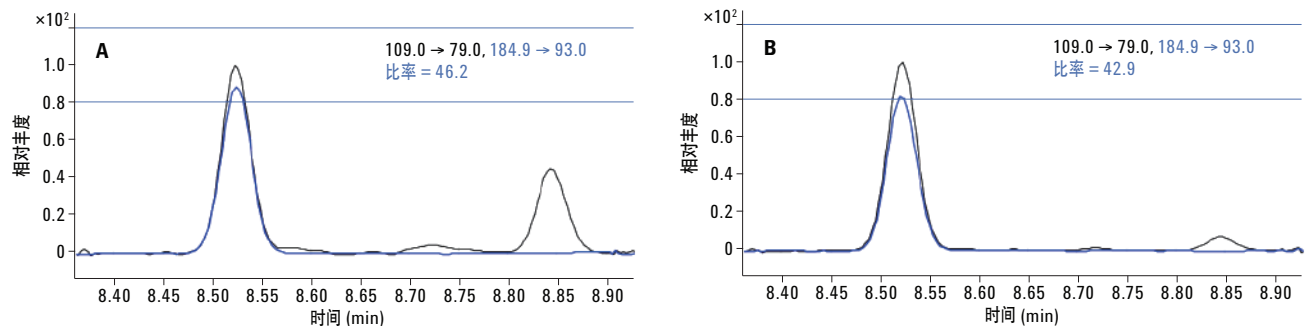


图 3. (A) 基质匹配标准溶液 (5 $\mu\text{g}/\text{kg}$) 和 (B) 实际玉米样品中敌敌畏的提取离子色谱图

本研究方法与其他研究方法的比较

QuEChERS 方法在蔬菜和水果的农残分析中已经广泛应用，在谷物等复杂基质中的应用相对较少。本研究将 QuEChERS 方法应用于谷物样品，与其他相关研究相比具有独特的优势：

- 三种谷物中的 200 多种农药得到了测定，而其他已发表的研究成果涉及到的农药和基质则少得多
- 在萃取流程中，使用陶瓷均质子可提高萃取效率和重现性
- 通过研究六个添加水平可确保良好可靠的方法验证
- 样品前处理所需的萃取时间更少，萃取流程更简单

附录

所选农药的保留时间和离子对参数

农药	RT (min)	MRM 离子对 1	CE1 (eV)	MRM 离子对 2	CE2 (eV)
A 组					
敌敌畏	8.52	109 → 79	5	184.9 → 93	10
乙拌磷亚砷	9.09	125 → 96.9	5	213 → 97	20
甲胺磷	10.12	141 → 95	5	95 → 79	10
二氯苯甲腈（2,6-(敌草腈)）	10.71	171 → 100	25	171 → 136.1	15
速灭磷	12.46	127 → 109	10	127 → 95	15
虫螨畏	12.8	207.9 → 180.1	5	207.9 → 93	10
草达灭	13.33	126.2 → 55.1	10	126.2 → 83.1	5
环草敌	14.89	154.1 → 83.1	5	83 → 55.1	5
异丙威	14.94	121 → 77.1	20	136 → 121.1	10
高灭磷	15.32	142 → 96	5	136 → 94	10
六氯苯	15.51	283.8 → 213.9	30	283.8 → 248.8	15
灭线磷	15.88	157.9 → 114	5	157.9 → 97	15
乙丁烯氟灵	16.21	275.9 → 202.1	15	315.9 → 275.9	10
杀虫脒	16.42	151.9 → 117.1	10	195.9 → 181	5
残杀威	16.97	110 → 63	25	110 → 64	15
治螟磷	16.97	237.8 → 145.9	10	201.8 → 145.9	10
α-BHC	17.55	216.9 → 181	5	218.9 → 183	5
脱乙基莠去津	18.40	172 → 94	15	187 → 172	5
野麦畏	18.69	268 → 184.1	20	142.9 → 83	15
环丙氟灵	18.72	317.9 → 199	15	317.9 → 54.8	10
地虫磷	18.91	136.9 → 109	5	108.9 → 80.9	5
丁基嘧啶磷	19.06	233.9 → 110.1	15	260.8 → 137.2	15
敌杀磷	19.19	152.9 → 96.9	10	271 → 96.9	30
乙拌磷	19.38	88 → 60	5	153 → 97	10
扑灭津	19.40	214.2 → 172.2	10	229.1 → 58.1	10
氯硝胺	19.59	206.1 → 176	10	160.1 → 124.1	10
胺丙畏	19.70	138 → 110	10	138 → 64	15
异稻瘟净	20.21	203.9 → 91	5	121.9 → 121	15

结论

谷物代表了多农药残留分析中难以萃取和净化的复杂样品。本研究开发了一种与 GC-MS/MS 相结合的非常简单而稳定的 QuEChERS 方法，用于测定玉米、小麦粉和大米中的 218 种农药。与利用 QuEChERS 方法分析谷物中农药残留的其他研究相比，本研究方法在目标农药数量、更简单的样品萃取流程和方法验证方面具有优势。本研究获得了满意的定量限、精密度和准确度，表明该方法适用于分析谷物中的多农药残留，可以满足法规和常规的残留监测要求。

所选农药的保留时间和离子对参数 (续)

农药	RT (min)	MRM 离子对 1	CE1 (eV)	MRM 离子对 2	CE2 (eV)
除线磷	20.35	278.9 → 222.9	15	222.9 → 204.9	15
抗蚜威	20.39	238 → 166.2	10	166 → 55.1	20
乐果	20.82	86.9 → 46	15	142.9 → 111	10
久效磷	20.87	127.1 → 109	10	127.1 → 95	15
乙草胺	21.21	174 → 146.1	10	222.9 → 147.2	5
百菌清	21.43	263.8 → 168	25	263.8 → 229	20
甲草胺	21.59	188.1 → 160.2	10	160 → 132.1	10
甲基嘧啶磷	21.82	290 → 125	20	232.9 → 151	5
甲基对氧磷	21.88	229.9 → 136.1	5	229.9 → 106.1	15
乙烯菌核利	22.04	187 → 124	20	197.9 → 145	15
噻草酮	22.23	198 → 82	15	198 → 55	30
甲霜灵	22.30	234 → 146.1	20	220 → 192.1	5
禾草丹	22.57	100 → 72	5	124.9 → 89	15
异丙甲草胺	22.95	238 → 162.2	10	162.2 → 133.2	15
安硫磷	22.97	170 → 93	5	197.9 → 92.9	10
o,p'-三氯杀螨醇	23.29	139 → 111	15	250.9 → 138.9	15
溴硫磷	23.38	330.8 → 315.8	15	328.8 → 313.8	15
倍硫磷	23.50	278 → 169	15	278 → 109	15
环氧七氯 B (内标)	23.86	352.8 → 262.9	15	354.8 → 264.9	15
三唑酮	24.11	208 → 181.1	5	208 → 111	20
对硫磷	24.25	290.9 → 109	10	138.9 → 109	5
甲基异柳磷	24.34	199 → 121	10	241.1 → 199.1	10
甲拌磷亚砷	24.66	96.9 → 64.9	20	96.9 → 78.9	15
异柳磷	24.68	212.9 → 121.1	10	212.9 → 185.1	5
嗪硫磷	24.89	146 → 118	10	146 → 91	30
硫丹-1	24.97	236.8 → 118.9	25	194.9 → 160	5
戊菌唑	25.15	248 → 192.1	15	248 → 157.1	25
灭蚜磷	25.46	130.9 → 86	10	130.9 → 74	5
噻唑磷	25.58	195 → 103	5	195 → 60	20
p,p'-DDE	25.73	246.1 → 176.2	30	315.8 → 246	15
苯硫威	25.86	160.1 → 72.1	10	72 → 56	10
特丁硫磷砷	26.12	198.9 → 143	10	152.9 → 96.9	10
DEF (脱叶磷)	26.17	202 → 147	5	169 → 57.1	5
噻菌胺	26.18	223.2 → 222.2	10	222.2 → 207.2	15
溴苯烯磷	26.45	266.9 → 159.1	15	268.9 → 161.1	15
丙草胺	26.57	262 → 202	5	162.1 → 132.2	20
o,p'-DDD	26.78	235 → 165.2	20	237 → 165.2	20
灭菌磷	26.88	130 → 102.1	10	148 → 130.1	10
醚菌酯	26.89	116 → 89	15	116 → 63	30
恶草酮	26.94	174.9 → 112	15	174.9 → 76	35
o,p'-DDT	27.36	235 → 165.2	20	237 → 165.2	20
环氟菌胺	27.62	188.1 → 88	35	118.1 → 89	25
抑霉唑	27.65	214.9 → 173	5	216.8 → 175	5
地胺磷	27.69	196 → 139.9	15	168 → 139.9	5
乙噻酚磺酸酯	27.85	272.9 → 193.1	5	272.9 → 108	15

所选农药的保留时间和离子对参数 (续)

农药	RT (min)	MRM 离子对 1	CE1 (eV)	MRM 离子对 2	CE2 (eV)
乙氧氟草醚	28.08	252 → 196	20	252 → 146	30
恶唑磷	28.19	177.1 → 130	10	177.1 → 116.1	15
虫螨磷	28.21	324.8 → 268.9	10	296.8 → 268.9	5
氟酰胺	28.21	173 → 145.1	15	280.9 → 173	10
p,p'-DDD	28.41	234.9 → 165.1	20	236.9 → 165.2	20
三硫磷	28.45	153 → 96.9	10	199 → 143	10
硫丹-2	28.49	206.9 → 172	15	276.7 → 240.9	10
啶氧灵	28.76	237 → 208.1	30	271.9 → 237.1	10
苯草醚	28.85	212.1 → 182.2	10	264.1 → 194.2	15
肟菌酯	28.88	116 → 89	15	116 → 63	30
生物苯呋菊酯	29.10	171 → 128	15	143 → 128	10
增效醚	29.18	176.1 → 103.1	25	176.1 → 131.1	15
敌瘟磷	29.53	172.9 → 109	5	201 → 109	10
丰索磷	29.60	140 → 125	10	291.8 → 156	15
三唑磷	29.71	161.2 → 134.2	5	161.2 → 106.1	10
联苯菊酯	29.76	181.2 → 165.2	25	181.2 → 166.2	10
吡蚜胺	30.28	275.9 → 171.1	10	332.9 → 171	15
溴蚜酯	30.46	183 → 155	15	185 → 157	15
氟环唑	30.50	192 → 138.1	10	192 → 111	25
胺菊酯	30.63	164 → 107.1	10	164 → 77.1	25
戊唑醇	30.64	250 → 125	20	125 → 89	15
吡丙醚	30.95	136.1 → 96	15	136.1 → 78.1	20
啶草磷	30.99	320 → 122	10	140 → 98.1	10
EPN	31.07	169 → 141.1	5	169 → 77.1	25
环嗪酮	31.08	171 → 71.1	10	171 → 85.1	10
咪唑菌酮	31.17	238 → 237.2	10	268 → 180.2	20
三氯杀螨砜	31.47	226.9 → 199	15	158.9 → 131	10
莎稗磷	31.54	225.9 → 184	5	225.9 → 157	10
苯线磷亚砷	31.80	304 → 196	15	196 → 93	15
氯苯嘧啶醇	32.20	251 → 139.1	10	219 → 107.1	10
氯菊酯	32.20	183.1 → 168.1	10	183.1 → 153	10
哒螨灵	32.53	147.2 → 117.1	20	147.2 → 132.2	10
咪鲜胺	33.50	180 → 138	10	195.9 → 96.9	30
氯氰菊酯	33.88	163 → 127	5	163 → 91	10
啶酰菌胺	34.60	140 → 112	10	140 → 76	25
氰戊菊酯	35.17	167 → 125.1	5	224.9 → 119	15
溴氰菊酯	36.75	252.9 → 93	15	181 → 152.1	25
B 组					
硫草敌	6.82	100 → 72	5	161 → 72	15
联苯	9.88	154.1 → 153.1	15	153.1 → 152.1	15
土菌灵	11.26	211.1 → 183	10	183 → 140	15
地茂散	13.19	206 → 191.1	10	208 → 193.1	10
四氯硝基苯 (TCNB)	14.52	260.9 → 203	10	214.9 → 179	10
虫线磷	15.53	143 → 79	10	175 → 79	10
二苯胺	16.08	169 → 168.2	15	168 → 167.2	15

所选农药的保留时间和离子对参数 (续)

农药	RT (min)	MRM 离子对 1	CE1 (eV)	MRM 离子对 2	CE2 (eV)
仲丁威	16.26	121 → 77	20	121 → 103.1	15
乙丁氟灵	16.65	292 → 264	5	292 → 206	10
二溴磷	16.81	184.9 → 109	15	108.9 → 79	5
氯苯胺灵	17.26	153 → 125.1	10	153 → 90	25
五氯硝基苯	17.69	236.9 → 118.9	25	236.9 → 142.9	30
氧化乐果	18.20	155.9 → 110	5	109.9 → 79	15
阿特拉通	18.44	211 → 169.1	5	169 → 154.1	5
二嗪农	18.50	137.1 → 84	10	137.1 → 54	20
异恶草松	18.65	204.1 → 107.1	20	125 → 89	15
百治磷	18.72	127 → 109	15	127 → 95	15
啞霉胺	19.00	198 → 183	15	198 → 118	35
γ-BHC	19.19	216.9 → 181	5	181 → 145	15
克百威	19.38	164.2 → 149.1	10	149.1 → 121.1	5
乙噻硫磷	19.39	181 → 153.1	5	168 → 153.1	5
阿特拉津	19.52	214.9 → 58.1	10	214.9 → 200.2	5
西玛津	19.62	201.1 → 173.1	5	201.1 → 186.2	5
特丁津	19.78	228.9 → 173.1	5	172.9 → 172	5
绿谷隆	20.00	214 → 61	10	155 → 127	10
氯唑磷	20.27	161 → 119.1	5	161 → 146	5
五氯苯胺	20.38	262.8 → 192	20	264.9 → 194	20
拿草特	20.44	173 → 145	15	175 → 147	15
甲基毒死蜱	20.82	285.9 → 92.9	20	287.9 → 92.9	20
艾氏剂	21.17	262.9 → 192.9	35	254.9 → 220	20
乐乃松 (皮蝇磷)	21.32	285 → 269.9	15	286.9 → 272	15
敌草净	21.39	213 → 58.1	10	213 → 171.2	5
甲基立枯磷	21.44	265 → 250	15	265 → 93	25
扑草净	21.88	226 → 184.2	10	199 → 184.1	5
β-BHC	22.10	216.9 → 181	5	181 → 145	15
毒死蜱	22.36	198.9 → 171	15	196.9 → 169	15
莠灭净	22.37	227 → 170.1	10	227 → 58.1	10
去草净	22.37	241.1 → 170.2	15	185 → 170.1	5
马拉氧磷	22.68	126.9 → 99	5	126.9 → 55	5
毒壤磷	22.71	296.8 → 268.9	10	298.8 → 270.9	10
异丙净	22.79	255.1 → 222.1	10	255.1 → 180.1	20
Δ-BHC	22.99	217 → 181.1	5	181 → 145	15
甲基对硫磷	23.10	232.9 → 109	10	262.9 → 79	30
乙基噻啉磷	23.10	318.1 → 166.1	10	318.1 → 182	10
磷胺	23.13	127 → 95	15	127 → 109	10
马拉硫磷	23.30	172.9 → 99	15	157.8 → 125	5
杀螟硫磷	23.50	277 → 260	5	277.1 → 109	15
烯虫酯	23.60	153 → 111.1	5	111.1 → 55	15
甜菜呋	23.76	206.9 → 161.1	5	161 → 105.1	10
啞菌环胺	23.78	225.2 → 224.3	10	224.2 → 208.2	20
环氧七氯 B (内标)	23.86	352.8 → 262.9	15	354.8 → 264.9	15
氧异柳磷	24.10	229 → 200.9	10	229 → 121	25

所选农药的保留时间和离子对参数 (续)

农药	RT (min)	MRM 离子对 1	CE1 (eV)	MRM 离子对 2	CE2 (eV)
二甲戊乐灵	24.15	251.8 → 162.2	10	251.8 → 161.1	15
嘧草丹	24.33	118 → 117.1	10	119 → 91	10
o,p'-DDE	24.43	246 → 176.2	30	248 → 176.2	30
乙基溴硫磷	24.66	358.7 → 302.8	15	302.8 → 284.7	15
敌稗 (DCPA)	24.70	161 → 99	30	161 → 90	25
毒虫畏	24.88	266.9 → 159.1	15	322.8 → 266.8	10
反式氯丹 (γ)	24.97	372.8 → 265.8	15	271.7 → 236.9	15
氟醚唑	25.39	336 → 217.9	20	170.9 → 136	10
丁草胺	25.53	236.9 → 160.2	5	176.1 → 147.1	10
丙硫磷	25.78	266.9 → 239	5	266.9 → 221	20
杀虫畏	26.10	328.9 → 109	22	330.9 → 109	22
狄氏剂	26.17	277 → 241	5	262.9 → 193	35
氟丁酰草胺	26.27	221 → 193.1	5	176.1 → 91.1	10
杀扑磷	26.40	144.9 → 85	5	144.9 → 58.1	15
抑草磷	26.89	285.9 → 202	15	200 → 92	10
己唑醇	26.96	231 → 175	10	256 → 82.1	10
杀螨酯	27.22	175 → 111	10	111 → 75	15
多效唑	27.35	236 → 125.1	10	125.1 → 89	20
吡氟禾草灵	27.44	281.9 → 238	20	281.9 → 91	20
稻瘟灵	27.52	162.1 → 85	20	162.1 → 134	5
克氯苯	27.97	251.1 → 139.1	15	139.1 → 111	10
除草醚	28.17	202 → 139.1	20	282.9 → 253	10
乙拌磷砒	28.33	213 → 153	5	213 → 96.9	15
环唑醇	29.01	139 → 111	15	139 → 75	30
p,p'-DDT	29.02	235 → 165.2	20	237 → 165.2	20
乙硫磷	28.45	230.9 → 129	20	230.9 → 175	10
消草醚	28.68	190 → 126.1	10	190 → 75	20
烯唑醇	28.87	267.9 → 232.1	10	269.9 → 232.1	10
腈菌唑	28.98	179 → 125.1	10	179 → 90	30
苯霜灵	29.05	148 → 77	35	148 → 105.1	20
o,p'-甲氧滴滴涕	29.11	227.1 → 121.1	10	227.1 → 91.1	35
禾草灵	29.51	339.9 → 252.9	10	253 → 162.1	15
丙环唑	29.53	172.9 → 74	45	258.8 → 69	10
倍硫磷亚砒	29.71	279 → 109	15	278 → 109	15
倍硫磷砒	30.07	309.9 → 105	10	135.9 → 92	10
咯菌腈	30.28	248 → 154.1	20	248 → 182.1	10
恶霜灵	30.35	163 → 132.1	5	163 → 117.1	25
苯醚菊酯	30.41	183 → 168	10	183 → 155.1	5
乙螨唑	30.45	141 → 63.1	30	141 → 113	15
氮磷磷	30.57	218 → 109	15	217 → 92.9	10
甲氧菊酯	30.69	264.9 → 210	10	207.9 → 181	5
溴苯磷	30.96	171 → 77.1	15	154.9 → 77.1	15
哒嗪硫磷	31.03	340 → 199	5	204 → 203.1	5
亚胺硫磷	31.33	160 → 77.1	20	160 → 133.1	10
治草醚	31.49	340.9 → 309.9	10	189.1 → 126	20

所选农药的保留时间和离子对参数 (续)

农药	RT (min)	MRM 离子对 1	CE1 (eV)	MRM 离子对 2	CE2 (eV)
氟丙菊酯	31.88	207.8 → 181.1	10	181 → 127	30
λ-氯氟氰菊酯	31.88	208 → 181	5	181.1 → 152	25
伏杀磷	31.89	182 → 111	15	182 → 102.1	15
苯噻草胺	32.05	192 → 136.1	15	192 → 109.1	30
吡唑硫磷	32.49	194 → 138	15	138.9 → 97	5
益棉磷	32.56	132 → 77.1	15	160 → 77.1	20
氟啶唑	32.98	340 → 298	15	108 → 57	15
蝇毒磷	33.75	361.9 → 109	15	210 → 182	10
氟氯氰菊酯	33.88	162.9 → 127	5	198.9 → 170.1	25
氟氰戊菊酯	34.31	156.9 → 107.1	15	198.9 → 157	10
腈苯唑	34.78	197.9 → 129	5	128.9 → 102.1	15
τ-氟胺氰菊酯	35.83	250 → 55	40	250 → 200	40
苯醚甲环唑	36.42	322.8 → 264.8	15	264.9 → 202	20

参考文献

1. China, National food safety standard. *Maximum residue limits for pesticides in food*, vol. GB 2763-2014 (2014)
2. M. Anastassiades, S. J. Lehotay, D. Stajnbaher, F. J. Schenck. "Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and dispersive solid-phase extraction for the determination of pesticide residues in produce" *Journal of AOAC International* **86**(2), 412-431 (2003)
3. S. Walorczyk. "Development of a multi-residue screening method for the determination of pesticides in cereals and dry animal feed using gas chromatography-triple quadrupole tandem mass spectrometry" *Journal of Chromatography A* **1165**(1), 200-212 (2007)
4. S. Walorczyk, D. Drożdżyński. "Improvement and extension to new analytes of a multi-residue method for the determination of pesticides in cereals and dry animal feed using gas chromatography-tandem quadrupole mass spectrometry revisited" *Journal of Chromatography A* **1251**, 219-231 (2012)

5. K. Mastovska, K. J. Dorweiler, S. J., Lehotay, J. S. Wegscheid, K. A. Szpylka. "Pesticide Multiresidue Analysis in Cereal Grains Using Modified QuEChERS Method Combined with Automated Direct Sample Introduction GC-TOFMS and UPLC-MS/MS Techniques" *Journal of Agricultural and Food Chemistry* **58**(10), 5959-5972 (2009)
6. Z. He, L. Wang, Y. Peng, M. Luo, W. Wang, X. Liu. "Multiresidue analysis of over 200 pesticides in cereals using a QuEChERS and gas chromatography-tandem mass spectrometry-based method" *Journal of Food Chemistry* **169**(2015), 372-380 (2015)
7. E. C. Dg-Sanco. "Method validation and quality control procedures for pesticides residues analysis in food and feed" In, vol. SANCO/12571/2013 (2014)

更多信息

这些数据仅代表典型的结果。有关我们的产品和服务的详细信息，请访问我们的网站：www.agilent.com。

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2015

2015 年 3 月 2 日，中国出版

5991-5553CHCN



Agilent Technologies