

thermo scientific



赛默飞世尔科技三重四极杆串接气质
植物性食品中 208 种农残整体解决方案以及方法包

ThermoFisher
SCIENTIFIC

方法包简介

方法包是赛默飞世尔科技色谱质谱部应用部门针对客户需求提出的简易仪器使用流程，方法包内所涉及的化合物均为常见的能在 GC-MS/MS 上检测的化合物，如农药残留、多环芳烃、多氯联苯、多溴联苯和多溴联苯醚、邻苯二甲酸酯等。方法包的作用就是能使客户更快更简便的使用仪器，尽快上手。方法包包括仪器方法 (Instrument method)、数据处理方法 (Master Method)、相关应用文章，相关标准、色谱柱信息、前处理流程、数据文件等，客户可以直接调用仪器方法完成数据采集和数据处理方法进行化合物的定性定量分析。

对于常用分析化合物，我们可以提供方法包。

包括：邻苯二甲酸酯、PCB、PAH、PBDE，农残筛查，烟草中农残，供港蔬菜项目，二恶英。

目的：客户上手方便，直接使用。



目录

1. 方法包简介	2
2. 仪器简介	3
3. 化合物简介	4
4. 相关政策及法规	9
5. 样品前处理方法	9
6. 仪器和设备	10
7. 方法包使用简介	11
8. 应用文章	13

仪器简介



TSQ 9000 三重四极杆串接气质联用仪

秉承着菲尼根质谱技术的一贯领先优势，Thermo Fisher Scientific 在推出 Thermo Scientific™ TSQ 9000 之后再次创新，推出了更新的一款气相串接质谱仪 Thermo Scientific™ TSQ 9000，该款高效的 GC-MS/MS 提供了永不停歇的生产率，其出色的灵敏度，超快的扫描速度，简便的 MS/MS 功能，满足最苛刻的定量定性分析要求，为食品安全、环境分析、法医和制药等行业提供应用解决方案。

TSQ 9000 主要特点：

- AutoSRM 功能自动优化二级离子对信息；
- 定时保留时间 SRM 功能 (T-SRM) 功能使高通量检测成为可能，并且优化方法设置参数，无需分配时间段；
- Thermo Scientific™ TraceFinder™ 软件，提供数据采集、定性 / 定量数据处理、报告模板编辑和报告出具等全面功能；
- Evo-cell 技术，高达 800MRM/s 的扫描速度，即使在极限高速扫描条件下仍不会过多损失灵敏度
- Nevervent 技术进一步创新，在 VPI 技术基础上，增加了 V-Lock 配置，在质谱不泄真空的情况下，不但更换整个离子源，还可以更换色谱柱，进一步节省常规系统维护时间，提高效率；
- Smart Tune，简化调谐流程，减少人际交互界面，仪器调谐更加智能；
- 离子源上具有双加热区，有效去除基质对离子源的污染，节省维护时间；
- 弯曲的预四极杆，有效去除中性噪音，减少背景并降低检测限。

化合物简介

农药是指用于预防、消灭或者控制危害农业、林业的病、虫草和其他有害生物以及有目的地调节植物、昆虫生长的化学合成或者来源于生物、其他天然物质的一种物质或者几种物质的混合物及其制剂。而在农业生产中，为保障和促进农作物的成长，科学安全使用农药可帮助防治病虫、调节植物生长、除草等。但目前农药滥用和不规范使用农药的情况依然存在，这些会导致食品中的农药残留，影响人类健康。建立快速、准确的检测方法标准，显得尤为必要。

为此农业部在 2017 年发布了《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》（征求意见稿），检测以下 208 种农药及代谢物。

表 1. 208 种农药及其代谢物中文英文名称

序号	中文名称	名称	分子式	CAS 号
1	乙酰甲胺磷	Acephate	C ₄ H ₁₀ NO ₃ PS	30560-19-1
2	乙草胺	Acetochlor	C ₁₄ H ₂₀ ClNO ₂	34256-82-1
3	苯草醚	Aclonifen	C ₁₂ H ₉ ClN ₂ O ₃	74070-46-5
4	甲草胺	Alachlor	C ₁₄ H ₂₀ ClNO ₂	15972-60-8
5	烯丙菊酯	Allethrin	C ₁₉ H ₂₆ O ₃	584-79-2
6	α - 六六六	alpha-BHC	C ₆ H ₆ Cl ₆	319-84-6
	β - 六六六	beta-BHC	C ₆ H ₆ Cl ₆	319-85-7
	δ - 六六六	delta-BHC	C ₆ H ₆ Cl ₆	319-86-8
	γ - 六六六	gamma-BHC	C ₆ H ₆ Cl ₆	58-89-9
7	α - 硫丹	alpha-Endosulfan	C ₉ H ₆ Cl ₆	959-98-8
	β - 硫丹	beta-Endosulfan	C ₉ H ₆ Cl ₆ O ₃ S	33213-65-9
8	莎稗磷	Anilofos	C ₁₃ H ₁₉ ClNO ₃ PS ₂	64249-01-0
9	脱乙基莠去津	Atrazine-desethyl	C ₆ H ₁₀ ClN ₅	6190-65-4
10	联苯菊酯	Bifenthrin	C ₂₃ H ₂₂ ClF ₃ O ₂	82657-04-3
11	啶酰菌胺	Boscalid	C ₁₈ H ₁₂ Cl ₂ N ₂ O	188425-85-6
12	除草定	Bromacil	C ₉ H ₁₃ BrN ₂ O ₂	314-40-9
13	溴苯烯磷	Bromfenvinfos	C ₁₂ H ₁₄ BrCl ₂ O ₄ P	33399-00-7
14	溴硫磷	Bromophos	C ₈ H ₈ BrCl ₂ O ₃ PS	2104-96-3
15	溴螨酯	Bromopropylate	C ₁₇ H ₁₆ Br ₂ O ₃	18181-80-1
16	乙嘧酚磺酸酯	Bupirimate	C ₁₃ H ₂₄ N ₄ O ₃ S	41483-43-6
17	三硫磷	Carbophenothion	C ₁₁ H ₁₆ ClO ₂ PS ₃	786-19-6
18	虫螨磷	Chlorthiophos	C ₁₁ H ₁₅ Cl ₂ O ₃ PS ₂	60238-56-4
19	环草敌	Cycloate	C ₁₁ H ₂₁ NOS	1134-23-2
20	环氟菌胺	Cyflufenamid	C ₂₀ H ₁₇ F ₅ N ₂ O ₂	180409-60-3
21	氰氟菊酯	Cypermethrin	C ₂₂ H ₁₉ Cl ₂ NO ₃	52315-07-8
22	脱叶磷	DEF	C ₁₂ H ₂₇ OPS ₃	78-48-8
23	溴氰菊酯	Deltamethrin	C ₂₂ H ₁₉ Br ₂ NO ₃	52918-63-5
24	除线磷	Dichlofenthion	C ₁₀ H ₁₃ Cl ₂ O ₃ PS	97-17-6
25	敌草腈	Dichlorobenzonitrile	C ₇ H ₅ Cl ₂ N	1194-65-6
26	敌敌畏	Dichlorvos	C ₄ H ₇ Cl ₂ O ₄ P	62-73-7

27	氯硝胺	Dicloran	$C_6H_4Cl_2N_2O_2$	99-30-9
28	三氯杀螨醇	Dicofol	$C_{14}H_9Cl_5O$	115-32-2
29	乐果	Dimethoate	$C_5H_{12}NO_3PS_2$	60-51-5
30	敌噁磷	Dioxathion	$C_{12}H_{26}O_6P_2S_4$	78-34-2
31	灭菌磷	Ditalimfos	$C_{12}H_{14}NO_4PS$	5131-24-8
32	敌瘟磷	Edifenphos	$C_{14}H_{15}O_2PS_2$	17109-49-8
33	异狄氏剂	Endrin	$C_{12}H_6Cl_6O$	72-20-8
34	苯硫磷	EPN	$C_{14}H_{14}NO_3PS$	2104-64-5
35	氟环唑	Epoxiconazole	$C_{17}H_{13}C_1FN_3O$	133855-98-8
36	乙丁烯氟灵	Ethalfuralin	$C_{13}H_{14}F_3N_3O_4$	55283-68-6
37	灭线磷	Ethoprophos	$C_8H_{19}O_2PS_2$	13194-48-4
38	咪唑菌酮	Fenamidone	$C_{17}H_{17}N_3OS$	161326-34-7
39	氯苯嘧啶醇	Fenarimol	$C_{17}H_{12}Cl_2N_2O$	60168-88-9
40	苯硫威	Fenothiocarb	$C_{13}H_{19}NO_2S$	62850-32-2
41	丰索磷	Fensulfothion	$C_{11}H_{17}O_4PS_2$	115-90-2
42	倍硫磷	Fenthion	$C_{10}H_{15}O_3PS_2$	55-38-9
42	倍硫磷砒	Fenthion sulfone	$C_{10}H_{15}O_3PS_2$	3761-42-0
42	倍硫磷亚砒	Fenthion sulfoxide	$C_{10}H_{15}O_4PS_2$	3761-41-9
43	氟戊菊酯	Fenvalerate	$C_{25}H_{22}ClNO_3$	51630-58-1
44	氟酰胺	Flutolanil	$C_{17}H_{16}F_3NO_2$	66332-96-5
45	地虫硫磷	Fonofos	$C_{10}H_{15}OPS_2$	944-22-9
46	安硫磷	Formothion	$C_6H_{12}NO_4PS_2$	2540-82-1
47	噻唑磷	Fosthiazate	$C_9H_{18}NO_3PS_2$	98886-44-3
48	六氯苯	Hexachlorobenzene	C_6Cl_6	118-74-1
49	环嗪酮	Hexazinone	$C_{12}H_{20}N_4O_2$	51235-04-2
50	抑霉唑	Imazalil	$C_{14}H_{14}Cl_2N_2O$	35554-44-0
51	异稻瘟净	Iprobenfos	$C_{13}H_{21}O_3PS$	26087-47-8
52	异柳磷	Isofenphos	$C_{15}H_{24}NO_4PS$	25311-71-1
53	甲基异柳磷	Isofenphos-methyl	$C_{14}H_{22}NO_4PS$	99675-03-3
54	异丙威	Isoproc carb	$C_{11}H_{15}NO_2$	2631-40-5
55	噁唑啉	Isoxathion	$C_{13}H_{16}NO_4PS$	18854-01-8
56	醚菌酯	Kresoxim-methyl	$C_{18}H_{19}NO_4$	143390-89-0
57	噻菌胺	Mepanipyrim	$C_{14}H_{13}N_3$	110235-47-7
58	地胺磷	Mephosfolan	$C_6H_{16}NO_3PS_2$	950-10-7
59	甲霜灵	Metalaxyl	$C_{15}H_{21}NO_4$	57837-19-1
60	虫螨畏	Methacrifos	$C_7H_{13}O_3PS$	62610-77-9
61	甲胺磷	Methamidophos	$C_2H_8NO_2PS$	10265-92-6
62	异丙甲草胺	Metolachlor	$C_{15}H_{22}ClNO_2$	51218-45-2
63	噻草酮	Metribuzin	$C_8H_{14}N_4OS$	21087-64-9
64	速灭磷	Mevinphos	$C_7H_{13}O_6P$	7786-34-7
65	禾草敌	Molinate	$C_9H_{17}NOS$	2212-67-1
66	久效磷	Monocrotophos	$C_7H_{14}NO_5P$	6923-22-4
67	2,4'-滴滴滴	o,p'-DDD	$C_{14}H_{10}Cl_4$	53-19-0
	2,4'-滴滴伊	o,p'-DDE	$C_{14}H_8Cl_4$	3424-82-6
	2,4'-滴滴涕	o,p'-DDT	$C_{14}H_9Cl_5$	789-02-6
	4,4'-滴滴滴	p,p'-DDD	$C_{14}H_{10}Cl_4$	72-54-8
	4,4'-滴滴伊	p,p'-DDE	$C_{14}H_8Cl_4$	72-55-9
	4,4'-滴滴涕	p,p'-DDT	$C_{14}H_9Cl_5$	50-29-3

68	噁草酮	Oxadiazon	$C_{15}H_{18}Cl_2N_2O_3$	19666-30-9
69	乙氧氟草醚	Oxyfluorfen	$C_{15}H_{11}ClF_3NO_4$	42874-03-3
70	对氧磷	Paraoxon	$C_{10}H_{14}NO_6P$	311-45-5
71	甲基对氧磷	Paraoxon-methyl	$C_9H_{10}NO_6P$	950-35-6
72	对硫磷	Parathion	$C_{10}H_{14}NO_3PS$	56-38-2
73	戊菌唑	Penconazole	$C_{13}H_{15}Cl_2N_3$	66246-88-6
74	氯菊酯	Permethrin	$C_{21}H_{20}Cl_2O_3$	51877-74-8
75	甲拌磷	Phorate	$C_7H_{17}O_2PS_3$	298-02-2
75	甲拌磷砒	Phorate sulfone	$C_7H_{17}O_4PS_3$	2588/4/7
75	甲拌磷亚砒	Phorate Sulfoxide	$C_7H_{17}O_3PS_3$	2588/3/6
76	增效醚	Piperonyl butoxide	$C_{19}H_{30}O_5$	1951/3/6
77	哌草磷	Piperophos	$C_{14}H_{22}NO_3PS_2$	24151-93-7
78	抗蚜威	Pirimicarb	$C_{11}H_{18}N_4O_2$	23103-98-2
79	甲基嘧啶磷	Pirimiphos-methyl	$C_{11}H_{20}N_3O_3PS$	29232-93-7
80	丙草胺	Pretilachlor	$C_{17}H_{26}ClNO_2$	51218-49-6
81	环丙氟灵	Profluralin	$C_{14}H_{16}F_3N_3O_4$	26399-36-0
82	扑灭津	Propazine	$C_9H_{16}ClN_5$	139-40-2
83	胺丙畏	Propetamphos	$C_{10}H_{20}NO_4PS$	31218-83-4
84	残杀威	Propoxur	$C_{11}H_{15}NO_3$	114-26-1
85	吡菌磷	Pyrazophos	$C_{14}H_{20}N_3O_5PS$	13457-18-6
86	哒螨灵	Pyridaben	$C_{19}H_{25}ClN_2OS$	96489-71-3
87	吡丙醚	Pyriproxyfen	$C_{20}H_{19}NO_3$	95737-68-1
88	喹硫磷	Quinalphos	$C_{12}H_{15}N_2O_3PS$	13593-03-8
89	喹氧灵	Quinoxifen	$C_{15}H_8Cl_2FNO$	124495-18-7
90	治螟磷	Sulfotep	$C_8H_{20}O_5F_2S_2$	3689-24-5
91	戊唑醇	Tebuconazole	$C_{16}H_{22}ClN_3O$	107534-96-3
92	吡螨胺	Tebufenpyrad	$C_{18}H_{24}ClN_3O$	119168-77-3
93	丁基嘧啶磷	Tebupirimfos	$C_{13}H_{23}N_2O_3PS$	96182-53-5
94	特丁硫磷	Terbufos	$C_9H_{21}O_2PS_3$	13071-79-9
94	特丁硫磷砒	Terbufos sulfone	$C_9H_{21}O_4PS_3$	56070-16-7
95	三氯杀螨砒	Tetradifon	$C_{12}H_6Cl_4O_2S$	116-29-0
96	胺菊酯	Tetramethrin	$C_{19}H_{25}NO_4$	7696-12-0
97	禾草丹	Thiobencarb	$C_{12}H_{16}ClNOS$	28249-77-6
98	三唑酮	Triadimefon	$C_{14}H_{16}ClN_3O_2$	43121-43-3
99	三唑醇	Triadimenol	$C_{14}H_{18}ClN_3O_2$	55219-65-3
100	野麦畏	Triallate	$C_{10}H_{16}Cl_3NOS$	2303-17-5
101	三唑磷	Triazophos	$C_{12}H_{16}N_3O_5PS$	24017-47-8
102	肟菌酯	Trifloxystrobin	$C_{20}H_{19}F_3N_2O_4$	141517-21-7
103	乙烯菌核利	Vinclozolin	$C_{12}H_9Cl_2NO_3$	50471-44-8
104	氟丙菊酯	Acrinathrin	$C_{26}H_{21}F_6NO_5$	101007-06-1
105	艾氏剂	Aldrin	$C_{12}H_6Cl_6$	309-00-2
106	莠灭净	Ametryn	$C_9H_{17}N_5S$	834-12-8
107	阿特拉通	Atraton	$C_9H_{17}N_5O$	1610-17-9
108	莠去津	Atrazine	$C_8H_{14}ClN_5$	1912-24-9
109	益棉磷	Azinphos-ethyl	$C_{12}H_{16}N_3O_3PS_2$	2642-71-9
110	氟丁酰草胺	Beflubutamid	$C_{18}H_{17}F_4NO_2$	113614-08-7
111	苯霜灵	Benalaxyl	$C_{20}H_{23}NO_3$	71626-11-4
112	乙丁氟灵	Benfluralin	$C_{13}H_{16}F_3N_3O_4$	1861-40-1

113	甲羧除草醚	Bifenox	C ₁₄ H ₉ Cl ₂ NO ₅	42576-02-3
114	联苯	Biphenyl	C ₁₂ H ₁₀	92-52-4
115	乙基溴硫磷	Bromophos-ethyl	C ₁₀ H ₁₂ BrCl ₂ O ₃ PS	4824-78-6
116	丁草胺	Butachlor	C ₁₇ H ₂₆ ClNO ₂	23184-66-9
117	抑草磷	Butamifos	C ₁₃ H ₂₁ N ₂ O ₄ PS	36335-67-8
118	克百威	Carbofuran	C ₁₂ H ₁₅ NO ₃	1563-66-2
119	氯丹 - 反式	Chlordane-trans	C ₁₀ H ₆ Cl ₈	5103-74-2
120	杀螨酯	Chlorfenson	C ₁₂ H ₈ Cl ₂ O ₃ S	80-33-1
121	毒虫畏	Chlorfenvinphos	C ₁₂ H ₁₄ Cl ₃ O ₄ P	470-90-6
122	乙酯杀螨醇	Chlorobenzilate	C ₁₆ H ₁₄ Cl ₂ O ₃	510-15-6
123	氯苯甲醚	Chloroneb	C ₈ H ₆ Cl ₂ O ₂	2675-77-6
124	氯苯胺灵	Chlorpropham	C ₁₀ H ₁₂ ClNO ₂	101-21-3
125	毒死蜱	Chlorpyrifos	C ₉ H ₁₁ Cl ₃ NO ₃ PS	2921-88-2
126	甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-methyl	C ₇ H ₇ Cl ₃ NO ₃ PS	5598-13-0
127	异噁草酮	Clomazone	C ₁₂ H ₁₄ ClNO ₂	81777-89-1
128	蝇毒磷	Coumaphos	C ₁₄ H ₁₆ ClO ₅ PS	56-72-4
129	氟氯氰菊酯	Cyfluthrin	C ₂₂ H ₁₈ Cl ₂ FNO ₃	68359-37-5
130	环丙唑醇	Cyproconazole	C ₁₅ H ₁₈ ClN ₃ O	94361-06-5
131	噁菌环胺	Cyprodinil	C ₁₄ H ₁₅ N ₃	121552-61-2
132	敌草净	Desmetryn	C ₈ H ₁₃ N ₅ S	1014-69-3
133	二嗪磷	Diazinon	C ₁₂ H ₂₁ N ₂ O ₃ PS	333-41-5
134	禾草灵	Diclofop-methyl	C ₁₆ H ₁₄ Cl ₂ O ₄	51338-27-3
135	百治磷	Dicrofos	C ₈ H ₁₆ NO ₅ P	141-66-2
136	狄氏剂	Dieldrin	C ₁₂ H ₈ Cl ₆ O	60-57-1
137	苯醚甲环唑	Difenoconazole	C ₁₉ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O ₃	119446-68-3
138	烯唑醇	Diniconazole	C ₁₅ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O	83657-24-3
139	二苯胺	Diphenylamine	C ₁₂ H ₁₁ N	122-39-4
140	异丙净	Dipropetryn	C ₁₁ H ₂₁ N ₅ S	4147-51-7
141	硫草敌	Etholate	C ₇ H ₁₅ NOS	2941-55-1
142	乙硫磷	Ethion	C ₉ H ₂₂ O ₄ P ₂ S ₄	563-12-2
143	乙氧呋草黄	Ethofumesate	C ₁₃ H ₁₈ O ₅ S	26225-79-6
144	乙螨唑	Etoazole	C ₂₁ H ₂₃ F ₂ NO ₂	153233-91-1
145	土菌灵	Etridiazole	C ₅ H ₅ Cl ₃ N ₂ OS	2593-15-9
146	乙嘧硫磷	Etrimfos	C ₁₀ H ₁₇ N ₂ O ₄ PS	38260-54-7
147	伐灭磷	Famphur	C ₁₀ H ₁₆ NO ₅ PS ₂	52-85-7
148	腈苯唑	Fenbuconazole	C ₁₉ H ₁₇ ClN ₄	114369-43-6
149	杀螟硫磷	Fenitrothion	C ₉ H ₁₂ NO ₅ PS	122-14-5
150	仲丁威	Fenobucarb	C ₁₂ H ₁₇ NO ₂	3766-81-2
151	甲氰菊酯	Fenpropathrin	C ₂₂ H ₂₃ NO ₃	39515-41-8
152	氟虫腈	Fipronil	C ₁₂ H ₄ Cl ₂ F ₆ N ₄ OS	120068-37-3
153	吡氟禾草灵	Fluazifop-butyl	C ₁₉ H ₂₀ F ₃ NO ₄	69806-50-4
154	氟氯戊菊酯	Flucythrinate	C ₂₆ H ₂₃ F ₂ NO ₄	70124-77-5
155	咯菌腈	Fludioxonil	C ₁₂ H ₆ F ₂ N ₂ O ₂	131341-86-1
156	三氟硝草醚	Fluorodifen	C ₁₃ H ₇ F ₃ N ₂ O ₅	15457-05-3
157	氟唑啞	Fluquinconazole	C ₁₆ H ₈ Cl ₂ FN ₅ O	136426-54-5
158	氟胺氰菊酯	Fluvalinate	C ₂₆ H ₂₂ ClF ₃ N ₂ O ₃	102851-06-9
159	己唑醇	Hexaconazole	C ₁₄ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O	79983-71-4
160	异菌脲	Iprodione	C ₁₃ H ₁₃ Cl ₂ N ₃ O ₃	36734-19-7

161	氯唑磷	Isazofos	C ₉ H ₁₇ ClN ₃ O ₃ PS	42509-80-8
162	水胺硫磷	Isocarbophos	C ₁₁ H ₁₆ NO ₄ PS	24353-61-5
163	氧异柳磷	Isofenphos oxon	C ₁₅ H ₂₄ NO ₅ P	31120-85-1
164	稻瘟灵	Isoprothiolane	C ₁₂ H ₁₈ O ₄ S ₂	50512-35-1
165	高效氯氟氰菊酯	lambda-Cyhalothrin	C ₂₃ H ₁₉ ClF ₃ NO ₃	91465-08-6
166	溴苯磷	Leptophos	C ₁₃ H ₁₀ BrCl ₂ O ₂ PS	21609-90-5
167	马拉氧磷	Malaoxon	C ₁₀ H ₁₉ O ₇ PS	1634-78-2
168	马拉硫磷	Malathion	C ₁₀ H ₁₉ O ₆ PS ₂	121-75-5
169	苯噻酰草胺	Mefenacet	C ₁₆ H ₁₄ N ₂ O ₂ S	73250-68-7
170	杀扑磷	Methidathion	C ₈ H ₁₁ N ₂ O ₄ PS ₃	950-37-8
171	烯虫酯	Methoprene	C ₁₉ H ₃₄ O ₃	40596-69-8
172	甲氧滴滴涕	Methoxychlor	C ₁₆ H ₁₅ Cl ₃ O ₂	72-43-5
173	绿谷隆	Monolinuron	C ₉ H ₁₁ ClN ₂ O ₂	1746-81-2
174	腈菌唑	Myclobutanil	C ₁₅ H ₁₇ ClN ₄	88671-89-0
175	二溴磷	Naled	C ₄ H ₇ Br ₂ Cl ₂ O ₄ P	300-76-5
176	敌草胺	Napropamide	C ₁₇ H ₂₁ NO ₂	15299-99-7
177	除草醚	Nitrofen	C ₁₂ H ₇ Cl ₂ NO ₃	1836-75-5
178	氧乐果	Omethoate	C ₅ H ₁₂ NO ₄ PS	1113-02-6
179	噁霜灵	Oxadixyl	C ₁₄ H ₁₈ N ₂ O ₄	77732-09-3
180	多效唑	Paclobutrazol	C ₁₅ H ₂₀ ClN ₃ O	76738-62-0
181	甲基对硫磷	Parathion-methyl	C ₈ H ₁₀ NO ₅ PS	298-00-0
182	二甲戊灵	Pendimethalin	C ₁₃ H ₁₉ N ₃ O ₄	40487-42-1
183	五氯苯胺	Pentachloroaniline	C ₆ H ₂ Cl ₅ N	527-20-8
184	五氯硝基苯	Pentachloronitrobenzene	C ₆ Cl ₅ NO ₂	82-68-8
185	伏杀硫磷	Phosalone	C ₁₂ H ₁₅ ClNO ₄ PS ₂	2310-17-0
186	硫环磷	Phosfolan	C ₇ H ₁₄ NO ₃ PS ₂	947-02-4
187	亚胺硫磷	Phosmet	C ₁₁ H ₁₂ NO ₄ PS ₂	732-11-6
188	磷胺	Phosphamidon	C ₁₀ H ₁₉ ClNO ₅ P	13171-21-6
189	啉啉磷	Pirimiphos-ethyl	C ₁₃ H ₂₄ N ₃ O ₃ PS	23505-41-1
190	腐霉利	Procymidone	C ₁₃ H ₁₁ Cl ₂ NO ₂	32809-16-8
191	丙溴磷	Profenofos	C ₁₁ H ₁₅ BrClO ₃ PS	41198-08-7
192	扑草净	Prometryn	C ₁₀ H ₁₉ N ₅ S	7287-19-6
193	炔苯酰草胺	Pronamide	C ₁₂ H ₁₁ Cl ₂ NO	23950-58-5
194	敌稗	Propanil	C ₉ H ₉ Cl ₂ NO	709-98-8
195	丙环唑	Propiconazole	C ₁₅ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O ₂	60207-90-1
196	丙硫磷	Prothiofos	C ₁₁ H ₁₅ Cl ₂ O ₂ PS ₂	34643-46-4
197	吡嗪硫磷	Pyridaphenthion	C ₁₄ H ₁₇ N ₂ O ₄ PS	119-12-0
198	啉霉胺	Pyrimethanil	C ₁₂ H ₁₃ N ₃	53112-28-0
199	皮蝇磷	Ronnel	C ₈ H ₈ Cl ₃ O ₃ PS	299-84-3
200	西玛津	Simazine	C ₇ H ₁₂ ClN ₅	122-34-9
201	四氯硝基苯	Tecnazene	C ₆ HCl ₄ NO ₂	117-18-0
202	特丁津	Terbuthylazine	C ₉ H ₁₆ ClN ₅	5915-41-3
203	特丁净	Terbutryn	C ₁₀ H ₁₉ N ₅ S	886-50-0
204	杀虫畏	Tetrachlorvinphose	C ₁₀ H ₉ Cl ₄ O ₄ P	961-11-5
205	四氟醚唑	Tetraconazole	C ₁₃ H ₁₁ Cl ₂ F ₄ N ₃ O	112281-77-3
206	虫线磷	Thionazin	C ₈ H ₁₃ N ₂ O ₃ PS	297-97-2
207	甲基立枯磷	Tolclofos-methyl	C ₉ H ₁₁ Cl ₂ O ₃ PS	57018-04-9
208	毒壤磷	Trichloronat	C ₁₀ H ₁₂ Cl ₃ O ₂ PS	327-98-0

相关法规及政策

常见农残检测方法标准

标准号	名称
GB/T 5009.20-2003	《食品中有机磷农药残留测定》
GB/T 5009.19-2008	《食品中有机氯农药多组分残留量的测定》
GB/T 5009.110-2003	《植物性食品中氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯残留量的测定》
GB/T 5009.145-2003	《植物性食品中有机磷和氨基甲酸酯类农药多种残留的测定》
GB/T 5009.146-2008	《植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留的测定》
NY/T 761-2008	《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》
GB 23200.8-2016	《水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留的测定》
GB 23200.9-2016	《粮谷中 475 种农药及相关化学品残留量的测定》

样品前处理

根据不同的样品基质类型，前处理有如下四种基本流程：

1. 上海青（适用于蔬菜、水果和食用菌类等高含水量样品）

称取 10 g 已均质好的试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加入 10 mL 乙腈（3.1），充分混匀后，放入 -20℃ 冰箱冷冻 10 min，再加入 4 g 硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸氢二钠等盐包（PN: 60105-333-P），盖上离心管盖，剧烈震荡 1 min 后，9000 r/min 离心 6 min。吸取 6 mL 上清液到内含 900 mg 硫酸镁、150 mg PSA 及 15 mg GCB 的 15 mL 塑料离心管中（PN: 60105-218-P），涡旋混匀 1 min，9000 r/min 离心 6 min，吸取 1 mL 上清液于进样瓶中，待上机测定。

2 大米（适用于谷物、油料和坚果类等低含水样品）

称取 5 g 已粉碎的试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加 10 mL 水涡旋混匀，静置 30 min。加入 10 mL 1% 醋酸乙腈溶液（3.4），充分混匀后，放入 -20℃ 冰箱冷冻 10 min，再加入 6 g 无水硫酸镁、1.5 g 醋酸钠等盐包（PN: 60105-335-P），盖上离心管盖，剧烈震荡 1 min 后 9000 r/min 离心 6 min。吸取 6 mL 上清液加到内含 1200 mg 硫酸镁、400 mg PSA 及 400 mg C18 的 15 mL 塑料离心管中（PN: 60105-225-P），涡旋混匀 1 min。9000 r/min 离心 6 min，吸取 1 mL 上清液于进样瓶中，待上机测定。

3 普洱茶（适用于茶叶和香辛料类等复杂基质）

称取 2 g 已粉碎的试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加 10 mL 水涡旋混匀，静置 30 min。加入 10 mL 1% 醋酸乙腈溶液（3.4），充分混匀后，放入 -20°C 冰箱冷冻 10 min，再加入 6 g 无水硫酸镁、1.5 g 醋酸钠（PN: 60105-335-P），盖上离心管盖，剧烈震荡 1 min 后 9000 r/min 离心 6 min。吸取 6 mL 上清液加到内含 1200 mg 硫酸镁、400 mg PSA、400 mg C18 及 400 mg GCB 的 15 mL 塑料离心管中（PN: 60105-226），涡旋混匀 1 min。9000 r/min 离心 6 min，吸取 1 mL 上清液于进样瓶中，待上机测定。

4 花生油（适用于食用油类等高油脂样品）

称取 2 g 试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加入 10 mL 正己烷饱和的乙腈（3.5），剧烈震荡 1 min 后 9000 r/min 离心 6 min。吸取乙腈层加到内含 1200 mg 硫酸镁、400 mg PSA 及 400 mg C18 的 15 mL 塑料离心管中（PN: 60105-225-P），涡旋混匀 1 min。9000 r/min 离心 6 min，吸取 1 mL 上清液于进样瓶中，待上机测定。

仪器和设备

仪器： Thermo Scientific™ 气相色谱三重四极杆质谱仪 TSQ 9000，
Thermo Scientific™ 气相色谱仪 Trace1310。

前处理设备：涡旋混合器，振荡摇床，离心机，旋转蒸发仪等。

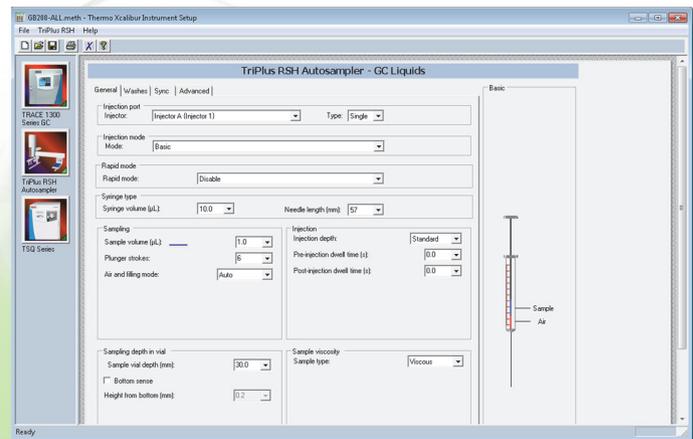
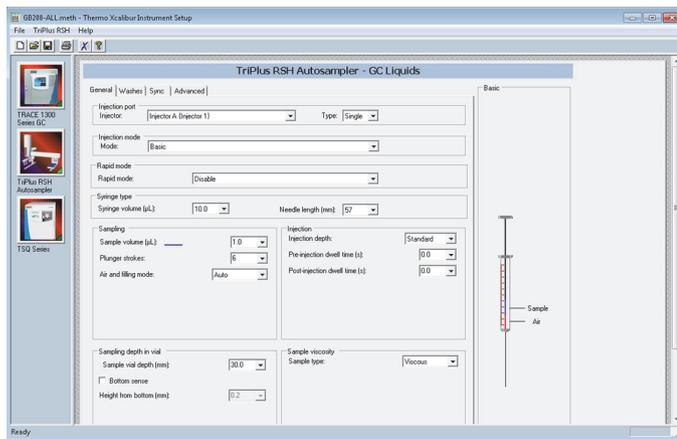
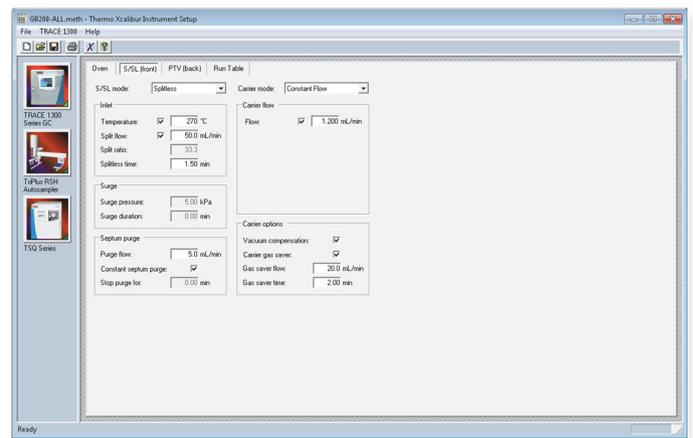
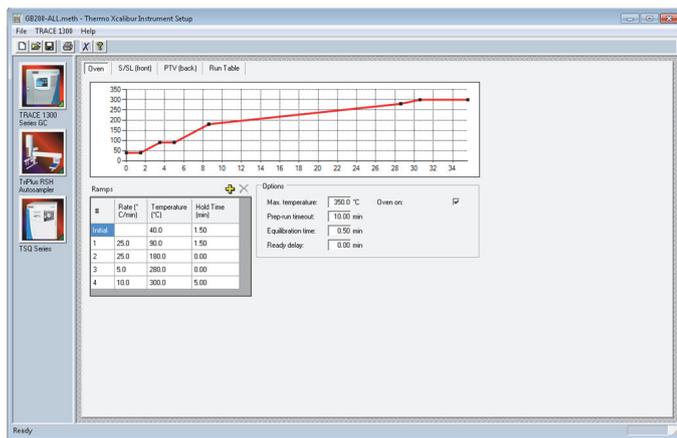
色谱柱： Pesticides II（30m × 0.25mm × 0.25 μm with 5m guard, PN: 26RD142F）。
C10 保留时间为 10.90 min。



方法包的使用

1. 进样方法使用：直接使用方法包中 meth 结尾的文件 **GB208-ALL** ，进行进样分析。

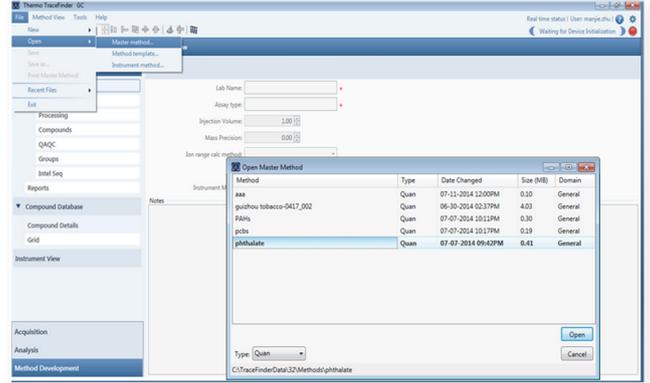
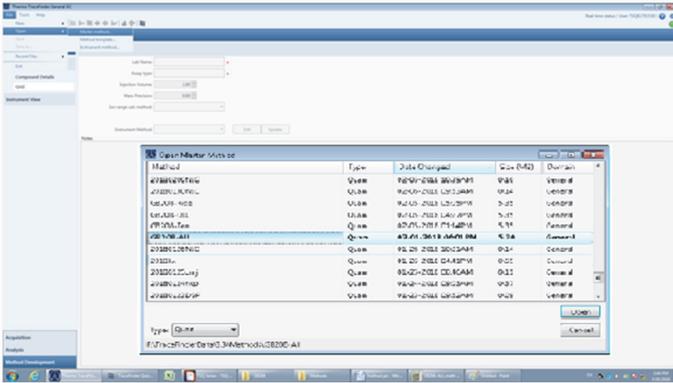
不同仪器配置可能稍有不同，可以参考以下方法截图。



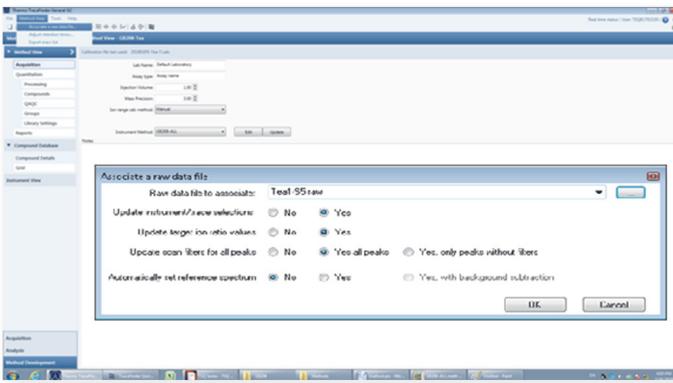
2. 数据处理方法建立：直接拷贝方法包中的文件夹



到 C:\TraceFinderData-Methods 中，方法就可以直接在 TraceFinder 软件中打开，这个方法包括数据处理方法和进样方法。



将按照步骤 1 进样完成的数据文件与 TraceFinder 方法相关联，得到完整的数据处理方法。按需要更改保留时间等参数进一步对数据处理方法进行优化，得到准确的数据处理方法。整个过程无需输入化合物信息，离子对信息，挑选离子对信息找到化合物，所有的步骤均是自动完成，一点即可，极大得提高分析效率，简化方法流程。



赛默飞
官方微信



赛默飞色谱
与质谱中国

热线 800 810 5118
电话 400 650 5118
www.thermofisher.com

ThermoFisher
SCIENTIFIC



GC-MS/MS法一针测定植物性食品中 208种农残及代谢物

作者

邓武剑 彭倩 王申

赛默飞世尔科技（中国）有限公司

关键词:

植物性食品, 农药及代谢物, TSQ 9000, 食品安全

前言

中国是农药生产和使用大国, 农药广泛用于农业生产中, 同时农药滥用和不规范使用现象比较普遍, 所以在食品中农药残留情况也是比较突出。日常检测中, 农残检测的任务也相当繁重, 当前我国对于农残检测的方法标准主要集中在GC、GCMS等, 随着气相色谱三重四极杆质谱的普及, GC-MS/MS的检测方法以其高选择性、高灵敏度、高通量特点越来越受检测工作者的欢迎, 为此农业部在2017年发布了《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》(征求意见稿)。赛默飞应用团队基于此国标方法, 开发了应对不同基质中农残前处理方式, 以及配套的仪器方法和数据处理方法, 以满足农残检测快速、准确、高通量的要求。

基于QuEChERS前处理技术, 我们开发了上海青、大米、花生油、茶叶四种具有代表性的样品基质的提取净化方法, 基于TSQ 9000的Time-SRM扫描方式建立了一针检测208种农药的仪器方法(Instrument Method), 依托TraceFinder软件开发了对应的数据处理方法(Master Method)。对样品基质进行了不同浓度的加标回收测算, 经过基质标准曲线定量计算, 大部分的化合物回收率在80-120%之间, 基质标准曲线浓度在0.01-0.2 mg/kg范围内, 所有化合物的线性相关系数均在0.99以上, 定量限都能做到0.01 mg/kg。

2. 仪器

气相色谱-三重四极杆质谱仪TSQ 9000 (赛默飞世尔科技, 美国), Pesticides II 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm with 5 m guard (PN: 26RD142F) 毛细管色谱柱。

3. 主要试剂和材料

3.1 乙腈 (色谱纯)

3.2 正己烷 (色谱纯)

3.3 冰醋酸 (分析纯)

3.4 酸化乙腈 (1:99): 取10 mL冰醋酸 (3.3) 加入到990 mL乙腈 (3.1) 中, 混匀

3.5 正己烷饱和的乙腈: 取500 mL乙腈 (3.1), 往里加入正己烷 (3.2), 直到有明显分层

3.6 QuEChERS盐包1 (PN: 60105-333-P): 含4 g硫酸镁、1 g氯化钠、1 g柠檬酸钠、0.5 g柠檬酸氢二钠

3.7 QuEChERS盐包2 (PN: 60105-335-P): 含6 g无水硫酸镁、1.5 g醋酸钠

3.8 QuEChERS净化管1 (PN: 60105-218-P): 内含900 mg硫酸镁、150 mg PSA及15 mg GCB的15 mL塑料离心管

3.9 QuEChERS净化管2 (PN: 60105-226): 内含1200 mg硫酸镁、400 mg PSA、400 mg C18及400 mg GCB的15 mL塑料离心管

3.10 QuEChERS净化管3 (PN: 60105-225-P): 内含1200 mg硫酸镁、400 mg PSA及400 mg C18的15 mL塑料离心管

4 实验部分

4.1 QuEChERS前处理方法

根据不同的样品基质类型, 前处理有如下四种基本流程:

4.1.1 上海青 (适用于蔬菜、水果和食用菌类)

称取10 g已均质好的试样 (精确至0.01 g) 于50 mL塑料离心管中, 加入10 mL乙腈 (3.1), 充分混匀后, 放入-20℃冰箱冷冻10 min, 再加入4 g硫酸镁、1 g

氯化钠、1 g柠檬酸钠、0.5 g柠檬酸氢二钠等盐包 (PN: 60105-333-P), 盖上离心管盖, 剧烈震荡1 min后, 9000 r/min离心6 min。吸取6 mL上清液到内含900 mg硫酸镁、150 mg PSA及15 mg GCB的15 mL塑料离心管中 (PN: 60105-218-P), 涡旋混匀1 min, 9000 r/min离心6 min, 吸取1 mL上清液于进样瓶中, 待上机测定。

4.1.2 大米 (适用于谷物、油料和坚果类)

称取5 g已粉碎的试样 (精确至0.01 g) 于50 mL塑料离心管中, 加10 mL水涡旋混匀, 静置30 min。加入10 mL 1%醋酸乙腈溶液 (3.4), 充分混匀后, 放入-20℃冰箱冷冻10 min, 再加入6 g无水硫酸镁、1.5 g醋酸钠等盐包 (PN: 60105-335-P), 盖上离心管盖, 剧烈震荡1 min后9000 r/min离心6 min。吸取6 mL上清液加到内含1200 mg硫酸镁、400 mg PSA及400 mg C18的15 mL塑料离心管中 (PN: 60105-225-P), 涡旋混匀1 min。9000 r/min离心6 min, 吸取1 mL上清液于进样瓶中, 待上机测定。

4.1.3 普洱茶 (适用于茶叶和香辛料类)

称取2 g已粉碎的试样 (精确至0.01 g) 于50 mL塑料离心管中, 加10 mL水涡旋混匀, 静置30 min。加入10 mL 1%醋酸乙腈溶液 (3.4), 充分混匀后, 放入-20℃冰箱冷冻10 min, 再加入6 g无水硫酸镁、1.5 g醋酸钠等盐包 (PN: 60105-335-P), 盖上离心管盖, 剧烈震荡1 min后9000 r/min离心6 min。吸取6 mL上清液加到内含1200 mg硫酸镁、400 mg PSA、400 mg C18及400 mg GCB的15 mL塑料离心管中 (PN: 60105-226), 涡旋混匀1 min。9000 r/min离心6 min, 吸取1 mL上清液于进样瓶中, 待上机测定。

4.1.4 花生油 (适用于食用油类)

称取2 g试样 (精确至0.01 g) 于50 mL塑料离心管中, 加入10 mL正己烷饱和的乙腈 (3.5), 剧烈震荡1 min后9000 r/min离心6 min。吸取乙腈层加到内含1200 mg硫酸镁、400 mg PSA及400 mg C18的15 mL塑料离心管中 (PN: 60105-225-P), 涡旋混匀1 min。9000 r/min离心6 min, 吸取1 mL上清液于进样瓶中, 待上机测定。

4.2. 样品基质溶液:

选取空白样品, 用 (4.1) 前处理方式得到的空白基质溶液。

4.3. 标准溶液的配置

7.1 标准储备液：在十万分之一分析天平上称取每种农药单标化合物 10 mg，加入 10 mL 相应的溶剂（根据不同的化合物加入丙酮、甲苯或者乙腈）溶解，配制成浓度为约 1000 mg/L 的溶液。每种单个标准储备液的浓度根据称样量和加入溶剂的体积计算得到。所有单标储备液在 -20 °C 冰箱中冷冻保存。单标储备液的有效期为 6 个月。

7.2 混合标准中间液：移取适量的单标储备液，用乙腈稀释。中间标准储备液的浓度为 10.0 mg/mL。中间标准储备液在 -20 °C 冰箱中冷冻保存。中间储备液的有效期为 3 个月。

7.3 工作标准溶液：取适量的混合标准中间液，以空白样品基质液（6）依次稀释成浓度为 0.010, 0.020, 0.050, 0.100, 0.200 mg/L 的工作标准溶液。

4.4 仪器方法

4.4.1 气相方法：

柱温箱：40 °C 保持 1.5 min，以 25 °C/min 升至 90 °C，保持 1.5 min，再以 25 °C/min 升至 180 °C，保持 1.5 min，以 5 °C/min 升至 280 °C，最后以 10 °C/min 升温到 300 °C，保持 5 min；SSL 进样口：温度 270 °C，进样模式：不分流进样，不分流时间：1 min；载气：恒流，1.2 mL/min。

4.4.2 质谱方法：

传输线温度：280 °C；离子源温度为 300 °C；离子源：EI；采集方式：Time-SRM；分辨率：FWHM 0.7 Da (Q1 和 Q3)；化合物离子对信息来源于 Thermo 农残数据库 CDBI 以及 AutoSRM。

4.5 数据处理

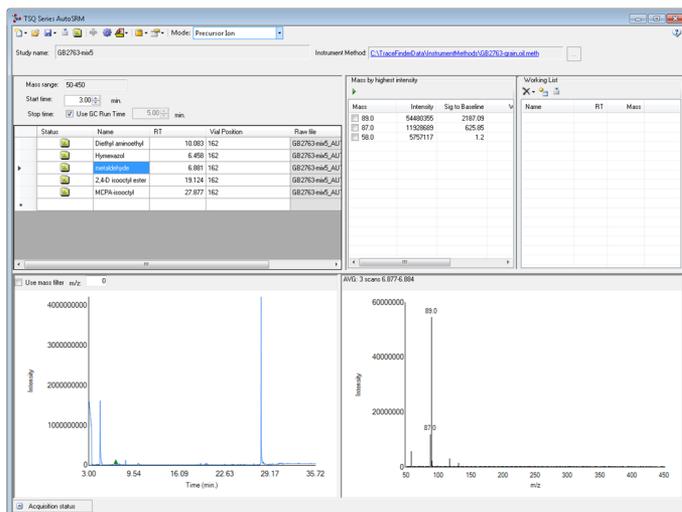
使用 Thermo Scientific™ TraceFinder 软件对数据进行采集、处理和报告分析，该软件可同时实现仪器控制、方法开发、定量/定性分析以及报告编辑。此外，TraceFinder 软件可以根据你所需要的信息自定义报告模板。

4.6 AutoSRM 自动优化化合物离子对信息及碰撞能量

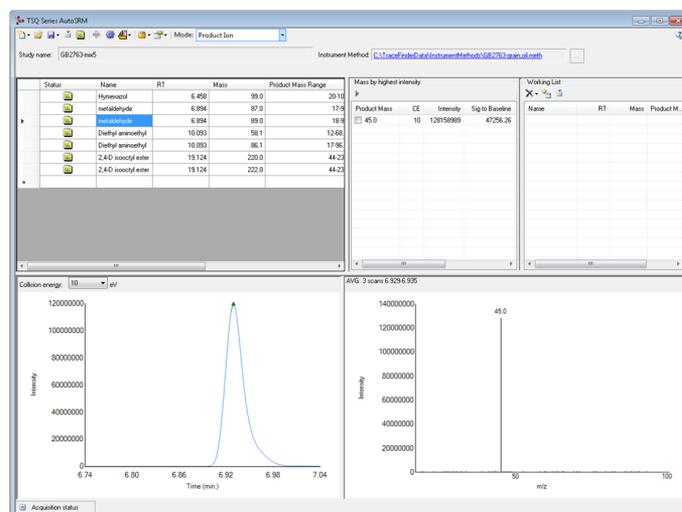
对于串接气质来说，方法优化及建立是非常重要的部分。

常规的方法开发需要对每个未知化合物挑选母离子，子离子以及优化碰撞能量，当未知化合物越多，花费的时间也就越多。赛默飞世尔科技全新一代三重四极杆气相色谱质谱联用仪 TSQ 9000 独有的 AutoSRM 功能，可以自动优化离子对信息及碰撞能量，并且当一次优化的化合物数目较多时，可以智能的调整进样的次数以期在最少的时间得到最优化的方法，使得整个方法建立部分更加简单方便。整个 AutoSRM 的步骤如下：

第一步：选择母离子，进行全扫描（full scan）进样，找到对应化合物的色谱峰，挑选质量数较大，离子丰度高的特征离子作为母离子。



第二步：选择子离子，进行子离子扫描（product ion）进样，挑选出丰度高的离子作为特征子离子。



第三步：优化碰撞能量，选择full range或者Target模式进行SRM碰撞能量优化，在出来的数据中，选择响应最高处的CE值为最优碰撞能量

5. 实验结果及讨论

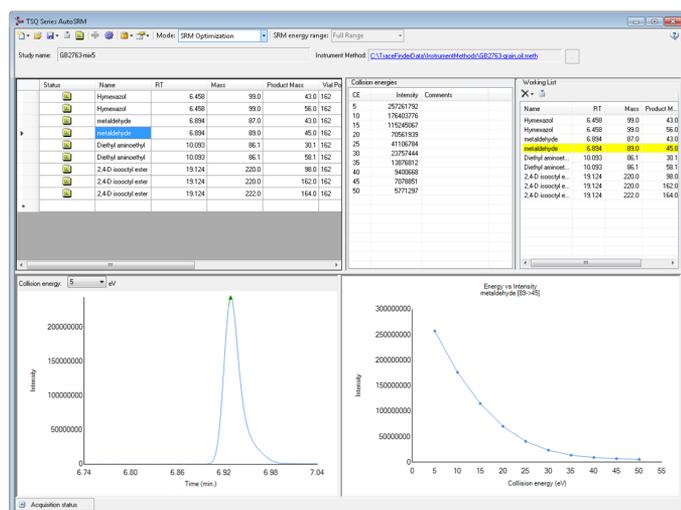
5.1 国标方法定量限要求

208种农药针对不同的样品基质，定量限有所不同，总体分布要求如下：

- a) 蔬菜、水果、食用菌(0.01mg/kg)
- b) 谷物、油料、坚果(0.01-0.02mg/kg)
- c) 茶叶和 香辛料(0.01-0.05mg/kg)
- d) 食用油(0.01-0.02mg/kg)

5.2 标准曲线及检出限

以4种样品空白基质配制0.010、0.020、0.050、0.100、0.200 mg/L的混标溶液，建立标准曲线，相关系数 R^2 均大于0.99。根据国标的要求，定量限最低的要求做到0.01 mg/kg，茶叶基质中混合农药的谱图如图1所示。在本实验方案中，所有化合物定量限能达到0.01 mg/kg，具体样品基质中检出限统计如图2所示。该实验方案的检出限水平远超国标方法的要求。



最终优化的离子对及CE结果可以导出成excel表格，直接导入到仪器方法中，无需手动输入离子对编辑方法，提高工作效率，减少手动输入的错误。

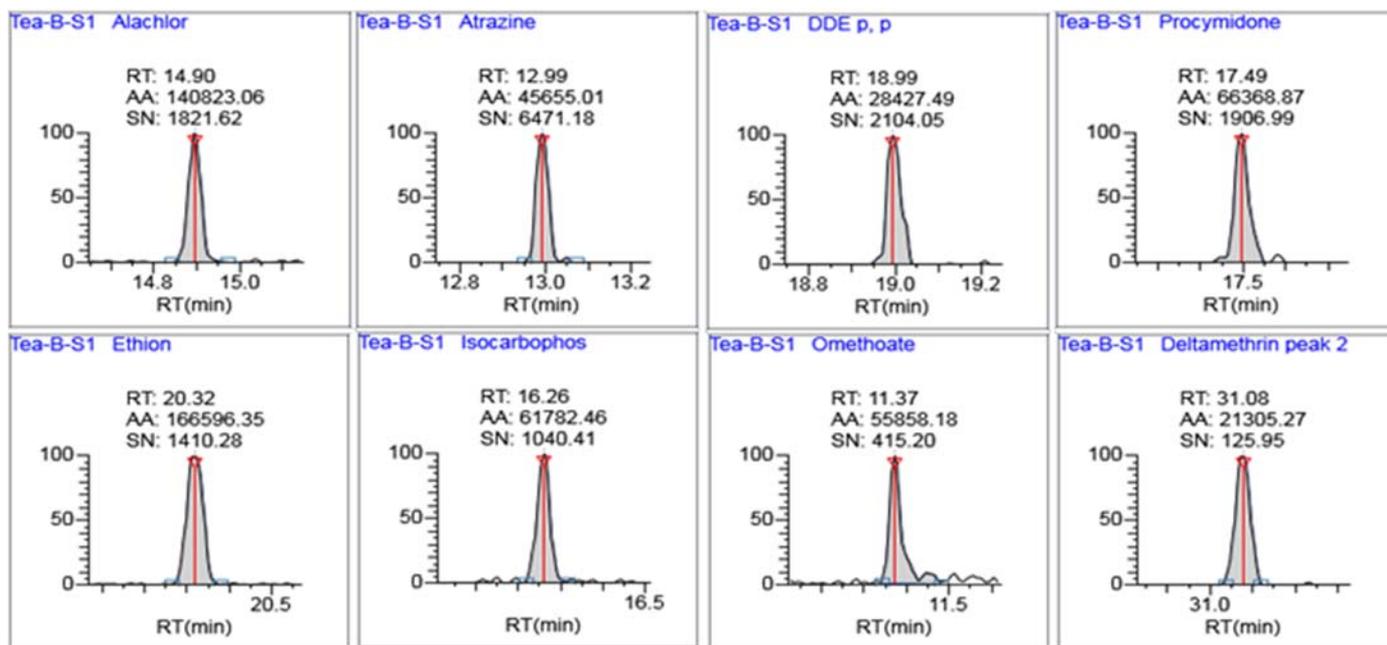
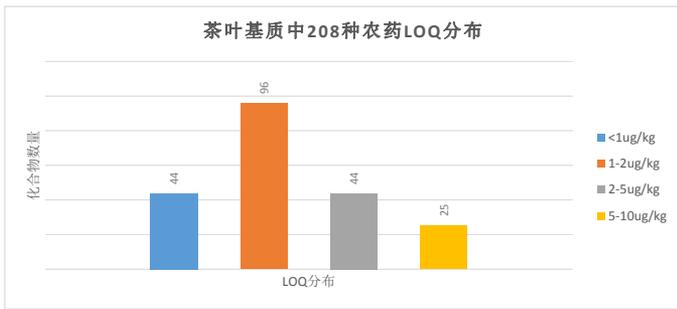
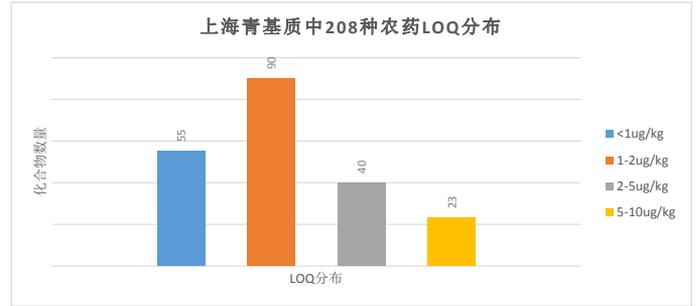


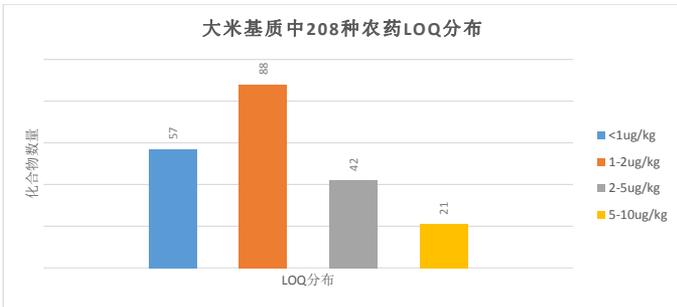
图1 茶叶基质中0.01ug/mL部分农药色谱图



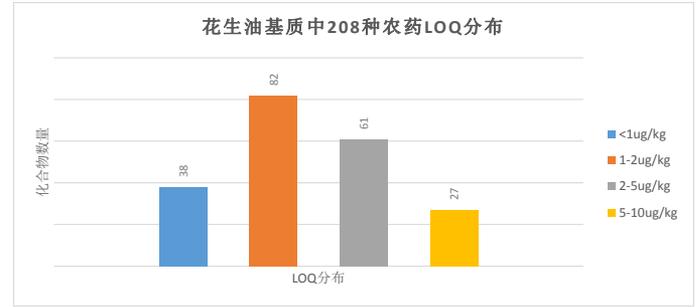
(a) 茶叶基质



(b) 上海青基质



(c) 大米基质



(d) 花生油基质

图2 不同样品中化合物检出限分布 (a-d)

5.2 回收率及稳定性

根据4种样品基质，我们分别做了加标回收率实验，在特定的加标浓度下，大部分化合物回收率在80-120%之间，回收率统计见表2。茶叶基质中40ppb浓度的农残，连续进样10针，RSD统计情况如图3。

表2 4种样品基质加标回收情况统计

序号	样品基质	加标量	回收率80-120% 化合物数量	回收率80-120% 占比
1	上海青	50ppb	188	90.4%
2	大米	25ppb	187	89.9%
3	花生油	40ppb	190	91.4%
4	茶叶	40ppb	190	91.4%

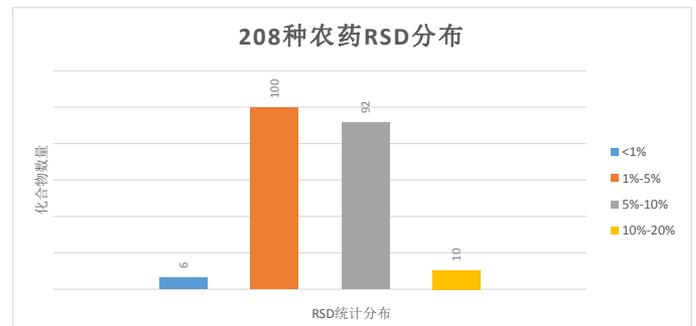


图3 40ppb茶叶基质中农残RSD统计分布 (n=10)

结论

本实验采用QuEChERS前处理方案，Thermo Fisher全新一代三重四极杆质谱TSQ 9000，同时配备Pesticide II色谱柱分离，在Time-SRM的扫描方式下，让仪器方法管理更加智能方便，使208种农药及代谢物在36min内一针完成分析，基于TraceFinder软件一站式的数据处理，一站式完成208种农残的全流程分析检测。该实验室方案具有前处理流程简单、快速、准确、有效，仪器操作简便，方法性能具有卓越的灵敏度和出色的稳定性的特点，完全满足新国标对于农残检测的要求。



赛默飞
官方微信



赛默飞色谱
与质谱中国

热线 800 810 5118
电话 400 650 5118
www.thermofisher.com

ThermoFisher
SCIENTIFIC