

DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20240308006

液相色谱-质谱法测定芹菜和香蕉中16种农药残留

晁桂梅*

(上海市崇明食品药品检验所/上海市崇明区食品安全检测中心, 上海 202150)

摘要: **目的** 建立液相色谱-质谱法检测芹菜、香蕉两种基质中16种农药残留的测定方法。**方法** 样品经粉碎混匀后, 用乙腈提取, 提取液经分散固相萃取净化后, 采用液相色谱-质谱联用仪测定, 外标法定量。**结果** 在2~40 ng/mL浓度范围内, 两种基质中16种农药的线性方程相关系数均在0.997以上, 检出限为0.001 mg/kg, 定量限为0.002 mg/kg, 在0.002、0.010、0.020 mg/kg 3个浓度点的加标回收率平均值范围分别为84.1%~113.8%、85.1%~109.6%、83.8%~110.7%, 精密度范围分别为0.9%~9.4%、1.8%~8.9%、1.0%~8.7%。**结论** 本方法前处理简便、快捷, 检测成本低、周期短, 灵敏度高、准确度高、精密度好。在简化前处理的同时, 降低了目标物的检出限和定量限, 可以实现同时测定芹菜、香蕉中16种农药残留。

关键词: 液相色谱-质谱法; 芹菜; 香蕉; 农药残留

Determination of 16 kinds of pesticide residues in celery and banana by liquid chromatography-mass spectrometry

CHAO Gui-Mei*

(Shanghai Chongming Institute for Food and Drug Control/Shanghai Chongming Food Safety Testing Center, Shanghai 202150, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determination of 16 kinds of pesticide residues in celery and banana by liquid chromatography-mass spectrometry. **Methods** The samples were crushed and mixed, extracted with acetonitrile, purified by dispersed solid-phase extraction, and determined by liquid chromatography-mass spectrometry. The external standard method was used for quantification. **Results** Within the concentration range of 2–40 ng/mL, the correlation coefficients of the linear equations for 16 kinds of pesticides in both matrices were above 0.997, with limit of detection of 0.001 mg/kg and limit of quantification of 0.002 mg/kg. The average recoveries at concentrations of 0.002, 0.010, and 0.020 mg/kg were 84.1%–113.8%, 85.1%–109.6% and 83.8%–110.7%, respectively, and the precision ranged from 0.9%–9.4%, 1.8%–8.9%, 1.0%–8.7%, respectively. **Conclusion** This method has the advantages of simple and fast pre-treatment, low detection cost, short cycle, high sensitivity, high accuracy, and good precision. The limit of detection and limit of quantitation of the target substance are reduced while simplifying the pre-treatment. It can simultaneously determine 16 kinds of pesticide residues in celery and banana.

KEY WORDS: liquid chromatography-mass spectrometry; celery; banana; pesticide residues

*通信作者: 晁桂梅, 博士, 工程师, 主要研究方向为食品、农产品分析检测。E-mail: cgm880806@163.com

*Corresponding author: CHAO Gui-Mei, Ph.D, Engineer, Shanghai Chongming Institute for Food and Drug Control/Shanghai Chongming Food Safety Testing Center, Chongming 202150, China. E-mail: cgm880806@163.com

0 引言

当今社会,我国对食品安全的重视程度之高前所未有,新修订的食品安全法,突出体现了4个“最严”的要求。食用农产品质量安全,是食品安全的重要内容和基础保障,而农药残留是影响食用农产品质量安全的重要因素。农药的种类繁多,尤其是杀虫剂、杀菌剂、除草剂应用较多^[1]。农药虽然对农作物具有一定的保护作用,但过多使用农药,会造成农产品内有较高的农药残留量,如果食品中农药残留量超标,将会引发食品安全问题,威胁人体健康^[2-6]。我国监督部门依据食品中农药最大残留限量的相应标准 GB 2763—2021《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》,开展对食用农产品实施安全抽检与风险监控工作^[7-10]。检测基质和检测项目的不同,是选择检测方法的重要依据。目前,食用农产品中农药残留定量分析常用的检测方法有液相色谱-质谱法等^[11-18]、气相色谱-质谱法^[10,19-24]、气相色谱法^[25-26]、高效薄层色谱法^[27]。但总体来看,液相色谱-质谱法的覆盖面更广,准确性也较高^[28-30]。现有研究中,采用 QuEChERS 前处理方法时,检测项目的灵敏度较低,而本研究选择日常生活中极为常见的芹菜和香蕉两种果蔬作为实验材料,针对本地政府监管需求,建立了同时检测 16 种常见农药的液相色谱-质谱法的分析方法,以期为芹菜和香蕉的农药残留检测提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

芹菜、香蕉(超市自购)。

16 种农药标准品(100 μg/mL, 中国农业部环境保护科研监测所); 乙腈、甲苯、正己烷(色谱纯)、氯化钠(优级纯)、萃取料包(4 g 硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠及 0.5 g 柠檬酸氢二钠)、净化管[900 mg 硫酸镁及 150 mg 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(primary secondary amine, PSA)]、陶瓷均质子、有机相微孔滤膜(0.22 μm)(上海安谱实验科技股份有限公司); 无水硫酸钠(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司)。

1.2 仪器与设备

1290-6470 型液相色谱-质谱联用仪(美国 Agilent 公司); PowerGen125 型高速匀浆机(美国 Thermo Fisher Scientific 公司); Sorvall ST 8R 型低温高速离心机(德国 Thermo Fisher Scientific 公司); ME203E 型电子天平(瑞士 Mettler Toledo 公司); C₁₈ 色谱柱(3 mm×100 mm, 1.8 μm)(美国 Agilent 公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 样品处理

分别以芹菜、香蕉作为基质,称取 10 g 试样(精确至 0.01 g)于 50 mL 塑料离心管中,加入 10 mL 乙腈,加入萃取料包及 1 颗陶瓷均质子,剧烈振荡 1 min 后 4200 r/min 离心 5 min。吸取 6 mL 上清液加到净化管中,涡旋混匀 1 min,4200 r/min 离心 5 min,吸取上清液过微孔滤膜(0.22 μm)后,用液相色谱-质谱仪测定。

1.3.2 标准溶液配制

分别准确吸取各标准储备溶液,配制成质量浓度为 1 μg/mL 的标准中间溶液,逐级用空白基质溶液稀释成质量浓度为 2、4、8、10、20、40 ng/mL 的基质标准系列工作溶液。

1.3.3 液相色谱测定条件

色谱柱: C₁₈ (3 mm×100 mm, 1.8 μm); 柱温: 40°C; 进样量: 5 μL; 流速: 0.3 mL/min。流动相为: A-5 mmol/L 乙酸铵(含 0.1%甲酸), B-甲醇, 梯度条件如表 1 所示。

表 1 梯度条件
Table 1 Gradient condition

时间/min	A/%	B/%
0	95	5
1.5	85	15
2.0	50	50
10.0	30	70
12.0	30	70
16.0	5	95
20.0	5	95
21.0	95	5
25.0	95	5

1.3.4 质谱测定条件

离子源类型: 电喷雾离子源(electron spray ionization, ESI); 扫描方式: 正离子和负离子同时扫描; 离子源电压: 3.5 kV; 雾化气压力: 45 psi; 干燥气温度: 300°C; 干燥气流量: 5 L/min; 鞘气流量: 11 L/min; 鞘气温度: 250°C。

1.4 数据处理

采用 Agilent 1290-6470 自带 Mass Hunter 化学工作站及 Excel 软件进行数据处理。

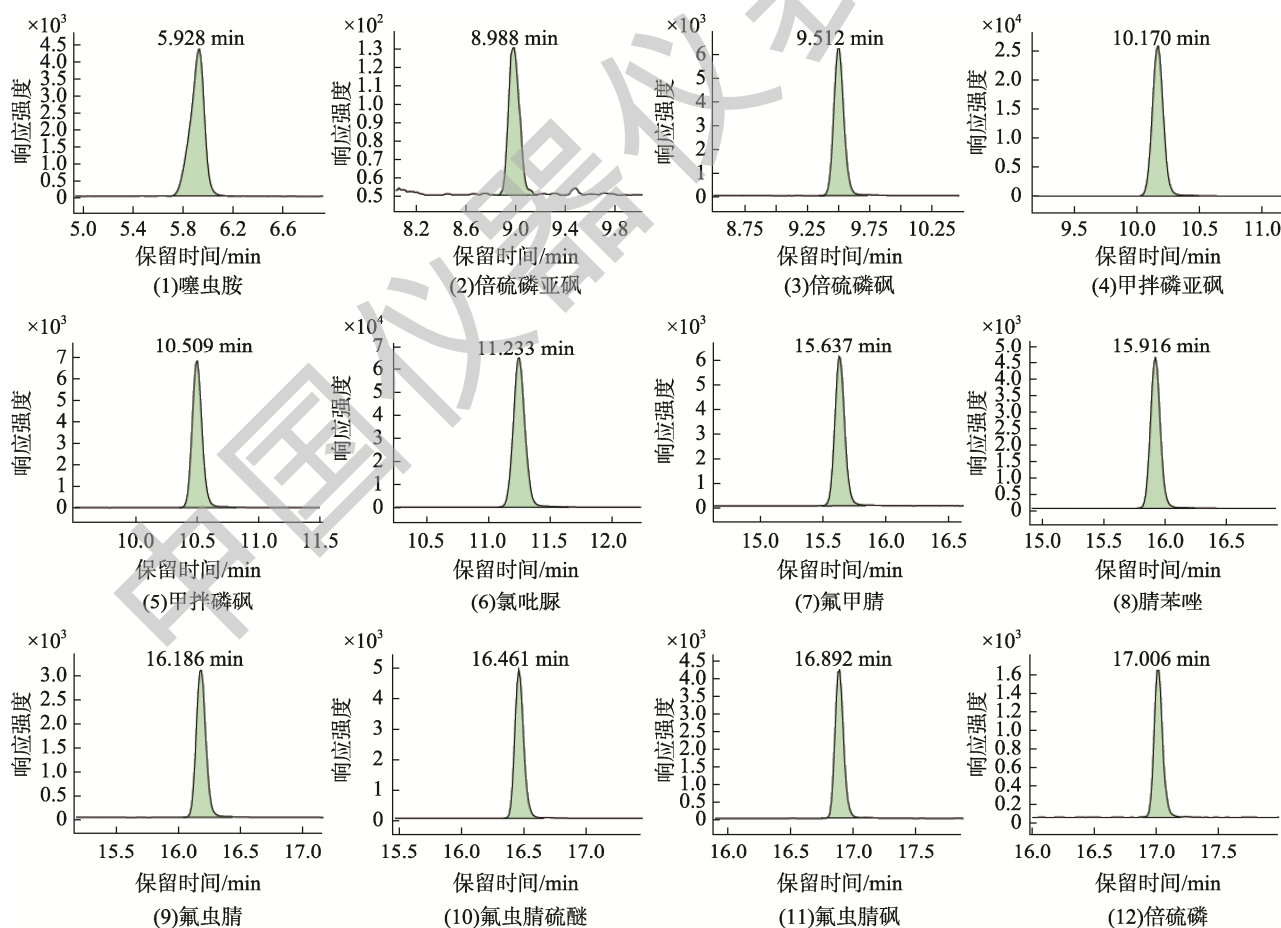
2 结果与分析

2.1 监测离子和保留时间

每种农药分别选择 2 个子离子对, 每种农药的质谱参数见表 2, 特征离子质量色谱图如图 1 所示。

表 2 16 种农药的保留时间及离子参数
Table 2 Retention time and ion parameters of 16 kinds of pesticides

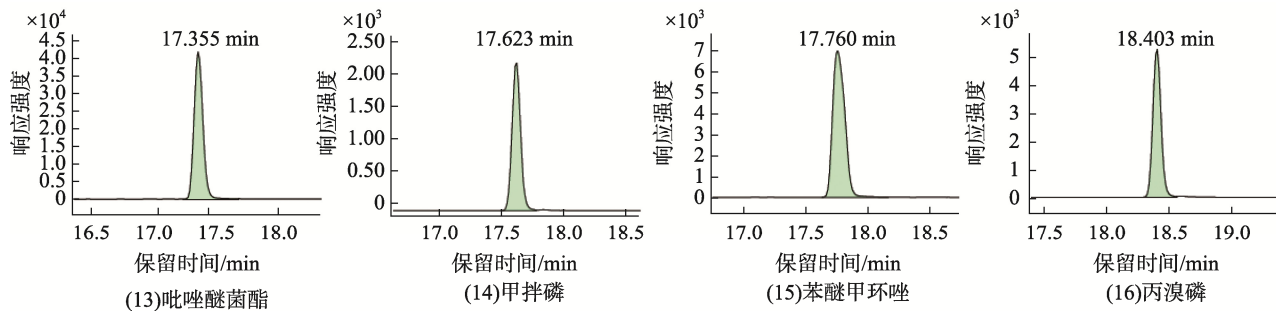
序号	项目名称	离子模式	定量离子/碰撞能/eV	定性离子/碰撞能/eV	碰撞能/eV	参考保留时间/min
1	噻虫胺	ESI+	250.1>169.1/9	250.1>132/17	9	5.93
2	倍硫磷亚砷	ESI+	295.1>280.2/18	295.1>109.0/34	17	8.99
3	倍硫磷砷	ESI+	311.1>124.9/25	311.1>279.1/17	17	9.51
4	甲拌磷亚砷	ESI+	277.0>199.1/5	277.0>152.9/13	5	10.17
5	甲拌磷砷	ESI+	293.0>97.0/45	293.0>115.1/33	33	10.51
6	氯吡啶	ESI+	248.1>129.1/17	248.1>93.1/44	17	11.23
7	氟甲腈	ESI-	387.0>351.1/13	387.0>282.0/37	13	15.64
8	腈苯唑	ESI+	337.1>70.2/21	337.1>125.0/37	37	15.92
9	氟虫腈	ESI-	435.0>330.1/13	435.0>250.0/25	13	16.19
10	氟虫腈硫醚	ESI-	419.0>262.0/33	419>383.1/9	9	16.46
11	氟虫腈砷	ESI-	450.9>281.9/29	450.9>415.1/17	17	16.89
12	倍硫磷	ESI+	279.1>169.0/17	279.1>246.9/9	9	17.01
13	吡啶啉菌酯	ESI+	388.2>194.1/9	388.2>163.1/25	9	17.35
14	甲拌磷	ESI+	261.2>75.3/9	261.2>46.9/49	9	17.62
15	苯醚甲环唑	ESI+	406.1>251.0/25	406.1>337.1/17	17	17.76
16	丙溴磷	ESI+	373.1>303.0/17	373.1>345.0/9	9	18.40



注: 质量浓度为 20 ng/mL。

图 1 16 种农药特征离子质量色谱图

Fig.1 Characteristic ion mass chromatogram of 16 kinds of pesticide mixtures



注: 质量浓度为 20 ng/mL。

图 1(续) 16 种农药特征离子质量色谱图

Fig.1 Characteristic ion mass chromatogram of 16 kinds of pesticide mixtures

2.2 线性方程及定量限

选择芹菜和香蕉两种样品的空白基质, 分别配制质量浓度为 2、4、8、10、20、40 ng/mL 的基质混合标准工作溶液, 按上述仪器条件方式进行测定。结果表明(表 3), 在各农药质量浓度为 2~40 ng/mL 的范围内, 16 种农药的线性方程的相关系数均大于 0.997, 其检出限为 0.001 mg/kg ($S/N \geq 3$), 定量限为 0.002 mg/kg ($S/N \geq 10$)。与 GB 23200.121—2021《食品安全国家标准 植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》相比, 该检测方法灵敏度较高, 更能满足 GB 2763—2021 对农药限量检测的相关要求。各农药的线性回归方程和相

关系数如表 3 所示。

2.3 加标回收率和精密度

选择不含上述 16 种农药的空白芹菜和香蕉样品, 分别进行质量浓度为 0.002、0.010 和 0.020 mg/kg 3 个浓度点加标回收实验, 每个浓度点做 6 份平行试样, 按 1.3.1 样品处理方法进行处理, 其加标回收率和精密度如表 4 所示。在 0.002 mg/kg 加标水平下, 各农药的回收率平均值为 84.1%~113.8%, RSDs 为 0.9%~9.4%; 在 0.010 mg/kg 加标水平下, 各农药的回收率平均值为 85.1%~109.6%, RSDs 为 1.8%~8.9%; 在 0.020 mg/kg 加标水平下, 各农药的回收率平均值为 83.8%~110.7%, RSDs 为 1.0%~8.7%。

表 3 16 种农药的线性方程、相关系数

Table 3 Linear equation, correlation coefficient of 16 kinds of pesticides

序号	项目名称	芹菜		香蕉	
		线性方程	相关系数(r)	线性方程	相关系数(r)
1	噻虫胺	$Y=1632.553389X+6319.795814$	0.9998	$Y=1744.869939X-1607.770274$	1.0000
2	倍硫磷亚砷	$Y=790.708629X-924.38768$	0.9973	$Y=822.144317X-1018.535241$	1.0000
3	倍硫磷砷	$Y=1972.120797X-873.870231$	1.0000	$Y=1980.584805X-2386.141665$	0.9998
4	甲拌磷亚砷	$Y=8454.539345X-3703.183541$	1.0000	$Y=8285.501258X-2851.533318$	0.9998
5	甲拌磷砷	$Y=1989.560139X-878.404059$	0.9999	$Y=1878.629380X-90.390353$	0.9995
6	氯吡啶	$Y=19900.0318136X+30890.447404$	0.9976	$Y=20751.637845X+25814.434459$	0.9974
7	氟甲腈	$Y=2102.453392X-605.753452$	0.9998	$Y=1727.288092X-191.224286$	0.9998
8	腈苯唑	$Y=1484.174975X-6484.672189$	0.9999	$Y=1475.121404X-3854.696038$	0.9998
9	氟虫腈	$Y=795.005321X+1800.814789$	0.9981	$Y=801.721607X+1620.870874$	0.9984
10	氟虫腈硫醚	$Y=1288.901845X+973.126213$	0.9988	$Y=1261.410797X-261.164677$	0.9998
11	氟虫腈砷	$Y=1312.284987X+463.953281$	0.9991	$Y=1097.655800X-712.113508$	0.9999
12	倍硫磷	$Y=822.978094X-1276.362702$	0.9998	$Y=633.235851X+2788.622780$	0.9996
13	吡唑醚菌酯	$Y=10623.711955X+870.027969$	0.9999	$Y=8776.164670X+19488.822008$	0.9991
14	甲拌磷	$Y=788.061558X-379.384894$	0.9997	$Y=582.820607X-111.147412$	0.9986
15	苯醚甲环唑	$Y=2909.501100X-13017.041853$	0.9997	$Y=2402.365123X-6902.406934$	0.9995
16	丙溴磷	$Y=1364.612071X+515.158177$	0.9991	$Y=1144.828863X+2963.965706$	0.9994

表 4 16 种农药加标实验回收率和相对标准偏差($n=6$)
Table 4 Recovery rates and relative standard deviation of 16 kinds of pesticides in celery and banana ($n=6$)

项目名称	添加浓度/(mg/kg)	芹菜		香蕉	
		回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%
噻虫胺	0.002/0.010/0.020	86.7/108.9/102.1	5.7/3.8/4.1	104.5/97.4/110.6	2.2/2.8/1.1
倍硫磷亚砷	0.002/0.010/0.020	99.2/101.9/98.0	2.4/4.5/1.7	104.5/90.3/101.2	6.5/7.3/5.3
倍硫磷砷	0.002/0.010/0.020	107.1/107.9/98.0	1.9/2.4/5.3	96.7/94.0/104.9	3.9/2.7/1.7
甲拌磷亚砷	0.002/0.010/0.020	113.8/109.6/93.9	2.7/2.2/4.9	95.8/90.1/103.6	5.5/2.4/1.0
甲拌磷砷	0.002/0.010/0.020	110.7/106.8/94.3	2.3/5.2/4.3	103.7/94.5/106.6	0.9/3.5/1.9
氯吡脞	0.002/0.010/0.020	87.5/90.0/87.6	4.5/5.3/1.6	91.2/92.8/106.9	9.1/3.4/1.9
氟甲腈	0.002/0.010/0.020	105.4/107.6/94.0	2.1/3.6/6.2	98.6/98.1/105.0	2.5/6.1/2.5
腈苯唑	0.002/0.010/0.020	94.7/99.1/94.1	3.7/2.6/3.9	94.5/94.9/110.7	5.9/2.4/1.8
氟虫腈	0.002/0.010/0.020	96.3/105.3/100.3	6.5/1.8/4.3	85.3/98.9/98.9	6.1/6.9/4.1
氟虫腈硫醚	0.002/0.010/0.020	101.9/102.9/98.1	2.4/3.9/5.1	100.7/98.0/98.6	3.0/5.2/2.0
氟虫腈砷	0.002/0.010/0.020	102.2/108.1/99.2	2.3/3.9/2.6	93.9/92.9/100.8	2.4/7.7/1.8
倍硫磷	0.002/0.010/0.020	106.2/101.8/90.2	4.6/5.9/8.3	89.0/107.4/110.6	7.8/4.2/2.0
吡啶醚菌酯	0.002/0.010/0.020	100.9/104.0/88.9	3.0/3.7/4.2	96.3/108.4/103.5	8.1/3.4/2.0
甲拌磷	0.002/0.010/0.020	93.6/85.1/83.8	5.3/3.5/7.4	93.6/106.9/108.5	9.4/8.9/2.4
苯醚甲环唑	0.002/0.010/0.020	85.5/91.0/84.2	4.5/5.5/8.7	84.1/98.8/106.3	3.7/2.8/1.8
丙溴磷	0.002/0.010/0.020	105.2/107.2/96.3	1.3/3.5/3.6	106.6/103.0/99.0	2.8/6.3/4.9

注: 相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)。

经分析可知, 两种基质中 16 种农药残留 3 个浓度点 6 个平行的加标回收率平均值最低为 83.8%、最高为 113.8%, RSDs 均不大于 9.4%, 各农药组分的回收率均符合 GB/T 27404—2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》中回收率的要求(60%~120%, 被测组分含量小于 0.1 mg/kg)。由此可见, 该研究中所述的检测方法的准确度很高, 实验的重复性及精密度良好, 具有极高的可操作性, 可以应用于芹菜和香蕉中农药残留的检测。

3 结论

本研究通过对芹菜、香蕉两种基质中 16 种农药残留的检出限、定量限、标准曲线相关性的验证实验, 建立了蔬菜、水果中 16 种农药残留的液相色谱-质谱法。与 GB/T 20769—2008《水果和蔬菜中 450 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》中传统的样品前处理过程相比, 本方法采用的 QuEChERS 前处理方法无需过柱, 操作简便快捷, 有效降低了检测费用, 提高了检测效率, 缩短了检测周期。该方法的线性范围为 2~40 ng/mL, 检出限为 0.001 mg/kg, 定量限为 0.002 mg/kg, 与 GB 23200.121—2021 相比, 降低了目标物的定量限, 兼顾做到了在简化前处理的同时, 提高了检测方法的灵敏度。加标回收实验表明, 本方法的精密度、准确度均可以达到实验

室要求, 符合 GB/T 27404—2008 的规定, 可以实现同时测定芹菜、香蕉中多项农药残留的日常监管及检测需求, 为其他种类的水果、蔬菜基质中农药残留测定提供参考价值, 为辖区内食用农产品安全监管工作的顺利推进奠定理论基础, 为有效服务监管部门提供强有力的技术支撑。

参考文献

- [1] 刘义峰. 气质联用仪在食品中残留农药检测中的应用研究[J]. 清洗世界, 2023, 39(10): 98-100.
LIU YF. Study on the application of GC-MS in the detection of pesticide residues in food [J]. Clean World, 2023, 39(10): 98-100.
- [2] 李鹏, 王婷, 张爱秧, 等. 食品农药残留检测技术的要点[J]. 化工管理, 2023, (23): 27-29.
LI P, WANG T, ZHANG AIY, et al. Key points of food pesticide residue detection technology [J]. Chem Eng Manag, 2023, (23): 27-29.
- [3] 陈冬霞. 食品检测中农药残留检测工作的现实意义及相关技术研究[J]. 现代食品, 2023, 29(16): 157-160.
CHEN DX. Research on practical significance and related technology of pesticide residue detection in food detection [J]. Mod Food, 2023, 29(16): 157-160.
- [4] 乔雄梧. 食品中农药残留风险评估述评[J]. 农药学报, 2023, 25(1): 12-22.

- QIAO XW. Review of risk assessment of pesticide residues in food [J]. *Chin J Pest Sci*, 2023, 25(1): 12–22.
- [5] 曾静, 乔雄梧. 我国近年蔬菜水果中农药残留超标状况浅析[J]. *农药学报*, 2023, 25(6): 1206–1221.
- ZENG J, QIAO XW. Analysis of excessive pesticide residues in vegetables and fruits in China in recent years [J]. *Chin J Pest Sci*, 2023, 25(6): 1206–1221.
- [6] 梁秀美, 张维一, 张微, 等. QuEChERS-HPLC-MS/MS 法同时测定水果中 38 种农药的残留量[J]. *食品科学*, 2020, 41(8): 288–296.
- LIANG XM, ZHANG WY, ZHANG W, *et al.* Simultaneous determination of residues of 38 pesticides in fruits by QuEChERS combined with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Sci*, 2020, 41(8): 288–296.
- [7] 胡翠, 唐婧苗, 谢柏艳. 超高效液相色谱-串联质谱法测定水果中 42 种农药残留[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(9): 3635–3641.
- HU C, TANG JM, XIE BY. Determination of 42 pesticides in fruits by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(9): 3635–3641.
- [8] 李宜洋, 刘维波. 食品安全检测技术的研究进展[J]. *粮食与食品工业*, 2023, 30(4): 55–58.
- LI YY, LIU WB. Research progress of food safety detection technology [J]. *Cere Food Ind*, 2023, 30(4): 55–58.
- [9] 王晓菲, 张志伟. 农药残留检测技术在食品检测中的应用分析[J]. *食品安全导刊*, 2023, (28): 156–158.
- WANG XF, ZHANG ZW. Application analysis of pesticide residue detection technology in food detection [J]. *Chin Food Saf Magaz*, 2023, (28): 156–158.
- [10] 晁桂梅, 赵舒景, 陈恳, 等. 气相色谱-质谱法测定苹果和番茄中 11 种农药残留[J]. *食品工业科技*, 2020, 41(16): 227–231.
- CHAO GM, ZHAO SJ, CHEN K, *et al.* Determination of 11 kinds of pesticide residues in apple and tomato by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2020, 41(16): 227–231.
- [11] 田金凤. QuEChERS 净化-UPLC-MS/MS 法测定桑葚中 19 种农药残留[J]. *食品科技*, 2022, 47(10): 299–305.
- TIAN JF. Determination of 19 pesticide residues in mulberries by QuEChERS purification-UPLC-MS/MS method [J]. *Food Sci Technol*, 2022, 47(10): 299–305.
- [12] 刘华文, 邓美晴, 陈北燕. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定茶叶中 47 种农药残留[J/OL]. *食品工业科技*: 1-16. [2024-02-23]. <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2023050213>
- LIU HW, DENG MQ, CHEN BY. Determination of 47 pesticide residues in tea by QuEChERS-ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J/OL]. *Sci Technol Food Ind*: 1-16. [2024-02-23]. <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2023050213>
- [13] YANG BX, MA W, WANG S, *et al.* Determination of eight neonicotinoid insecticides in Chinese cabbage using a modified QuEChERS method combined with ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Chem*, 2022, 387: 132935.
- [14] LEE J, KIM JH. Simultaneous analysis of fenthion and its five metabolites in produce using ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Molecules (Basel, Switzerland)*, 2020, 25(8): 1938.
- [15] 崔家榕, 董丰收, 徐军, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定花椰菜中氯虫苯甲酰胺和多杀霉素的残留[J]. *现代农药*, 2023, 22(5): 67–71.
- CUI JR, DONG FS, XU J, *et al.* Determination of chlorobenzamide and docomycin residues in cauliflower by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Mod Agrochem*, 2023, 22(5): 67–71.
- [16] VALERA-TARIFA NM, SANTIAGO-VALVERDE R, HERNÁNDEZ-TORRES E, *et al.* Development and full validation of a multi residue method for the analysis of a wide range of pesticides in processed fruit by UHPLC-MS/MS [J]. *Food Chem*, 2020, 315: 226–304.
- [17] 张少英. 液相色谱质谱联用技术检测大棚蔬菜农药残留[J]. *现代农业科技*, 2023, (21): 187–190.
- ZHANG SY. Determination of pesticide residues in greenhouse vegetables by liquid chromatography-mass spectrometry [J]. *Mod Agric Sci Technol*, 2023, (21): 187–190.
- [18] SONG N, MIYOUNG Y, TAE GN. Multi-residue analysis of 203 pesticides in strawberries by liquid chromatography tandem mass spectrometry in combination with the QuEChERS method [J]. *CYTA: J Food*, 2019, 17(1): 976–987.
- [19] 蔡燕斌, 丁萍, 吴伟燕, 等. 气相色谱-质谱法快速测定食用植物油中 7 种农药残留[J]. *食品科技*, 2021, 46(8): 284–288.
- CAI YB, DING P, WU WY, *et al.* Rapid determination of 7 pesticide residues in edible vegetable oil by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Food Sci Technol*, 2021, 46(8): 284–288.
- [20] 雷紫依, 苏光林, 李跑, 等. 植物源性食品中多农药残留 GC-MS 高通量快速检测技术研究进展[J]. *分析测试学报*, 2023, 42(10): 1370–1380.
- LEI ZY, SU GL, LI P, *et al.* Research progress of GC-MS high-throughput rapid detection of multi-pesticide residues in plant-derived foods [J]. *J Instrum Anal*, 2023, 42(10): 1370–1380.
- [21] 王金鑫, 杨清华, 施逸岚, 等. 分散固相萃取-GC-MS/MS 联用法测定大米中 13 种农药残留[J]. *现代预防医学*, 2023, 50(17): 3223–3228.
- WANG JX, YANG QH, SHI YL, *et al.* Determination of 13 pesticide residues in rice by dispersed solid phase extraction combined with GC-MS/MS [J]. *Mod Prev Med*, 2023, 50(17): 3223–3228.
- [22] CHEN T, XU H. *In vivo* investigation of pesticide residues in garlic using solid phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Anal Chim Acta*, 2019, 1090: 72–81.
- [23] ANĐELKOVIĆ D, BRANKOVIĆ M, KOCIĆ G, *et al.* Sorbent-excluding sample preparation method for GC-MS pesticide analysis in apple peel [J]. *Biomed Chromatogr: BMC*, 2020, 34(1): e4720.
- [24] 富志新, 贾艳丰, 刘清涛, 等. 蔬菜中 9 种农药残留的检测分析[J]. *食*

- 品安全导刊, 2023, (27): 52–54.
- FU ZX, JIA YF, LIU QT, *et al.* Detection and analysis of 9 kinds of pesticide residues in vegetables [J]. *Chin Food Saf Magaz*, 2023, (27): 52–54.
- [25] 陈维云. 气相色谱法测定蔬菜 7 种有机磷农药残留[J]. *西北园艺(综合)*, 2023, (6): 69–72.
- CHEN WY. Determination of 7 organophosphorus pesticide residues in vegetables by gas chromatography [J]. *Northwest Hortic*, 2023, (6): 69–72.
- [26] 高佳茹. 蔬菜农药残留检测中气相色谱法的应用[J]. *食品安全导刊*, 2023, (27): 58–60.
- GAO JR. Application of gas chromatography in the detection of pesticide residues in vegetables [J]. *Chin Food Saf Magaz*, 2023, (27): 58–60.
- [27] 高猛峰, 张维谊, 梅博, 等. QuEChERS-高效薄层色谱法测定蔬菜中 10 种拟除虫菊酯类农药残留[J]. *农产品质量与安全*, 2023, (5): 55–60.
- GAO MF, ZHANG WY, MEI B, *et al.* Determination of 10 pyrethroids residues in vegetables by QuEChERS-high performance thin layer chromatography [J]. *Qual Saf Agro-Prod*, 2023, (5): 55–60.
- [28] ZHU YQ, DU P, YANG J. Screening of multiclass pesticide residues in *Maca* and *Moringa oleifera* by a modified QuEChERS sample preparation procedure and UPLC-ESI-MS/MS analysis [J]. *RSC Adv*, 2020, 10: 36906–36919.
- [29] 杨玉平, 涂林, 金婵, 等. 液相色谱串联质谱法同时检测蔬菜中 28 种农药残留[J]. *食品研究与开发*, 2018, 39(24): 149–154.
- YANG YP, TU L, JIN C, *et al.* Simultaneous determination of 28 pesticide in vegetables by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Res Dev*, 2018, 39(24): 149–154.
- [30] 王岩松, 贺明睿, 王冬妍, 等. QuEChERS-液相串联质谱法快速测定蔬菜水果中氟吗啉和烯酰吗啉残留量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(13): 4455–4463.
- WANG YS, HE MR, WANG DY, *et al.* Rapid determination of flumorph and dimethomorph residues in vegetables and fruits by QuEChERS-liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(13): 4455–4463.

(责任编辑: 于梦娇 韩晓红)

作者简介



晁桂梅, 博士, 工程师, 主要研究方向为食品、农产品分析检测。

E-mail: cgm880806@163.com