

关键词

QuEChERS; GC-MS; 农残

介绍

白菜基质使用乙腈提取，经RayCure QuEChERS的提取盐包和净化管分别进行盐析和净化后，净化液由睿科 EVA 80高通量全自动平行浓缩仪氮吹浓缩，加入内标和乙酸乙酯定容，最后于GC-MS/MS检测。本文依据《GB 23200.113-2018 食品安全国家标准 植物源性食品中208种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法》，采用分散式固相萃取与气相色谱-质谱联用技术，建立了白菜中多种农残快速、准确的前处理和检测分析方法。

1. 仪器、试剂以及耗材

1.1 仪器

Raykol Auto EVA 80 高通量全自动平行浓缩仪

Agilent 8890B-7000D 气相色谱-质谱联用仪

涡旋仪

离心机

1.2 耗材

RayCure QuEChERS 萃取管（货号：RC-50060）；

RayCure QuEChERS 净化管（货号：RC-15072）；

Agilent CP9151 VF-1701MS (30m x 250 μ m x 0.25 μ m)；

有机相微孔滤膜：0.22 μ m；

1.3 试剂

乙腈（HPLC 级）、乙酸乙酯（HPLC 级）；

109 种 A 组农药混合标准储备溶液：50 μ g/mL；

113 种 B 组农药混合标准储备溶液：50 μ g/mL；

环氧七氯 B 使用液：2 μ g/mL

2. 样品制备

2.1 提取

称取 10 g 试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加入 1 颗陶瓷均质子后，准确加入 10 mL 乙腈和提取盐包（RC-50060，内含 4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠及 0.5 g 柠檬酸氢二钠），盖上离心管盖，用 V12 振荡器以 550rpm 的速度剧烈震荡 1min，以 4200r/min 离心 5min，取上清液备用

2.2 净化

准确吸取 6 mL 上清液于净化管中（RC-15072，内含 900 mg 硫酸镁及 150 mg PSA），涡旋混匀 1 min 后，4200 r/min 离心 5 min。准确吸取 2 mL 上清液于 EVA 80 浓缩试管中，35 °C 水浴氮气吹至近干（EVA 80 浓缩的详细方法见图-1），再加入内标溶液和乙酸乙酯复溶，涡旋混匀后过 0.22 μ m 有机相微孔滤膜，于气相色谱-质谱联用仪检测。

乙腈		保存	
试管最大体积(ml)	15.0	试管架类型	红外其他试管架
溶剂	乙腈	浓缩体积(ml)	2.0
气压(psi)	2.0	浓缩温度(°C)	35.0
针追随速度(mm/min)	1.0	氮吹针起始修正参数(mm)	80
浓缩时间(min)	35.0	工作模式	倒计时浓缩
设备名	EVA60	>>	

图-1 EVA 80 氮吹浓缩条件

3. 检测条件

3.1 气相色谱质谱联用条件

GC 程序升温程序：初始温度 40 °C，保持 1 min；以 40 °C/min 速度升温至 120 °C；以 5 °C/min 升温至 240 °C，以 12 °C/min 升温至 300 °C，保持 6 min。

进样口温度 280 °C，不分流进样，隔垫吹扫流量为 3 mL/min，进样量 1.0 μL；载气为高纯氮气，恒流模式，流速为 1.0 mL/min；离子源温度 280 °C，接口（传输线）温度 280 °C

3.2 MRM 参数

序号	检测项目	定量离子对	碰撞电压/V	定性离子对	碰撞电压/V
1	乙酰甲胺磷	136.0 - 94.0	10	136.0 - 42.0	5
2	乙草胺	222.9 - 132.2	20	222.9 - 147.2	5
3	苯草醚	212.1 - 182.2	10	264.1 - 194.2	15
4	甲草胺	188.1 - 160.2	10	160.0 - 132.1	10
5	烯丙菊酯	123.0 - 81.0	10	107.0 - 91.0	10
6	α-六六六	218.9 - 183.0	5	216.9 - 181.0	5
7	α-硫丹	194.9 - 159	5	194.9 - 125.0	20
8	莎稗磷	225.9 - 184.0	5	225.9 - 157.0	10
9	脱乙基莠去津	172.0 - 94.0	15	187.0 - 172.0	5
7	β-硫丹	206.9 - 172	15	194.9 - 124.9	25
10	联苯菊酯	181.2 - 165.2	25	181.2 - 166.2	10

11	啶酰菌胺	140.0 - 112.0	10	140.0 - 76.0	25
12	除草定	205.0 - 188.0	15	207.0 - 190.0	15
13	溴苯烯磷	266.9 - 159.1	15	268.9 - 161.1	15
14	溴硫磷	330.8 - 315.8	15	328.8 - 313.8	15
15	溴螨酯	185.0 - 157.0	15	183.0 - 155.0	15
16	乙嘧酚磺酸酯	272.9 - 193.1	5	272.9 - 108.0	15
17	三硫磷	153.0 - 96.9	10	199.0 - 143.0	10
18	虫螨磷-1	324.8 - 268.9	10	296.8 - 268.9	5
	虫螨磷-2	324.8 - 268.9	10	296.8 - 268.9	5
19	环草敌	154.1 - 83.1	5	154.1 - 72.1	5
20	环氟菌胺	118.1 - 90.0	10	118.1 - 89.0	25
21	氯氰菊酯-1	163.0 - 91.0	10	163.0 - 127.0	5
	氯氰菊酯-2	163.0 - 91.0	10	163.0 - 127.0	5
	氯氰菊酯-3	163.0 - 91.0	10	163.0 - 127.0	5
	氯氰菊酯-4	163.0 - 91.0	10	163.0 - 127.0	5
22	脱叶磷	202.0 - 147.0	5	169.0 - 57.1	5
23	溴氰菊酯	252.9 - 93.0	15	250.7 - 172.0	5
24	除线磷	278.9 - 222.9	15	222.9 - 204.9	15
25	敌草腈	171.0 - 100.0	25	171.0 - 136.1	15
26	敌敌畏	109.0 - 79.0	5	184.9 - 93.0	10
27	氯硝胺	206.1 - 176.0	10	160.1 - 124.1	10
28	三氯杀螨醇	139.0 - 111.0	15	250.9 - 138.9	15
29	乐果	86.9 - 46.0	15	142.9 - 111.0	10
30	敌噁磷	271.0 - 96.9	30	152.9 - 96.9	10
31	灭菌磷	130.0 - 102.1	10	148.0 - 130.1	10
32	敌瘟磷	172.9 - 109.0	5	201.0 - 109.0	10
33	异狄氏剂	262.8 - 193.0	35	244.8 - 173.0	30
34	苯硫磷	169.0 - 141.1	5	169.0 - 77.1	25

35	氟环唑-1	192.0 - 138.1	10	192.0 - 111.0	25
	氟环唑-2	192.0 - 138.1	10	192.0 - 111.0	25
36	乙丁烯氟灵	275.9 - 202.1	15	315.9 - 275.9	10
37	灭线磷	157.9 - 97.0	15	157.9 - 114.0	5
38	咪唑菌酮	238.0 - 237.2	10	268.0 - 180.2	20
39	氯苯嘧啶醇	219.0 - 107.1	10	251.0 - 139.1	10
40	苯硫威	160.1 - 72.1	10	72.0 - 56.0	10
41	丰索磷	291.8 - 156.0	15	291.8 - 108.8	15
42	倍硫磷	278.0 - 109.0	15	278.0 - 169.0	15
43	氰戊菊酯-1	167.0 - 125.1	5	224.9 - 119.0	15
	氰戊菊酯-2	167.0 - 125.1	5	224.9 - 119.0	15
44	氟酰胺	173.0 - 145.1	15	280.9 - 173.0	10
45	地虫硫磷	136.9 - 109.0	5	245.9 - 137.0	5
46	安硫磷	170.0 - 93.0	5	197.9 - 92.9	10
47	噻唑膦-1	195.0 - 103.0	5	195.0 - 60.0	20
	噻唑膦-2	195.0 - 103.0	5	195.0 - 60.0	20
48	六氯苯	283.8 - 213.9	30	283.8 - 248.8	15
49	环嗪酮	171.0 - 71.1	10	171.0 - 85.1	10
50	抑霉唑	214.9 - 173.0	5	216.8 - 175.0	5
51	异稻瘟净	203.9 - 91.0	5	121.9 - 121.0	15
52	异柳磷	212.9 - 121.1	10	212.9 - 185.1	5
53	甲基异柳磷	199.0 - 121.0	10	241.1 - 199.1	10
54	异丙威	121.0 - 77.1	20	136.0 - 121.1	10
55	噁唑啉	177.1 - 130.0	10	177.1 - 116.1	15
56	醚菌酯	116.0 - 89.0	15	116.0 - 63.0	30
57	嘧菌胺	223.2 - 222.2	10	222.2 - 207.2	15
58	地胺磷	196.0 - 139.9	15	168.0 - 139.9	5
59	甲霜灵	234.0 - 146.1	20	220.0 - 192.1	5

60	虫螨畏	207.9 - 180.1	5	207.9 - 93.0	10
61	甲胺磷	141.0 - 95.0	5	141.0 - 79.0	15
62	异丙甲草胺	238.0 - 162.2	10	162.2 - 133.2	15
63	噻草酮	198.0 - 82.0	15	198.0 - 55.0	30
64	速灭磷	127.0 - 109.0	10	127.0 - 95.0	15
65	禾草敌	126.2 - 55.1	10	126.2 - 83.1	5
66	久效磷	127.1 - 109.0	10	127.1 - 95.0	15
67	2,4'-滴滴滴	235.0 - 165.2	20	237.0 - 165.2	20
67	2,4'-滴滴涕	235.0 - 165.2	20	237.0 - 165.2	20
68	噁草酮	174.9 - 112.0	15	174.9 - 76.0	35
69	乙氧氟草醚	252.0 - 196.0	20	252.0 - 146.0	30
67	4,4'-滴滴滴	234.9 - 165.1	20	236.9 - 165.2	20
67	4,4'-滴滴伊	246.1 - 176.2	30	315.8 - 246.0	15
70	对氧磷	148.9 - 119.0	5	108.9 - 91.0	5
71	甲基对氧磷	229.9 - 106.1	15	229.9 - 136.1	5
72	对硫磷	290.9 - 109.0	10	138.9 - 109.0	5
73	戊菌唑	248.0 - 157.1	25	248.0 - 192.1	15
74	氯菊酯-1	183.1 - 168.1	10	183.1 - 153.0	15
	氯菊酯-2	183.1 - 168.1	10	183.1 - 153.0	15
75	甲拌磷砒	153.0 - 97.0	10	124.9 - 96.9	5
75	甲拌磷亚砒	96.9 - 64.9	20	199.0 - 142.9	10
76	增效醚	176.1 - 103.1	25	176.1 - 131.1	15
77	哌草磷	320.0 - 122.0	10	140.0 - 98.1	10
78	抗蚜威	238.0 - 166.2	10	166.0 - 55.1	20
79	甲基嘧啶磷	290.0 - 125.0	20	232.9 - 151.0	5
80	丙草胺	162.1 - 132.2	20	262.0 - 202.0	5
81	环丙氟灵	317.9 - 199.0	15	317.9 - 54.8	10
82	扑灭津	214.2 - 172.2	10	229.1 - 58.1	10

83	胺丙畏	138.0 - 110.0	10	138.0 - 64.0	15
84	残杀威	110.0 - 63.0	25	110.0 - 64.0	15
85	吡菌磷	221.0 - 193.1	10	232.0 - 204.1	10
86	吡螨灵	147.2 - 117.1	20	147.2 - 132.2	10
87	吡丙醚	136.1 - 96.0	15	136.1 - 78.1	20
88	啶硫磷	146.0 - 118.0	10	146.0 - 91.0	30
89	啶氧灵	237.0 - 208.1	30	271.9 - 237.1	10
90	治螟磷	201.8 - 145.9	10	237.8 - 145.9	10
91	戊唑醇	250.0 - 125.0	20	250.0 - 153.0	10
92	吡螨胺	275.9 - 171.1	10	332.9 - 171.0	15
93	丁基嘧啶磷	233.9 - 110.1	15	260.8 - 137.2	15
94	特丁硫磷	230.9 - 175.0	10	230.9 - 129.0	20
94	特丁硫磷砒	152.9 - 96.9	10	198.9 - 96.9	20
95	三氯杀螨砒	226.9 - 199.0	15	158.9 - 131.0	10
96	胺菊酯-1	164.0 - 107.1	10	164.0 - 77.1	25
	胺菊酯-2	164.0 - 107.1	10	164.0 - 77.1	25
97	禾草丹	100.0 - 72.0	5	124.9 - 89.0	15
98	三唑酮	208.0 - 181.1	5	208.0 - 111.0	20
99	三唑醇	168.0 - 70.0	10	128.0 - 65.0	25
100	野麦畏	268.0 - 184.1	20	142.9 - 83.0	15
101	三唑磷	161.2 - 134.2	5	161.2 - 106.1	10
102	肟菌酯	116.0 - 89.0	15	131.0 - 89.0	30
103	乙炔菌核利	187.0 - 124.0	20	197.9 - 145.0	15
104	氟丙菊酯	288.9 - 92.8	10	207.8 - 181.1	10
105	艾氏剂	262.9 - 192.9	35	254.9 - 220.0	20
106	莠灭净	227.0 - 58.1	10	227.0 - 170.1	10
107	阿特拉通	211.0 - 169.1	5	169.0 - 154.1	5
108	莠去津	214.9 - 58.1	10	214.9 - 200.2	5

109	益棉磷	132.0 - 77.1	15	160.0 - 77.1	20
110	氟丁酰草胺	176.1 - 91.1	10	221.0 - 193.1	5
111	苯霜灵	148.0 - 77.0	35	148.0 - 105.1	20
112	乙丁氟灵	292.0 - 264.0	5	292.0 - 206.0	10
6	β-六六六	181.0 - 145.0	15	216.9 - 181.0	5
113	甲羧除草醚	340.9 - 309.9	10	189.1 - 126.0	20
114	联苯	154.1 - 153.1	15	153.1 - 152.1	15
115	乙基溴硫磷	358.7 - 302.8	15	302.8 - 284.7	15
116	丁草胺	188.1 - 160.2	10	236.9 - 160.2	5
117	抑草磷	285.9 - 202.0	15	200.0 - 92.0	10
118	克百威	164.2 - 149.1	10	164.2 - 131.1	15
119	氯丹-反式	372.8 - 265.8	15	271.7 - 236.9	15
120	杀螨酯	175.0 - 111.0	10	111.0 - 75.0	15
121	毒虫畏	266.9 - 159.1	15	322.8 - 266.8	10
122	乙酯杀螨醇	139.1 - 111.0	10	251.1 - 139.1	15
123	氯苯甲醚	191.0 - 113.0	15	191.0 - 141.0	10
124	氯苯胺灵	153.0 - 90.0	25	153.0 - 125.1	10
125	毒死蜱	196.9 - 169.0	15	198.9 - 171.0	15
126	甲基毒死蜱	285.9 - 92.9	20	287.9 - 92.9	20
127	异噁草酮	125.0 - 89.0	15	204.1 - 107.1	20
128	蝇毒磷	210.0 - 182.0	10	361.9 - 109.0	15
129	氟氯氰菊酯-1	226.0 - 206.0	15	198.9 - 170.1	25
	氟氯氰菊酯-2	226.0 - 206.0	15	198.9 - 170.1	25
	氟氯氰菊酯-3	226.0 - 206.0	15	198.9 - 170.1	25
	氟氯氰菊酯-4	226.0 - 206.0	15	198.9 - 170.1	25
130	环丙唑醇-1	139.0 - 111.0	15	222.0 - 125.1	15
	环丙唑醇-2	139.0 - 111.0	15	222.0 - 125.1	15
131	噁菌环胺	225.2 - 224.3	10	224.2 - 208.2	20

6	δ-六六六	217.0 - 181.1	5	181.1 - 145.1	15
132	敌草净	213.0 - 58.1	10	213.0 - 171.2	5
133	二嗪磷	137.1 - 84.0	10	137.1 - 54.0	20
134	禾草灵	253.0 - 162.1	15	339.9 - 252.9	10
135	百治磷	127.0 - 109.0	15	127.0 - 95.0	15
136	狄氏剂	262.9 - 193.0	35	277.0 - 241.0	5
137	苯醚甲环唑-1	322.8 - 264.8	15	264.9 - 202.0	20
	苯醚甲环唑-2	322.8 - 264.8	15	264.9 - 202.0	20
138	烯唑醇	267.9 - 232.1	10	269.9 - 232.0	10
139	二苯胺	169.0 - 168.2	15	168.0 - 167.2	15
140	异丙净	255.1 - 222.1	10	255.1 - 180.1	20
141	硫草敌	100.0 - 72.0	5	161.0 - 100.0	5
142	乙硫磷	230.9 - 129.0	20	230.9 - 175.0	10
143	乙氧呋草黄	206.9 - 161.1	5	161.0 - 105.1	10
144	乙螨唑	141.0 - 113.0	15	141.0 - 63.1	30
145	土菌灵	211.1 - 183.0	10	183.0 - 140.0	15
146	乙嘧硫磷	181.0 - 153.1	5	168.0 - 153.1	5
147	伐灭磷	218.0 - 109.0	15	218.0 - 79.0	30
148	腈苯唑	128.9 - 102.1	15	197.9 - 129.0	5
149	杀螟硫磷	277.0 - 260.0	5	277.0 - 109.0	20
150	仲丁威	121.0 - 77.0	20	121.0 - 103.1	15
151	甲氧菊酯	207.9 - 181.0	5	264.9 - 210.0	10
42	倍硫磷砒	309.9 - 105.0	10	135.9 - 92.0	10
42	倍硫磷亚砒	278.0 - 109.0	15	278.0 - 169.0	15
152	氟虫腈	366.8 - 212.8	25	368.8 - 214.8	25
153	吡氟禾草灵	281.9 - 91.0	20	281.9 - 238.0	20
154	氟氰戊菊酯-1	156.9 - 107.1	15	198.9 - 157.0	10
	氟氰戊菊酯-2	156.9 - 107.1	15	198.9 - 157.0	10

155	咯菌腈	248.0 - 154.1	20	248.0 - 182.1	10
156	三氟硝草醚	190.0 - 126.1	10	190.0 - 75.0	20
157	氟唑啞	340.0 - 298.0	15	108.0 - 57.0	15
158	氟胺氰菊酯-1	250.0 - 55.0	20	250.0 - 200.0	20
	氟胺氰菊酯-2	250.0 - 55.0	20	250.0 - 200.0	20
6	γ -六六六	181.0 - 145.0	15	216.9 - 181.0	5
159	己唑醇	231.0 - 175.0	10	256.0 - 82.1	10
160	异菌脲	187.0 - 124.0	25	243.9 - 187.0	5
161	氯唑磷	161.0 - 119.1	5	161.0 - 146.0	5
162	水胺硫磷	135.9 - 108.0	15	135.9 - 69.0	30
163	氧异柳磷	229.0 - 200.9	10	229.0 - 121.0	25
164	稻瘟灵	162.1 - 85.0	20	162.1 - 134.0	5
165	高效氯氟氰菊酯-1	197.0 - 141.0	10	197.0 - 161.0	5
	高效氯氟氰菊酯-2	197.0 - 141.0	10	197.0 - 161.0	5
166	溴苯腈	171.0 - 77.1	15	154.9 - 77.1	15
167	马拉氧磷	126.9 - 99.0	5	126.9 - 55.0	5
168	马拉硫磷	126.9 - 99.0	5	172.9 - 99.0	15
169	苯噻酰草胺	192.0 - 136.1	15	192.0 - 109.1	30
170	杀扑磷	144.9 - 85.0	5	144.9 - 58.1	15
171	烯虫酯	153.0 - 111.1	5	111.1 - 55.0	15
172	甲氧滴滴涕	227.1 - 121.1	10	227.1 - 91.1	35
173	绿谷隆	214.0 - 61.0	10	126.0 - 99.0	15
174	腈菌唑	179.0 - 125.1	10	179.0 - 90.0	30
175	二溴磷	108.9 - 79.0	5	144.9 - 109.0	15
176	敌草胺	128.0 - 72.1	5	128.0 - 100.1	10
177	除草醚	202.0 - 139.1	20	282.9 - 253.0	10
67	2,4'-滴滴伊	246.0 - 176.2	30	248.0 - 176.2	30
178	氧乐果	155.9 - 110.0	5	109.9 - 79.0	15

179	噁霜灵	163.0 - 132.1	5	163.0 - 117.1	25
67	4,4'-滴滴涕	235.0 - 165.2	20	237.0 - 165.2	20
180	多效唑	236.0 - 125.1	10	236.0 - 167.0	10
181	甲基对硫磷	262.9 - 109.0	10	232.9 - 109.0	10
182	二甲戊灵	251.8 - 162.2	10	251.8 - 161.1	15
183	五氯苯胺	262.8 - 192.0	20	264.9 - 194.0	20
184	五氯硝基苯	295.0 - 237.0	20	236.9 - 142.9	30
75	甲拌磷	260.0 - 75.0	5	230.9 - 128.9	25
185	伏杀硫磷	182.0 - 111.0	15	182.0 - 102.1	15
186	硫环磷	196.0 - 140.0	10	168.0 - 140.0	5
187	亚胺硫磷	160.0 - 77.1	20	160.0 - 133.1	10
188	磷胺-1	127.0 - 109.0	10	127.0 - 95.0	15
	磷胺-2	127.0 - 109.0	10	127.0 - 95.0	15
189	嘧啶磷	318.1 - 166.1	10	318.1 - 182.0	10
190	腐霉利	96.0 - 67.1	10	96.0 - 53.1	15
191	丙溴磷	207.9 - 63.0	30	338.8 - 268.7	15
192	扑草净	226.0 - 184.2	10	199.0 - 184.1	5
193	炔苯酰草胺	173.0 - 145.0	15	175.0 - 147.0	15
194	敌稗	161.0 - 99.0	30	161.0 - 90.0	25
195	丙环唑-1	172.9 - 145.0	15	172.9 - 74.0	45
	丙环唑-2	172.9 - 145.0	15	172.9 - 74.0	45
196	丙硫磷	266.9 - 239.0	5	308.9 - 238.9	15
197	哒嗪硫磷	340.0 - 199.0	5	204.0 - 203.1	5
198	嘧霉胺	198.0 - 183.1	15	198.0 - 118.0	35
199	皮蝇磷	285.0 - 269.9	15	286.9 - 272.0	15
200	西玛津	201.1 - 173.1	5	201.1 - 186.2	5
201	四氯硝基苯	260.9 - 203.0	10	214.9 - 179.0	10
202	特丁津	228.9 - 173.1	5	172.9 - 172.0	5

203	特丁净	185.0 - 170.1	5	241.1 - 170.2	15
204	杀虫畏	328.9 - 109.0	15	330.9 - 109.0	15
205	四氟醚唑	336.0 - 217.9	20	336.0 - 203.8	30
206	虫线磷	143.0 - 79.0	10	175.0 - 79.0	10
207	甲基立枯磷	265.0 - 250.0	15	265.0 - 93.0	25
208	毒壤磷	296.8 - 268.9	10	298.8 - 270.9	10

表-1 208 种农药及其代谢物和内标化合物的定量离子对、定性离子对、碰撞电压

3.3 气质联用谱图

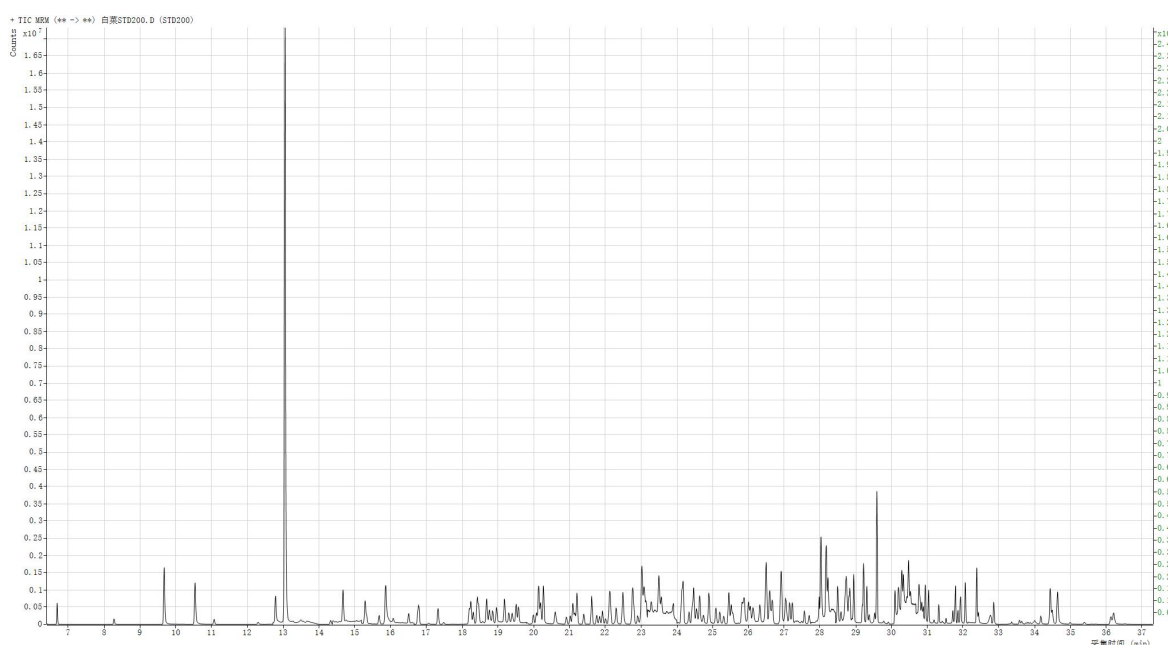


图-2 白菜中 208 种农药及其代谢化合物的基底加标谱图 (200 μg/L)

4. 结果与讨论

4.1 基质标准工作曲线

按照上述前处理步骤制备空白基质溶液,氮气吹干后,配制 0.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、40.0 μg/L、80.0 μg/L、100.0 μg/L、200.0 μg/L 的系列基质混合标准工作溶液,定容液为乙酸乙酯,加入内标溶液后涡旋混匀,过 0.22 μm 微孔滤膜,供气相色谱-质谱联用仪测定。

选择农药定量离子峰面积和内标物定量离子峰面积的比值作为纵坐标,农药质量浓度和内标物质量浓度的比值为横坐标,做相关曲线,曲线为线性回归,拟合出工作曲线,要求线

性相关系数大于 0.995。

4.2 基质加标回收实验

选取白菜空白基质样品，添加 20 $\mu\text{g/L}$ 、40 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 质量浓度水平的 208 种农药及其代谢物，使用上述前处理步骤进行加标回收验证，样品平均回收率见下表-2。

序号	检测项目	20 $\mu\text{g/L}$		40 $\mu\text{g/L}$		100 $\mu\text{g/L}$	
		平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
1	乙酰甲胺磷	98.02	6.03	90.92	2.10	88.96	1.30
2	乙草胺	93.30	5.60	95.88	1.11	94.08	3.99
3	苯草醚	86.24	13.82	87.07	1.52	74.47	5.71
4	甲草胺	98.67	6.81	95.81	1.66	95.21	4.13
5	烯丙菊酯	70.21	17.20	84.22	16.50	80.12	15.80
6	α -六六六	98.06	2.51	94.60	0.22	91.49	4.13
7	α -硫丹	79.63	3.91	93.91	9.03	86.04	4.78
8	莎稗磷	84.10	6.72	85.95	3.14	90.32	8.29
9	脱乙基莠去津	100.41	4.36	90.45	1.35	91.17	1.76
7	β -硫丹	90.44	5.74	100.85	6.16	95.98	0.90
10	联苯菊酯	97.26	2.43	98.74	0.28	96.75	2.63
11	啶酰菌胺	95.47	2.66	96.16	2.88	93.87	2.39
12	除草定	84.12	16.89	85.89	9.06	87.82	4.70
13	溴苯烯磷	75.65	1.00	83.68	7.33	86.93	9.38
14	溴硫磷	97.04	9.52	93.90	4.40	92.68	8.28
15	溴螨酯	73.25	2.76	77.79	1.99	78.93	10.66
16	乙嘧啶磺酸酯	92.28	7.07	94.21	1.97	95.14	1.80
17	三硫磷	99.25	0.25	95.38	0.66	97.09	5.67
18	虫螨磷-1	100.87	6.98	97.51	2.34	95.89	0.30
	虫螨磷-2	100.71	7.69	97.90	2.01	94.25	1.42
19	环草敌	94.19	5.81	95.98	1.06	92.15	2.20

20	环氟菌胺	102.19	8.69	109.97	1.34	97.38	5.44
21	氯氰菊酯	95.70	2.36	103.55	2.93	99.01	4.38
22	脱叶磷	97.19	5.90	91.67	0.42	90.44	1.82
23	溴氰菊酯	92.35	11.73	92.63	3.77	93.71	3.04
24	除线磷	100.41	2.46	96.46	0.31	95.36	1.53
25	敌草腈	92.22	0.64	90.50	1.40	89.15	2.79
26	敌敌畏	94.10	4.21	107.87	1.43	101.54	11.84
27	氯硝胺	103.15	3.29	88.65	1.51	81.57	1.15
28	三氯杀螨醇	101.68	3.20	98.31	1.33	96.92	0.04
29	乐果	98.88	1.64	95.64	2.50	89.32	5.80
30	敌噁磷	105.58	2.19	103.61	3.25	101.99	14.08
31	灭菌磷	75.69	15.50	74.15	3.35	77.58	0.39
32	敌瘟磷	72.15	3.16	108.01	6.64	97.83	8.64
33	异狄氏剂	101.30	7.51	101.32	3.67	95.39	0.13
34	苯硫磷	95.39	15.37	90.85	12.24	82.65	3.68
35	氟环唑	101.86	3.08	95.57	5.50	95.20	2.50
36	乙丁烯氟灵	94.20	9.76	94.20	0.04	89.66	6.14
37	灭线磷	93.97	3.56	93.12	4.23	93.72	3.50
38	咪唑菌酮	97.74	1.53	97.59	0.75	94.20	2.78
39	氯苯嘧啶醇	92.15	4.91	94.01	2.64	93.64	4.07
40	苯硫威	94.86	3.99	96.84	3.02	97.59	1.85
41	丰索磷	91.10	4.23	94.10	5.33	91.10	1.27
42	倍硫磷	91.02	2.31	96.64	2.66	90.73	3.94
43	氰戊菊酯-1	79.66	2.58	85.98	7.41	85.76	3.12
	氰戊菊酯-2	94.73	15.05	104.24	1.35	96.84	4.74
44	氟酰胺	97.47	13.89	103.02	0.92	98.40	2.35
45	地虫硫磷	103.78	1.65	97.08	1.59	92.53	0.96
46	安硫磷	99.00	5.69	92.54	0.61	90.84	6.14

47	噻唑膦	79.13	3.97	91.39	2.50	91.26	14.63
48	六氯苯	93.04	1.40	92.12	0.17	89.49	2.60
49	环嗪酮	91.10	0.30	91.84	3.41	91.44	3.30
50	抑霉唑	86.81	2.13	80.32	16.28	90.62	1.69
51	异稻瘟净	88.14	4.47	93.44	0.96	93.23	6.68
52	异柳磷	99.87	0.55	98.84	3.62	93.74	2.78
53	甲基异柳磷	100.39	1.72	96.28	2.89	92.56	4.03
54	异丙威	93.82	8.03	102.02	3.76	95.21	17.27
55	噁唑啉	108.62	4.77	93.55	7.60	107.90	14.27
56	醚菌酯	95.82	4.70	95.50	1.36	94.82	3.79
57	嘧菌胺	98.10	1.12	93.02	2.40	93.31	2.76
58	地胺磷	74.17	4.72	84.96	3.63	108.20	8.80
59	甲霜灵	94.48	2.18	96.36	8.27	92.44	0.53
60	虫螨畏	95.90	0.22	92.59	0.38	91.03	3.22
61	甲胺磷	85.11	3.45	78.89	0.52	72.91	3.06
62	异丙甲草胺	101.99	4.00	96.78	1.39	93.20	1.06
63	噻草酮	97.84	2.93	90.25	3.57	84.75	1.59
64	速灭磷	70.45	1.56	89.61	4.98	87.88	1.48
65	禾草敌	89.87	2.13	92.16	1.95	89.37	1.59
66	久效磷	84.07	14.01	86.40	1.31	72.74	4.89
67	2,4'-滴滴滴	93.45	3.17	95.66	2.50	94.24	1.86
67	2,4'-滴滴涕	106.20	5.38	96.62	9.43	106.22	7.68
68	噁草酮	94.72	0.30	96.67	1.58	95.32	0.57
69	乙氧氟草醚	80.90	2.60	85.20	6.34	80.72	8.74
67	4,4'-滴滴滴	98.55	2.52	97.16	1.81	94.37	2.39
67	4,4'-滴滴伊	98.38	0.81	98.40	1.42	95.11	0.85
70	对氧磷	75.26	16.70	72.10	16.70	73.20	18.20
71	甲基对氧磷	76.53	14.10	78.04	14.10	71.99	14.60

72	对硫磷	111.25	14.70	84.95	3.66	89.09	4.82
73	戊菌唑	94.72	8.66	97.39	0.27	94.64	2.32
74	氯菊酯	99.49	8.07	96.70	4.40	95.86	1.50
75	甲拌磷砒	98.95	0.38	95.96	1.60	89.46	2.64
75	甲拌磷亚砒	101.91	1.04	97.59	2.56	93.72	0.80
76	增效醚	96.72	4.57	96.50	1.13	96.73	0.35
77	哌草磷	93.85	4.64	91.80	1.33	91.84	5.02
78	抗蚜威	92.32	1.41	92.07	3.36	91.43	3.02
79	甲基嘧啶磷	100.91	4.88	97.08	5.84	92.03	2.95
80	丙草胺	98.59	7.14	93.98	3.85	93.80	3.30
81	环丙氟灵	107.75	1.34	94.29	2.42	91.60	1.88
82	扑灭津	97.20	1.10	96.05	2.45	92.89	4.45
83	胺丙畏	103.92	1.04	94.92	3.00	92.18	2.88
84	残杀威	82.32	0.87	103.50	10.89	95.32	18.96
85	吡菌磷	94.91	4.84	92.81	0.60	93.13	4.61
86	哒螨灵	98.52	1.77	95.58	4.00	91.97	2.05
87	吡丙醚	98.61	3.22	96.00	3.00	95.34	2.94
88	啶硫磷	101.43	0.69	95.09	0.37	92.81	3.43
89	啶氧灵	94.19	3.05	97.14	0.85	94.01	1.03
90	治螟磷	96.99	5.09	96.95	1.90	93.39	2.22
91	戊唑醇	88.33	8.17	94.18	5.49	92.45	1.79
92	吡螨胺	97.88	0.20	98.65	1.60	95.18	3.03
93	丁基嘧啶磷	96.61	1.26	96.69	2.06	92.89	2.60
94	特丁硫磷	97.78	3.20	95.24	3.67	94.14	4.00
94	特丁硫磷砒	104.58	0.11	93.96	2.34	89.70	2.42
95	三氯杀螨砒	100.12	0.68	97.24	2.80	94.17	1.00
96	胺菊酯 1	101.35	4.54	92.84	4.20	96.54	6.44
	胺菊酯 2	91.29	6.87	94.42	5.25	92.10	4.94

97	禾草丹	97.45	3.11	96.06	0.61	93.15	3.45
98	三唑酮	100.64	4.07	98.75	0.64	96.18	2.40
99	三唑醇	100.70	1.35	99.92	5.55	91.47	2.66
100	野麦畏	95.12	1.48	96.96	3.60	94.93	2.44
101	三唑磷	103.37	3.37	93.20	2.32	92.44	4.36
102	肟菌酯	100.59	1.84	94.58	0.29	94.47	4.66
103	乙烯菌核利	101.20	2.26	99.82	2.31	94.90	2.58
104	氟丙菊酯	92.77	9.31	92.67	11.50	91.34	7.77
105	艾氏剂	94.13	0.96	96.55	0.96	94.83	2.70
106	莠灭净	100.15	1.30	100.05	2.58	93.16	1.37
107	阿特拉通	91.54	5.06	90.55	4.05	91.87	4.50
108	莠去津	93.57	2.16	93.02	0.34	92.35	3.83
109	益棉磷	95.08	1.60	93.06	3.47	90.89	8.93
110	氟丁酰草胺	104.45	3.54	96.57	0.92	94.83	2.82
111	苯霜灵	94.88	11.98	96.48	3.37	95.24	0.36
112	乙丁氟灵	107.06	1.12	94.24	1.51	89.05	1.84
6	β-六六六	93.19	4.90	94.71	2.93	93.31	3.72
113	甲羧除草醚	74.07	10.53	107.58	1.36	102.85	3.39
114	联苯	100.26	0.37	91.56	1.47	86.34	2.02
115	乙基溴硫磷	98.67	1.87	98.24	3.27	93.45	1.51
116	丁草胺	105.31	5.76	103.68	4.99	92.89	3.45
117	抑草磷	76.55	7.30	70.94	6.10	90.82	2.66
118	克百威	96.21	17.80	103.30	4.12	82.38	1.51
119	氯丹-反式	101.58	1.46	98.98	0.28	95.38	0.32
120	杀螨酯	98.62	0.66	99.93	2.62	96.07	1.73
121	毒虫畏	86.56	12.75	91.08	5.13	90.61	11.50
122	乙酯杀螨醇	76.34	18.95	78.40	7.95	81.31	11.43
123	氯苯甲醚	94.65	0.53	94.60	0.31	92.24	2.23

124	氯苯胺灵	76.40	6.22	80.19	5.12	79.68	7.57
125	毒死蜱	95.90	7.15	96.90	3.91	95.96	2.01
126	甲基毒死蜱	99.53	0.53	94.33	0.77	91.78	4.73
127	异噁草酮	99.79	2.73	94.71	0.66	93.71	1.62
128	蝇毒磷	79.32	9.32	82.90	3.41	98.95	7.22
129	氟氯氰菊酯	100.93	1.75	101.49	3.82	94.60	6.15
130	环丙唑醇	95.26	0.15	95.21	5.50	93.23	0.97
131	噻菌环胺	96.72	1.89	96.19	1.23	94.57	1.94
6	δ-六六六	97.54	1.31	96.73	4.64	92.11	4.13
132	敌草净	94.80	1.82	93.09	2.33	93.77	3.46
133	二嗪磷	100.57	4.25	97.44	1.44	92.79	2.93
134	禾草灵	95.77	7.40	96.96	1.01	96.03	1.15
135	百治磷	73.38	4.29	90.57	14.18	94.42	18.21
136	狄氏剂	81.55	11.05	94.98	7.95	96.43	2.20
137	苯醚甲环唑	88.10	2.99	95.73	3.54	94.77	1.72
138	烯唑醇	85.40	6.30	93.50	3.12	96.54	4.49
139	二苯胺	94.56	4.38	96.26	4.72	95.23	2.30
140	异丙净	99.08	0.40	97.42	1.02	94.99	1.18
141	硫草敌	92.06	1.80	83.33	3.03	76.66	0.51
142	乙硫磷	103.07	2.01	94.77	1.76	92.65	2.67
143	乙氧呋草黄	94.95	4.24	94.47	2.23	94.86	0.44
144	乙螨唑	99.29	4.94	97.72	5.34	94.90	1.63
145	土菌灵	95.38	2.18	90.30	1.92	85.84	6.52
146	乙噻硫磷	98.74	4.37	95.82	1.83	93.72	3.65
147	伐灭磷	89.99	2.48	93.01	5.29	98.72	4.74
148	腈苯唑	96.39	2.78	97.81	1.84	94.38	1.78
149	杀螟硫磷	94.84	8.46	85.72	2.62	85.62	1.62
150	仲丁威	98.64	3.77	99.90	2.07	95.21	6.18

151	甲氰菊酯	72.86	8.30	85.45	5.66	83.66	3.45
42	倍硫磷砒	99.44	5.45	92.95	3.27	102.06	8.75
42	倍硫磷亚砒	91.45	4.28	75.25	1.37	81.36	10.15
152	氟虫腈	98.22	7.71	99.68	8.25	88.96	0.81
153	吡氟禾草灵	98.77	2.13	97.97	2.93	97.08	1.08
154	氟氰戊菊酯-1	101.85	0.12	102.28	2.31	104.36	3.08
	氟氰戊菊酯-2	85.49	1.60	96.35	2.56	96.34	0.65
155	咯菌腈	94.99	1.08	92.54	2.19	90.95	3.19
156	三氟硝草醚	77.41	1.04	74.89	3.42	80.75	7.94
157	氟唑啞	95.60	3.56	97.24	2.14	94.71	2.81
158	氟胺氰菊酯	93.57	3.73	102.81	7.07	93.03	5.20
6	γ -六六六	102.15	2.69	96.41	3.43	93.32	1.83
159	己唑醇	96.43	2.77	96.36	7.67	93.39	3.35
160	异菌脲	76.14	10.35	91.09	1.41	87.93	0.84
161	氯唑磷	96.97	1.87	101.10	0.04	94.98	2.95
162	水胺硫磷	85.33	15.24	99.50	0.91	85.19	5.00
163	氧异柳磷	74.93	11.17	88.52	0.55	86.27	9.91
164	稻瘟灵	95.25	3.52	97.82	2.79	96.94	0.24
165	高效氯氟氰菊酯-1	92.83	0.32	89.74	7.58	106.24	5.92
	高效氯氟氰菊酯-2	101.74	4.56	103.76	4.86	102.14	1.68
166	溴苯腈	97.97	4.99	91.44	4.50	92.33	2.80
167	马拉氧磷	94.85	7.67	102.25	7.47	91.85	5.94
168	马拉硫磷	95.39	0.26	95.06	7.79	88.39	5.20
169	苯噻酰草胺	82.99	1.25	93.18	3.15	93.91	7.48
170	杀扑磷	102.47	0.85	91.98	1.29	91.09	8.04
171	烯虫酯	75.97	9.73	79.05	7.95	77.63	9.14
172	甲氧滴滴涕	90.52	2.48	101.74	3.76	89.94	7.03
173	绿谷隆	87.15	15.16	91.69	3.05	89.39	7.99

174	腈菌唑	98.82	0.55	97.08	2.08	95.16	2.58
175	二溴磷	97.06	2.97	107.25	4.54	101.90	10.69
176	敌草胺	98.86	0.81	98.29	1.50	96.28	1.16
177	除草醚	81.64	9.83	87.41	10.58	74.93	7.71
67	2,4'-滴滴伊	95.37	2.11	97.53	0.77	94.37	1.04
178	氧乐果	79.85	3.91	91.38	11.80	85.26	1.49
179	噁霜灵	92.51	8.48	93.09	0.86	90.11	5.54
67	4,4'-滴滴涕	98.92	1.86	90.88	7.37	95.24	7.53
180	多效唑	93.50	7.23	92.50	1.03	94.69	4.89
181	甲基对硫磷	81.21	2.65	96.34	3.21	89.93	4.05
182	二甲戊灵	98.90	4.79	94.83	3.98	87.76	4.81
183	五氯苯胺	90.89	6.73	94.37	4.49	93.00	2.24
184	五氯硝基苯	98.20	3.14	96.91	4.98	87.63	3.98
75	甲拌磷	99.75	0.87	96.51	1.48	93.24	2.06
185	伏杀硫磷	93.92	6.44	91.03	2.35	93.99	7.40
186	硫环磷	81.52	2.49	86.04	0.34	98.11	17.89
187	亚胺硫磷	88.53	0.02	88.41	0.13	94.28	9.17
188	磷胺	84.36	5.93	76.37	0.55	97.23	18.77
189	嘧啶磷	93.31	4.69	96.36	1.98	92.15	0.67
190	腐霉利	100.72	3.65	97.45	3.14	93.76	1.13
191	丙溴磷	91.53	9.25	102.20	2.88	100.30	9.52
192	扑草净	102.27	0.48	93.54	1.28	95.40	2.24
193	炔苯酰草胺	101.48	1.68	96.55	2.52	93.13	2.60
194	敌稗	95.13	6.63	94.63	0.72	93.21	2.07
195	丙环唑	94.75	0.65	95.03	0.44	94.55	2.82
196	丙硫磷	101.76	2.26	96.16	3.50	93.95	3.08
197	哒嗪硫磷	103.92	4.97	98.61	1.52	91.22	8.16
198	嘧霉胺	100.35	3.99	96.21	1.42	93.45	1.59

199	皮蝇磷	97.88	2.12	95.87	2.63	93.77	4.20
200	西玛津	94.01	12.14	98.71	0.73	92.10	4.27
201	四氯硝基苯	100.94	1.55	93.36	3.08	86.59	1.50
202	特丁津	100.42	0.52	96.39	4.38	94.46	2.00
203	特丁净	96.31	1.56	95.43	1.46	94.30	1.33
204	杀虫畏	93.86	15.16	99.66	11.33	95.13	12.59
205	四氟醚唑	99.93	5.55	97.87	2.59	95.47	0.03
206	虫线磷	97.17	1.97	94.73	2.21	93.50	2.85
207	甲基立枯磷	99.71	0.37	98.28	1.81	94.91	1.93
208	毒壤磷	97.89	0.96	97.38	2.52	93.81	0.69

表-2 白菜 A、B 组农残加标回收率及相对标准偏差结果 (n=4)

6. 总结

6.1 结果与讨论

加标回收的讨论：选取色素含量低的白菜样品作为简单蔬菜样品基质，添加低浓度 20 $\mu\text{g/L}$ 、中浓度 40 $\mu\text{g/L}$ 、高浓度 100 $\mu\text{g/L}$ 水平进行加标回收试验，平均回收率在 70.21%~111.25%，相对标准偏差为 0.02%~18.96%，结果满足相关要求。

加入提取盐包时，可分多次加入到样品中，然后立即振摇，防止结块；

预先对提取溶剂或离心管进行低温冷却，对热不稳定农药的回收率会较为友好。

水浴氮吹浓缩时不可完全吹干，否则会对目标物回收率造成损失。

6.2 总结

本方法参考《GB23200.113-2018 食品安全国家标准 植物源性食品中 208 种农药及其代谢物残留量的测定气相色谱-质谱联用法》，采用分散式固相萃取与气相色谱-质谱联用技术，建立了白菜中多种农残快速、准确的前处理和检测分析方法。

提取和净化过程采用的是 RayCure QuEChERS 萃取管和净化管，高品质的离心管和填料，提取和净化效果能得到良好保证；预先称好和混匀的产品可直接使用，节省了时间和人力。

配合使用睿科 Auto EVA 80 高通量全自动平行浓缩仪，提高实验室样品前处理的效率，氮吹针的液面追随系统，使得浓缩过程省时、省气、省力。并参考《GB 23200.113-2018 食品安全国家标准 植物源性食品中 208 种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用

法》的标准建立了处理大米中多种农残的方法，回收率与 RSD 符合实验室误差要求。



全自动平行浓缩仪
浓缩



睿科集团股份有限公司
RayKol Group Corp., Ltd.

智能化、自动化实验室整体解决方案

网址: www.raykol.com

电话: 400-885-1816

邮箱: info@raykol.com



本文中的信息、说明和技术指标如有变更, 恕不另行通知

© 睿科集团股份有限公司

2021年9月版