

QuEChERS-气相色谱-串联质谱法同时测定高粱中 16种农药残留

王 堃^{1*}, 徐意祥², 付文雯³

(1. 长江职业学院医药护理学院, 武汉 430074; 2. 武汉工程大学化工与制药学院, 武汉 430074;
3. 湖北省食品药品监督检验研究院, 武汉 430075)

摘要: **目的** 建立 QuEChERS-气相色谱-串联质谱法(gas chromatography-tandem mass spectrometry, GC-MS/MS)同时检测高粱中 16 种农药残留的分析方法。**方法** 高粱粉末加水浸润后, 加入 WondaPak QuEChERS 提取盐试剂包II均质提取, 取上清液加入 WondaPak QuEChERS 净化管III净化, 氮吹近干, 定容至 1 mL, 基质内标法定量测定。**结果** 在 0.05~1.00 $\mu\text{g/mL}$ 范围内, 各农药的线性关系良好, 相关系数(r^2)均不小于 0.998, 方法检出限为 0.00124~0.65400 $\mu\text{g/kg}$ 。在 0.01、0.10 和 0.50 mg/kg 3 个加标水平浓度下, 加标平均回收率为 78.54%~102.22%, 相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)为 1.23%~9.52% ($n=6$)。**结论** 该方法具有前处理操作简单、重复性好、灵敏度高、简化样品前处理过程、降低分析成本等优势, 适用于高粱中常用农药的高灵敏度快速检测。

关键词: 气相色谱-串联质谱法; QuEChERS; 高粱; 农药残留

Simultaneous determination of 16 kinds of pesticides residues in sorghum by QuEChERS-gas chromatography-tandem mass spectrometry

WANG Kun^{1*}, XU Yi-Xiang², FU Wen-Wen³

(1. Department of Medical Nursing, Changjiang Vocational College, Wuhan 430074, China; 2. School of Chemical Engineering & Pharmacy, Wuhan Institute of Technology, Wuhan 430074, China; 3. Hubei Institute of Food and Drug Control, Wuhan 430075, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of 16 kinds of pesticides residues in sorghum by QuEChERS-gas chromatography-tandem mass spectrometry (GC-MS/MS). **Methods** After the sorghum powder was soaked in water, the WondaPak QuEChERS extraction salt reagent pack II was added for homogenization extraction, the supernatant was added to WondaPak QuEChERS purification tube III for purification, the nitrogen was blown nearly dry, the volume was fixed to 1 mL, and the matrix internal standard method was used for quantitative determination. **Results** Each pesticide has good linear relationship in the range of 0.05–1.00 $\mu\text{g/mL}$, the correlation coefficients (r^2) of the linear regression equations were all greater than or equal to 0.998, and the limits of detection of the method were 0.00124–0.65400 $\mu\text{g/kg}$. At 3 levels of 0.01, 0.10 and 0.50 mg/kg , the average

基金项目: 全国食品工业职业教育教学指导委员会 2020 年度教育教学改革与研究课题项目(SH390)

Fund: Supported by the National Food Industry Vocational Education and Teaching Guidance Committee 2020 Education and Teaching Reform and Projects (SH390)

*通信作者: 王堃, 硕士, 副教授, 主要研究方向为药学职业教育。E-mail: 3625781604@qq.com

*Corresponding author: WANG Kun, Master, Associate Professor, Changjiang Vocational College, Wuhan 430074, China. E-mail: 3625781604@qq.com

recoveries of the addition were 78.54%–102.22%, and the relative standard deviations (RSDs) were 1.23%–9.52% ($n=6$). **Conclusion** This method has the advantages of simple pretreatment operation, good reproducibility, high sensitivity, simplified sample preparation process, and reduced analysis cost, etc, it is suitable for high sensitivity and rapid detection of common pesticides in sorghum.

KEY WORDS: gas chromatography-tandem mass spectrometry; QuEChERS; sorghum; pesticide residues

0 引言

高粱(*Sorghum bicolor* L.)是禾本科一年生草本植物, 俗称蜀黍、芦粟等^[1], 不仅产量高, 而且具有独特的耐盐碱、耐涝、耐旱等抗逆性^[2-3]。高粱营养价值丰富, 富含蛋白质^[4]、碳水化合物^[5]、膳食纤维^[6]、矿物元素^[7]等营养成分, 是我国酿酒产业的主要原料, 在我国已有大面人工种植。为提高高粱产量, 农药在其生长过程中被广泛应用于病、虫、草害等防治, 然而因存在农药的不合理使用, 高粱中存在农药污染风险。因此, 建立高粱中农药残留量的快速检测方法, 对于保证高粱的质量安全具有重要作用。

目前, 农药提取常见的方法有加速溶剂萃取、超声提取、固相萃取及 QuEChERS 方法^[8]。如今 QuEChERS 方法从最初用于蔬菜水果中农药残留检测的净化提取过程, 已发展成为一套根据样品基质不同而灵活改变的系列多农药残留前处理方法。其应用已延伸到畜产品、茶叶、烟草、粮谷等众多领域^[9], 例如王东斌等^[10]采用 QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法测定粮谷中吡啶草胺的残留; 杨松等^[11]采用新型多孔材料-QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法检测茶叶中 10 种农药残留; CHUANF 等^[12]采用优化的 QuEChERS 方法结合超高效液相色谱-串联质谱法测定水稻及其环境中吡氟美芬残留量。

本研究采用优化的 QuEChERS 法进行简单而有效的样品预处理, 结合气相色谱-串联质谱法(gas chromatography-tandem mass spectrometry, GC-MS/MS)的多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)采集方式, 建立高效的高粱多农药残留检测技术, 以期提高日常食品安全监管工作的效率, 为高粱中农药残留分析检测提供一种简单、快速、可靠的分析方法。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

高粱样品: 市售; 随机选取颗粒饱满无霉变的高粱粉碎后装入洁净的盛样容器内备用。

水为 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》规定一级水(长江职业学院); 正己烷、乙酸乙酯(色谱纯, 美国 Fisher 公司); 乙腈(色谱纯, 美国 TIDE 公司); 二氯甲烷(色谱纯)、甲苯(优级纯)(德国 Merck 公司);

WondaPak QuEChERS 提取盐试剂包II (5 g 无水 $MgSO_4$ 、2.5 g 醋酸钠)、WondaPak QuEChERS 净化管I [100 mg 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(primary secondary amine, PSA)、800 mg $MgSO_4$]、WondaPak QuEChERS 净化管II [100 mg PSA、20 mg 墨化碳黑(graphitized carbon black, GCB)、900 mg $MgSO_4$]、WondaPak QuEChERS 净化管III (450 mg PSA、450 mg C_{18} 、1000 mg $MgSO_4$)、WondaPak QuEChERS 净化管IV(400 mg PSA、400 mg C_{18} 、200 mg GCB、1200 mg $MgSO_4$)(美国 Agilent 公司); 0.22 μm 有机相微孔滤膜(天津博纳艾杰尔科技有限公司)。

环氧七氯(1000 $\mu g/mL$, 1.2 mL, 坛墨质检科技股份有限公司); 甲基对硫磷、毒死蜱、倍硫磷、灭菌磷、三唑磷、灭线磷、甲拌磷、二嗪磷、 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、五氯硝基苯、狄氏剂、异狄氏剂、联苯菊酯标准品(纯度 $\geq 98.0\%$, 德国 Dr. Ehrenstorfer 公司)。

1.2 仪器与设备

TQ8050 气相色谱-三重四极杆串联质谱仪(配 AOC-20i+s 自动进样器, 日本岛津公司); JE703 梅特勒分析天平(瑞士梅特勒-托利多公司); SPEX 液氮冷冻研磨仪(德国莱特公司); AH-30 全自动均质器(睿科集团股份有限公司); Eppendorf 5427 台式高速冷冻离心机(北京仪信网通科技有限公司); Vap Basic 旋转蒸发仪(郑州旋转蒸发仪有限公司); XT-NS2 定量氮吹浓缩仪(上海新拓分析仪器科技有限公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 标准储备液的配制

环氧七氯内标溶液的配制: 准确量取 100 μL 于 10 mL 容量瓶中, 用正己烷定容至刻度, 即得质量浓度为 10 $\mu g/mL$ 的环氧七氯储备液, 于 2~4 $^{\circ}C$ 冷藏保存。

16 种混合农药标准储备液的配制: 分别称取 10 mg 农药标准品于 100 mL 容量瓶中, 用正己烷定容至刻度, 即得质量浓度 100 $\mu g/mL$ 混合农药 A 液, 取 1 mL 混合农药 A 液于 10 mL 容量瓶中, 用正己烷定容至刻度, 即得质量浓度为 10 $\mu g/mL$ 的混合农药标准储备液, 于 2~4 $^{\circ}C$ 冷藏保存。

1.3.2 样品的制备

称取 10.0 g(精确至 0.001 g)高粱粉末样品于 50 mL 离心管中, 加入 12 mL 超纯水, 涡旋混匀, 静止 30 min 后加入 10 mL 乙腈溶液混匀, 加入 WondaPak QuEChERS 提取盐试剂包II均质 20 min, 于 6000 r/min 离心 10 min; 取上清 6 mL 于 WondaPak QuEChERS 净化管III中, 立即涡旋

5 min 后, 于 6000 r/min 离心 5 min; 取上清液 3 mL, 40 °C 氮吹浓缩至近干, 加入 0.1 mL 质量浓度为 10 µg/mL 环氧七氯内标溶液, 用乙酸乙酯定容至 1 mL, 过 0.22 µm 有机相微孔滤膜, 供 GC-MS/MS 分析。

1.3.3 仪器条件

(1) 气相色谱条件

DB-5 ms 毛细管柱(30 m×0.25 mm, 0.25 µm); 色谱柱温度: 初始温度 90 °C, 保持 1 min, 以 20 °C/min 的速率升温至 180 °C, 保持 2 min, 再以 15 °C/min 的速率升温至 280 °C, 保持 8 min; 进样模式: 不分流; 载气: 氦气, 纯度

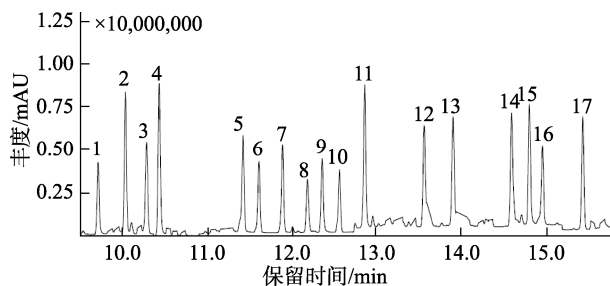
≥99.999%; 进样口温度: 280 °C; 溶剂延迟时间: 3 min; 柱流量: 1.15 mL/min; 进样量: 1 µL。

(2) 质谱条件

电离方式: 电子轰击源(electron impact, EI); 电离能量: 70 eV; 接口温度: 285 °C; 离子源温度: 290 °C; 碰撞诱导解离气: 氦气, 纯度≥99.999%; 检测器电压(相对于调谐结果): 0.5 kV; 扫描模式: MRM, 具体参数见表 1。环氧七氯内标及 16 种混合农药的总离子流色谱图(total ion chromatogram, TIC)、阳性样品中环氧七氯及 16 种混合农药的 TIC 图分别见图 1、2。

表 1 环氧七氯及 16 种农药组分 CAS 号、MRM 参数
Table 1 CAS numbers and MRM parameters of heptachlor epoxy and 16 kinds of pesticide components

序号	化合物	保留时间/min	CAS#	定量		定性	
				离子对(<i>m/z</i>)	碰撞电压/eV	离子对(<i>m/z</i>)	碰撞电压/eV
1	甲基对硫磷	8.571	298-00-0	263.0>109.0	14	263.0>246.0	6
2	灭菌磷	10.045	5131-24-8	299.0>148.0	16	299.0>130.0	26
3	二嗪磷	10.265	333-41-5	304.1>179.1	10	304.1>137.1	26
4	灭线磷	10.487	13194-48-4	200.0>158.0	6	200.0>114.0	14
5	倍硫磷	11.455	55-38-9	278.0>109.0	20	278.0>169.0	14
6	三唑磷	11.652	24017-47-8	257.0>162.0	8	257.0>134.0	22
7	甲拌磷	11.801	298-02-2	260.0>75.0	8	260.0>231.0	4
8	环氧七氯	12.165	1024-57-3	352.8>281.9	12	352.8>316.9	10
9	α-六六六	12.312	319-84-6	218.9>109.0	28	180.9>144.9	14
10	β-六六六	12.541	319-85-7	218.9>144.9	20	180.9>144.9	16
11	毒死蜱	12.812	2921-88-2	313.9>285.9	8	313.9>193.9	28
12	γ-六六六	13.534	58-89-9	218.9>109.0	28	180.9>144.9	16
13	δ-六六六	13.801	319-86-8	218.9>144.9	20	218.9>109.0	28
14	狄氏剂	14.485	60-57-1	276.9>170.0	38	276.9>172.0	38
15	五氯硝基苯	14.818	82-68-8	294.8>264.8	12	294.8>142.9	30
16	异狄氏剂	14.955	72-20-8	262.9>228.0	22	244.9>173.0	32
17	联苯菊酯	15.401	82657-04-3	181.1>153.1	8	181.1>179.1	12



注: 1. 甲基对硫磷; 2. 灭菌磷; 3. 二嗪磷; 4. 灭线磷; 5. 倍硫磷; 6. 三唑磷; 7. 甲拌磷; 8. 环氧七氯; 9. α-六六六; 10. β-六六六; 11. 毒死蜱; 12. γ-六六六; 13. δ-六六六; 14. 狄氏剂; 15. 五氯硝基苯; 16. 异狄氏剂; 17. 联苯菊酯, 下同。

图 1 环氧七氯内标及 16 种混合农药 TIC 图(1 µg/mL)

Fig.1 TIC diagrams of heptachlor epoxy internal standard and 16 kinds of mixed pesticides (1 µg/mL)

2 结果与分析

2.1 QuEChERS 前处理提取溶剂的选择

在农药残留分析中, 根据农药极性、样本性质等选择不同极性的提取溶剂, QuEChERS 法中常用到提取溶剂有正己烷、乙腈、二氯甲烷等, 本研究分别对正己烷、乙腈、二氯甲烷等溶剂提取效果进行考察。由实验结果可知, 以正己烷、乙腈、二氯甲烷分别作为 QuEChERS 法萃取溶剂时, 其平均回收率分别是 84.53%、86.45%、83.97%, 均满足 GB/T 27404—2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》参数要求。研究表明, 正己烷对有机磷类农药提取率低; 二氯甲烷毒性相对较大, 长期接触不利于实验人员的健康; 乙腈对农药溶解度较大且通用性强, 对色素和油脂

提取率低, 基质干扰少, 在农药残留分析中被美国官方分析化学师协会(Association of Official Agricultural Chemists, AOAC)所采用, 也是我国目前农药分析常用的提取溶剂, 所以选择乙腈作为 QuEChERS 法的提取溶剂。

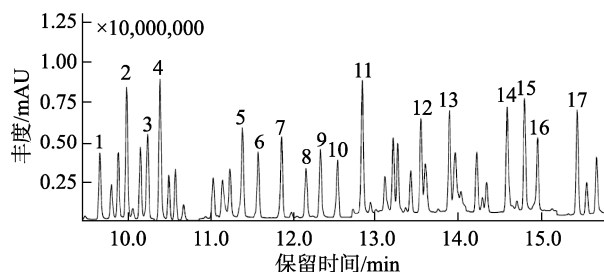


图 2 阳性样品中环氧七氯及 16 种混合农药 TIC 图(1 μg/mL)

Fig.2 TIC diagrams of heptachlor epoxy and 16 kinds of mixed pesticides in positive samples (1 μg/mL)

2.2 QuEChERS 法中净化剂的筛选

QuEChERS 方法中常用到的净化材料有 PSA、C₁₈、GCB、无水 MgSO₄ 等^[13]。净化剂对样品的净化效果对检测结果的准确性影响较大, 本研究分别考察净化管 I、净化管 II、净化管 III 和净化管 IV 4 种净化试剂盒的净化效果。由实验结果可知, 经不同 4 种净化试剂盒净化后高粱样品中 16 种农药的平均回收率分别为 84.72%、86.46%、94.87%、88.37%, 其中高粱样品提取液经净化管 III 净化后的回收率相对较高。净化管 III 中所含净化剂 PSA 能有效去除高粱样品提取液中有有机酸、少量色素和糖类杂质^[14]; C₁₈ 能有效吸附高粱样品提取液中长链脂类化合物、甾醇以及其他非极性杂质等; 无水 MgSO₄ 主要是吸附样品中多余的水分。在选择净化剂时应根据不同样品的组分差异选择合适的净化剂, 同时应尽量避免净化剂吸附待测组分^[15-16], 最终选择净化管 III 所含净化剂进行处理。

2.3 QuEChERS 法提取液净化体积的筛选

WondaPak QuEChERS 净化管 III (450 mg PSA、450 mg C₁₈、1000 mg MgSO₄) 中固定量的净化剂对不同体积高粱样品提取液的净化效果不同, 分别比较 6、8、10 mL 高粱样品提取液在 WondaPak QuEChERS 净化管 III 的净化效果, 由实验结果可知, 样品提取液在不同净化体积的平均回收率分别为 80.92%、88.11%、89.88%, 在固定量净化剂下随着净化液体积的增加大部分农药回收率逐渐增大, 随着净化液体积的增加净化后颜色较深, 虽然能保住净化后各农药的净化效果, 但是对检测仪器的离子源及色谱柱污染较大。因此, 本研究选择吸取 8 mL 提取液进行净化, 既能保证净化效果, 又对检测仪器污染较小。

2.4 方法学验证

2.4.1 线性关系与检出限

为消除基质影响, 将质量浓度 10 μg/mL 混合农药标

准储备液将按照 1.3.2 方法处理后的阴性高粱提取液稀释至质量浓度为 0.05、0.10、0.20、0.50 和 1.00 μg/mL 的系列标准工作液, 其中分别含内标环氧七氯 1 μg/mL。以目标物(农药)的质量浓度与内标物环氧七氯质量浓度的比值和对应目标物(农药)峰面积与内标物环氧七氯峰面积的比值绘制标准曲线, 峰面积比为 Y 轴, 浓度比为 X 轴, 16 种农药的线性回归方程详见表 2。以空白基质产生的 3 倍信噪比(S/N=3)计算检出限^[17-19]。16 种农药在 0.05~1.00 μg/mL 范围内线性关系良好, 相关系数 $r^2 \geq 0.998$, 检出限在 0.00124~0.65400 μg/kg 之间。

表 2 16 种农药的线性回归方程

Table 2 Linear regression equations of 16 kinds of pesticides

序号	化合物	线性回归方程
1	甲基对硫磷	$Y=21.484630X+0.30601$
2	灭菌磷	$Y=6.455081X-0.15319$
3	二嗪磷	$Y=8.775213X-0.129369$
4	灭线磷	$Y=9.257294X-0.046097$
5	倍硫磷	$Y=4.055634X-0.05216$
6	三唑磷	$Y=4.582678X-0.124278$
7	甲拌磷	$Y=14.673378X+0.08108$
8	α-六六六	$Y=4.711966X+0.080970$
9	β-六六六	$Y=5.477102X+0.34073$
10	毒死蜱	$Y=7.531564X+0.104078$
11	γ-六六六	$Y=7.317388X-0.308805$
12	δ-六六六	$Y=4.773201X+0.044115$
13	狄氏剂	$Y=7.910684X-0.025611$
14	五氯硝基苯	$Y=2.272805X-0.015722$
15	异狄氏剂	$Y=5.774264X-0.045114$
16	联苯菊酯	$Y=4.987484X+0.084156$

2.4.2 准确度与精密度

取高粱阴性样品进行加标实验, 分别向阴性高粱样品中添加 0.01、0.10 和 0.50 mg/kg 的 3 个水平农药浓度, 每个水平做 6 个平行实验, 分别以阴性样品的加标回收率、相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)考察方法的准确度、精密度^[20-22]; 由表 3 可知, 高粱中 16 种农药在 3 个加标水平的平均回收率为 78.54%~102.22%, RSDs 为 1.23%~9.52% ($n=6$), 符合 GB/T 27404—2008 及农业部公告 2386 号《农药残留检测方法国家标准编制指南》中相应参数要求, 表明所建立的检测方法科学可行, 可用于实际样品的检测。

表 3 高粱中农药的平均回收率和相对标准偏差($n=6$)
Table 3 Average recoveries and RSDs of pesticides in sorghum ($n=6$)

化合物	0.01 mg/kg		0.10 mg/kg		0.50 mg/kg	
	平均回收率/%	RSDs%	平均回收率/%	RSDs%	平均回收率/%	RSDs%
甲基对硫磷	89.25	5.12	98.45	4.12	99.23	1.24
灭菌磷	87.25	1.25	89.25	3.25	101.23	2.35
二嗪磷	86.25	6.45	89.65	5.62	86.25	6.14
灭线磷	98.25	5.24	101.23	7.26	94.26	8.45
倍硫磷	101.21	4.21	98.55	9.12	87.45	6.21
三唑磷	89.45	2.35	86.45	2.36	88.65	3.26
甲拌磷	78.54	4.15	98.77	4.51	91.26	4.56
α -六六六	88.54	7.45	95.45	3.23	89.26	9.52
β -六六六	95.25	6.58	86.44	4.57	102.22	5.45
毒死蜱	86.45	4.52	99.45	5.65	86.45	6.24
γ -六六六	101.23	6.21	100.56	5.47	89.45	1.26
δ -六六六	98.56	7.45	94.56	6.55	94.12	3.24
狄氏剂	86.45	6.12	89.56	8.35	96.54	4.25
五氯硝基苯	87.45	1.25	96.25	6.44	86.54	4.35
异狄氏剂	85.45	3.45	94.26	7.55	99.23	6.21
联苯菊酯	95.45	7.98	100.11	6.44	88.25	1.23

2.5 实际样品的检测

以上述所建立的方法测定市售 1 种高粱样品(矮抗 12 号)中 16 种农药残留, 其测定结果如表 4 所示, 由表 4 可知, 所分析的 16 种农药中有 5 种农药分析检测呈阳性, 分别是二嗪磷 0.0101 mg/kg、灭线磷 0.0312 mg/kg、甲拌磷 0.0328 mg/kg、 δ -六六六 0.0432 mg/kg、五氯硝基苯 0.0235 mg/kg, 其余 11 种农药均未检出。根据 GB 2763—2019《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》中规定农药最大残留限量(maximum residue limits, MRLs)对检测结果进行判定, 检测呈阳性的农药均未超过相关规定的最大残留限量值。

表 4 高粱样品中 16 种农药的检测结果
Table 4 Test results of 16 kinds of pesticides in sorghum samples

序号	化合物	含量/(mg/kg)	序号	化合物	含量/(mg/kg)
1	甲基对硫磷	N.D	9	β -六六六	N.D
2	灭菌磷	N.D	10	毒死蜱	N.D
3	二嗪磷	0.0101	11	γ -六六六	N.D
4	灭线磷	0.0312	12	δ -六六六	0.0432
5	倍硫磷	N.D	13	狄氏剂	N.D
6	三唑磷	N.D	14	五氯硝基苯	0.0235
7	甲拌磷	0.0328	15	异狄氏剂	N.D
8	α -六六六	N.D	16	联苯菊酯	N.D

注: N.D 表示未检出。

3 结论与讨论

本研究以高粱为研究对象, 通过对实验条件的选择和优化, 建立最优 QuEChERS 方法同时检测高粱中 16 种农药残留的分析方法, 该方法前处理操作简单、重复性好、灵敏度高, 在 0.01、0.10 和 0.50 mg/kg 的加标浓度下, 高粱样品中 16 种农药的平均回收率为 78.54%~102.22%, RSDs 为 1.23%~9.52%, 检出限在 0.00124~0.65400 μ g/kg, 完全满足日常的农药残留痕量分析工作。实验表明, 气相色谱-串联质谱法能够有效避免杂质的干扰, 尤其是分析高粱等复杂样品时, 能有效地消除基质干扰, 减少假阳性的检出率, 同时能提高分析的选择性和检测灵敏度, 简化样品前处理过程, 降低分析成本。

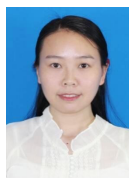
参考文献

- [1] 卢君, 唐平, 王凡, 等. 一种评价酱香型白酒酿造过程高粱蒸煮程度的技术研究[J]. 中国酿造, 2021, 40(3): 73-78.
LU J, TANG P, WANG F, et al. A technical study on the evaluation of sorghum cooking degree in the brewing process of maotai-flavor liquor [J]. China Brew, 2021, 40(3): 73-78.
- [2] 柳发财, 孙志强. 不同品种饲草高粱的综合表现及营养价值评价[J]. 畜牧与饲料科学, 2019, 40(10): 55-58.
LIU FC, SUN ZQ. Comprehensive performance and nutritional value evaluation of different varieties of forage sorghum [J]. Anim Husbandry Feed Sci, 2019, 40(10): 55-58.
- [3] SEUNG H YUN L, OMID Z, CARL R, et al. Time-dependent mechanical behavior of sweet sorghum stems [J]. J Mech Behav Biomed, 2020,

- 106(25): 256–262.
- [4] NAVEEN A, PRASHAD MS, NITNAVARE RB, *et al.* Morpho-physiological traits and leaf surface chemicals as markers conferring resistance to sorghum shoot fly (*Atherigona soccata* Rondani) [J]. *Field Crops Res*, 2020, 26(5): 1546–1552.
- [5] 冯涛, 唐海洋, 杨文祥, 等. 甜高粱凋萎青贮和混合青贮对发酵品质及营养成分保存效果的影响[J]. *南京农业大学学报*, 2019, 42(2): 352–357.
- FENG T, TANG HY, YANG WX, *et al.* The effect of sweet sorghum withered silage and mixed silage on fermentation quality and nutrition preservation effect [J]. *J Nanjing Agric Univ*, 2019, 42(2): 352–357.
- [6] 寇兴凯, 徐同成, 宗爱珍, 等. 高粱的营养价值及应用现状[J]. *安徽农业科学*, 2015, 43(21): 271–273.
- KOU XK, XU TC, ZONG AIZ, *et al.* The nutritional value and application status of sorghum [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2015, 43(21): 271–273.
- [7] 易翠平, 李艳, 姚辰, 等. 发芽白高粱的工艺优化及主要营养成分分析[J]. *中国粮油学报*, 2015, 30(6): 27–31, 42.
- YI CP, LI Y, YAO C, *et al.* Process optimization and main nutrient composition analysis of germinated white sorghum [J]. *J Chin Cere Oils Ass*, 2015, 30(6): 27–31, 42.
- [8] AGHA Y, KOWASH M, HUSSEIN I, *et al.* Fluoride concentration of commercially available infant formulae in the United Arab Emirates [J]. *Europ Arch Paed Dentist*, 2021, 15(6): 457–466.
- [9] ALESSANDRO A, WALLAUDER M, ABEEA D, *et al.* Human milk and infant formulae peptide differences and the opportunity to address the functional gap [J]. *Curr Res Food Sci*, 2020, 26(15): 689–696.
- [10] 王东斌, 汪春明. QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法测定稻谷中吡啶草胺的残留[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(9): 3799–3806.
- WANG DB, WANG CM. QuEChERS-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry to determine the residues of flaxsulam in cereals [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(9): 3799–3806.
- [11] 杨松, 刘尚可, 张俊杰, 等. 新型介孔材料-QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法检测茶叶中 10 种农药残留[J]. *分析化学*, 2021, 49(5): 207–208, 830–838.
- YANG S, LIU SK, ZHANG JJ, *et al.* New mesoporous material-QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry for the determination of 10 pesticide residues in tea [J]. *Chin J Anal Chem*, 2021, 49(5): 207–208, 830–838.
- [12] CHUANF E, CAVRINI V, RAGGI MA, *et al.* Synthesis of carboxyl functionalized microporous organic network for solid phase extraction coupled with high-performance liquid chromatography for the determination of phenols in water samples [J]. *Talanta*, 2020, 208(3): 271–276.
- [13] 黄小兰, 周祥德, 何旭峰, 等. QuEChERS 结合气相色谱-三重四极杆串联质谱法快速测定地参中 63 种农药残留[J]. *中国酿造*, 2021, 40(3): 170–176.
- HUANG XL, ZHOU YD, HE XF, *et al.* QuEChERS combined with gas chromatography-triple quadrupole tandem mass spectrometry for rapid determination of 63 pesticide residues in ground ginseng [J]. *China Brew*, 2021, 40(3): 170–176.
- [14] 阳曦, 陈慧斐, 向世杰, 等. QuEChERS-气相色谱-串联质谱法测定结球甘蓝中甲基毒死蜱农药残留不确定度评估[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(3): 1136–1141.
- YANG X, CHEN HP, XIANG SJ, *et al.* QuEChERS-gas chromatography-tandem mass spectrometry determination of uncertainty in the determination of chlorpyrifos methyl pesticide residues in cabbage [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(3): 1136–1141.
- [15] 刘建平, 骆洪, 连海飞, 等. QuEChERS 法萃取-气相色谱-三重四级杆串联质谱法检测大葱等鳞茎类蔬菜中 6 种杀菌剂的分析方法[J]. *分析仪器*, 2020, (6): 40–45.
- LIU JP, LUO H, LIAN HF, *et al.* QuEChERS extraction-gas chromatography-triple quadrupole tandem mass spectrometry analysis method for detection of 6 fungicides in green onion and other bulb vegetables [J]. *Anal Instrum*, 2020, (6): 40–45.
- [16] 司露露, 梁杨琳, 李湧, 等. QuEChERS-气相色谱串联质谱法快速测定供港蔬菜中 118 种农药残留[J]. *化学研究与应用*, 2020, 32(11): 2034–2043.
- SI LL, LIANG YL, LI Y, *et al.* QuEChERS-gas chromatography tandem mass spectrometry for rapid determination of 118 pesticide residues in vegetables for Hong Kong [J]. *Chem Res Appl*, 2020, 32(11): 2034–2043.
- [17] 李燕妹. QuEChERS-气相色谱-三重四级杆质谱法测定蜂蜜中 15 种农药残留[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(20): 7466–7471.
- LI YM. QuEChERS-gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry determination of 15 pesticide residues in honey [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(20): 7466–7471.
- [18] 傅群, 曾远, 李华勇, 等. QuEChERS-气质法测定蔬菜水果中的甲基异柳磷含量[J]. *食品工业*, 2020, 41(9): 318–320.
- BO Q, ZENG Y, LI HY, *et al.* QuEChERS-temperature method for determination of isophos-methyl in vegetables and fruits [J]. *Food Ind*, 2020, 41(9): 318–320.
- [19] 毕思远, 曹涛, 朱志强, 等. QuEChERS-气相色谱-串联质谱法测定葡萄等浆果中 7 种酰胺类杀菌剂残留量[J]. *理化检验-化学分册*, 2020, 56(9): 955–959.
- BI SY, CAO T, ZHU ZQ, *et al.* QuEChERS-gas chromatography-tandem mass spectrometry determination of 7 amide fungicide residues in grape and other berries [J]. *Phys Test Chem Anal Part B*, 2020, 56(9): 955–959.
- [20] 赵馨. QuEChERS 方法在 HPLC 测定豇豆中灭蝇胺残留量的应用研究[J]. *福建农业科技*, 2020, (8): 7–12.
- ZHAO X. Application of QuEChERS method in HPLC determination of cyromazine residues in cowpea [J]. *Fujian Agric Sci Technol*, 2020, (8): 7–12.
- [21] 叶学敏. 新型 QuEChERS 方法在果蔬农残分析中的应用研究[D]. 杭州: 浙江工业大学, 2020.
- YE XM. Application of the new QuEChERS method in the analysis of pesticide residues in fruits and vegetables [D]. Hangzhou: Zhejiang University of Technology, 2020.
- [22] LEZANA P, MAYORAL MF, LAMOTHE B, *et al.* Comprehensive ethoxymmer characterization of complex alcohol ethoxy sulphate products by mixed-mode high-performance liquid chromatography coupled to charged aerosol detection [J]. *J Chromatogr A*, 2021, 56(9): 745–754.

(责任编辑: 于梦娇 张晓寒)

作者简介



王 莹, 硕士, 副教授, 主要研究方向为药学职业教育。

E-mail: 3625781604@qq.com