QuEChERS-超高效液相色谱-串联四级杆质谱法快速检测番茄酱中 19 种常见农药残留量

陈士恒[1], 史晓梅[1], 吕岳文[2], 刘 超[2], 章 晴[1], 孙 屏[2], 杨永坛[1*]

(1. 中粮营养健康研究院, 北京市营养健康与食品安全重点实验室, 北京 102209;
2. 中粮屯河股份有限公司 研发与技术中心, 新疆 831100)

摘 要: 目的 建立同时、快速、准确检测番茄酱中 19 种常见农药残留量的超高效液相色谱-串联四级杆质谱(UPLC-MS/MS)分析方法。**方法** 番茄酱原料样品经水分散后用含 1%乙酸的乙腈超声辅助提取, 应用 GCB 和 PSA 等吸附填料进行分散式固相萃取净化, 离心后浓缩定容, 最后使用超高效液相色谱-串联四级杆质谱仪进行定性和外标法定量。**结果** 19 种农药在 0.001~0.10 mg/L 浓度范围内呈现良好线性关系, r>0.994; 在 0.010、0.050、0.10 mg/kg 三个添加浓度上回收率为 72.2%~116.8%, 相对标准偏差小于 13%, 检出限在 0.016~3.96 μg/kg。 **结论** 该方法操作简单, 快速可靠, 重复性好, 可满足国内外对番茄酱中 19 种农药检测的要求。

关键词: QuEChERS; 超高效液相色谱-串联四级杆质谱法; 番茄酱; 多农药残留; 快速检测

Simultaneous determination of 19 common pesticides residues in tomato paste by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

CHEN Shi-Heng[1], SHI Xiao-Mei[1], LV Yue-Wen[2], LIU Chao[2], ZHANG Qing[1], SUN Ping[2], YANG Yong-Tan[1*]

(1. *Beijing Key Laboratory of Nutrition Health and Food Safety*, *COFCO Nutrition & Health Research Institute*, *Beijing* 102209, *China*; 2. *Scientific Services Center*, *COFCO TunHe Co*., *Ltd*, *Xinjiang* 831100, *China*.)

ABSTRACT: Objective To develop a fast and accurate method for simultaneous determination of 19 pesticide residues in tomato paste by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** Tomato paste was firstly dispersed by water and extracted with acetonitrile containing 1% acetic acid by ultra-sonic, and the extracts were purified by dispersive solid phase extraction using GCB and PSA as the sorbents. After centrifugation and concentrated by nitrogen flushing, samples were detected by UPLC-MS/MS. **Results** The method showed a good linearity in the range of 0.001~0.10 mg/L for 19 pesticides with r >0.994. The recoveries were in the range of 72.2%~116.8% at 3 spiked levels of 0.010, 0.050, and 0.10 mg/kg for 19 pesticides, and the relative standard deviations (RSDs) were less than 13%. The limits of detections were in the range of 0.016~3.96 μg/kg. **Conclusion** The method is simple, fast and reliable, with a good repeatability, which could meet the detection requirements of these 19 pesticide residues in tomato paste

基金项目: 中粮集团公司资助项目(2012-C2-F013)

Fund: Supported by the Fundamental Research Project of COFCO Corporation (2012-C2-F013)

*通讯作者: 杨永坛, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。E-mail: yangyongtan@cofco.com

***Corresponding author:** YANG Yong-Tan, Senior Engineer, Food Quality & Safety Center, COFCO Nutrition & Health Research Institute, No.4 Road, Future Science and Technology Park South, Beiqijia, Changping, Beijing 102209, China. E-mail: yangyongtan@cofco.com.

at home and abroad. The method is suitable for quality control and food safety risk control in factory.

KEY WORDS: QuEChERS; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; tomato paste; multiple pesticide residues; fast detection

1　引　言

每年约有 70%的番茄酱从新疆出口至国外, 出口量已占世界贸易总量的四分之一, 番茄产业的发展已成为新疆的特色优势产业和支柱产业[1] 。国内生产的番茄酱产品主要以出口为主, 但近年来许多国家加强了绿色贸易壁垒, 进口国家的技术法规标准检验方法及农药残留限量等严重影响产品的出口。欧盟、日本、美国逐渐提高技术壁垒, 提高对农产品的质量技术要求[2]。其中农药残留量是最主要的贸易技术壁垒。

目前农产品中农药残留的检测方法主要包括气相色谱法[3-6], 液相色谱法[7], 气相色谱-质谱法[8,9]和液相色谱-质谱法[10]等。气相色谱法可检测有机氯和拟除虫菊酯类[4]、有机磷农药[5], 液相色谱法可检测氨基甲酸酯类农药, 它们都属于较低成本的检测方法, 但检测的种类有限。气相色谱-质谱法可检测容易气化的农药, 可通过选择离子模式扩展检测农药的种类[11,12]。液相色谱-质谱法可检测的农药范围和种类更多, 利用多重反应监测模式(multiple reaction monitoring, MRM)可在复杂基质中对目标农药实现高选择性检测。番茄酱中农药残留检测的前处理方法较多, 主要包括液液提取[13,14]、基质固相萃取[7]和 QuEChERS[9]等。其中液液萃取净化效果较差, 存在较大的基质干扰和基质效应; 基质固相萃取对样品处理需要手工研磨, 操作相对复杂, 无法实现高通量操作; 而基于分散固相萃取的 QuEChERS 方法则利用一定的吸附填料进行简单净化, 操作简单且快速, 杂质干扰较少。国内针对番茄酱中多农药残留检测方法中未见有将 QuEChERS 和超高效液相色谱-串联四级杆质谱法(UPLC-MS/MS)相结合的应用报道。

本实验利用改进的 QuEChERS 方法, 结合 UPLC-MS/MS 的高选择性和高灵敏度, 建立番茄酱中 19 种常见农药残留量的高通量检测方法。该方法采用超声辅助提取, 可实现番茄酱大批量的样品处理; 采用的净化过程只需简单的涡旋和离心; 利用空白基质匹配标准溶液, 抵消了基质效应的影响, 在 10 min 内实现所有目标农药化合物的准确定量。该方法灵敏度高, 检测通量大, 非常适合在企业的番茄酱生产过程的质量控制和农药残留风险管控。

2　材料与方法

2.1　仪器与试剂

ACQU ITY Ultra Performance 超高效液相色谱仪(Waters 公司), Xevo TQ 串联四极杆质谱仪(Waters 公司, 数据处理系统为 Masslynx 4.1); Allegra 64R 离心机(美国贝克曼公司); BSA 224S-CW 电子天平(感量 0.1 mg, 德国赛多利斯公司); SB-3200 DTDN 超声波发生器(宁波新芝生物科技股份有限公司); HGC-24A 氮吹仪(天津恒奥科技公司); QL-902 旋涡混合器(海门其林贝尔仪器制造有限公司)。

甲酸, 乙酸铵(HPLC 级, Acros Organics 公司); 乙腈、正己烷、丙酮(HPLC 级, 美国 Fisher 公司); 石墨化炭黑(GCB)和 N-丙基乙二胺固相吸附剂(PSA)(天津博纳艾杰尔公司); 无水硫酸镁、乙酸(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司); 实验用水均为超纯水(Millipore 公司);

农药标准品包括: 霜霉威、啶虫脒、霜脲氰、嗪草酮、砜嘧磺隆、甲霜灵、氯虫苯甲酰胺、烯酰吗啉、嘧菌酯、戊唑醇、吡氟氯禾灵、异丙甲草胺、噁唑菌酮、吡唑醚菌酯、茚虫威、氟吡甲禾灵、肟菌酯、烯草酮、二甲戊乐灵, 均来自德国 Dr．Ehrenstorfer GmbH 公司。

2.2　实验方法

2.2.1　标准溶液的配制

分别称取上述 19 种农药标准品 10.0 mg (精确至 0.1 mg), 用丙酮溶解并定容至 10.0 mL, 制得 1.0 mg/mL 的标准储备液, 在-20 ℃下于棕色瓶储存。

混合标准溶液: 分别移取 19 种农药标准储备液 100 μL 至 10 mL 容量瓶中, 用丙酮定容, 配成 10 mg/L 混合标准溶液。

基质匹配混合标准工作溶液: 用空白样品提取液配成不同浓度的基质匹配标准工作溶液, 用于

作标准工作曲线。基质匹配混合标准工作溶液应现用现配。

2.2.2 样品前处理

①制样: 称取约 500 g 番茄酱, 充分搅拌后备用;

②提取: 称取 5 g 样品于(准确至 0.01 g)50 mL 塑料离心管中, 加入 5 mL 超纯水, 使水和番茄酱充分混匀; 再准确加入 20 mL 含 1%乙酸-乙腈和 3 g 氯化钠, 用涡旋振荡器振荡 2 min, 加入 1 g 乙酸钠; 用超声波发生器超声辅助提取 30 min, 其中超声波发生器内装有冰袋, 防止在超声提取过程中温度上升; 加入 5 g 无水硫酸镁, 剧烈振摇, 让无水硫酸镁尽量吸附样品中的水分; 再以 5000 r/min 离心 5 min。

③净化: 提前称取混合净化剂 1.3 g(包括 50 mg GCB、250 mg PSA 和 1000 mg 无水硫酸镁)于 50 mL 离心管中, 加入上层提取液 15 mL; 将离心管在涡旋振荡器上振荡 3 min, 保证提取液和净化剂充分混匀; 之后以 5000 r/min 离心 5 min。取上层净化后的溶液过膜, 取 1 mL 放入进样瓶。

2.2.3 仪器条件

色谱条件: 超高效液相色谱条件色谱柱 Waters ACQUITY UPLC CSH C_{18} 柱(2.1 mm×100 mm .i d., 1.7 μm); 柱温 40 ℃; 样品温度 20 ℃; 进样体积 2 μL。流动相 A 为含 0.1% (体积分数)甲酸-水溶液, 流动相 B 为含 0.1% (体积分数)甲酸-乙腈, 梯度洗脱程序见表 1。流速为 0.2 mL/min。

表 1 UPLC 流动相梯度条件

Table 1 Gradient mobile phase for ultra performance liquid chromatography

时间 Time (min)	0. 1% 甲酸	0. 1% (体积分数) 甲酸-乙腈	梯度曲线
0	80%	20%	-
4	10%	90%	6
7	10%	90%	-
7.5	80%	20%	6
15	80%	20%	-

质谱条件: 采用电喷雾离子源, ESI 正模式; 毛细管电压: 3.0 kV; 电喷雾电离(ESI) 源温度: 150 ℃; 脱溶剂温度: 500 ℃; 脱溶剂气流量(氮气): 1000 L/h; 锥孔气流: 150 L/h; 碰撞气氩气: 0.15 mL/min; 光电倍增器电压: 535 V; 扫描方式: 多反应监测模式(MRM)。

2.2.4 定性与定量

定性依据: 每个农药化合物选择 1 个母离子和至少 2 个子离子, 在相同的实验条件下考察待测样品中色谱峰的保留时间与基质匹配标准溶液中某种农药化合物是否一致, 并且所选择的离子对的相对丰度与标准溶液中对应离子对的相对丰度进行比较, 若偏差满足表 2 规定的范围, 则可判定为样品中存在对应的农药成分。

表 2 定性时与离子的相对丰度相对应的最大允许偏差

Table 2 Corresponding maximum permitted tolerances at different relative abundances of the qualitative ion for qualitative analysis

相对丰度/%	最大允许偏差/%
> 50	± 20
> 20~50	± 25
> 10~20	± 30
≤ 10	± 50

定量方法: 针对每个农药化合物选择响应信号较强的离子对作为定量离子对, 通过基质匹配标准溶液用外标法定量。

3 结果和讨论

3.1 质谱参数优化

由于 Masslynx 中的 Quanpedia 库带有丰富的常见农药质谱参数集合, 大多数农药均有现成的母离子、子离子、锥孔电压和碰撞能等参数, 这些物质的质谱参数本实验直接采用。而嗪草酮、氯虫苯甲酰胺和烯草酮的质谱参数在 Quanpedia 中并未存在, 因此将采用流动注射方式, 利用 Masslynx 中的 IntelliStart 功能优化上述物质的质谱参数, 具体情况见表 3。

按照上述质谱条件和色谱条件, 19 种农药的基质匹配标准溶液色谱图见图 1。

3.2 提取方式的选择

实验中, 等质量的水用于稀释番茄酱, 使番茄酱得到充分分散, 有利于后续乙腈对农药的提取。样品前处理步骤中, 考察了振荡提取、均质提取和超声波辅助提取三种提取方式。三种方式均能达到满意回收率, 但振荡提取消耗时间较长, 一般需要 40~60 min 才能取得较好的效果; 均质提取需要人工对样品依次进行, 无法实现较高通量的操作; 而超声辅助提

表 3　19 种农药在 MRM 模式下 UPLC-MS/MS 分析的质谱参数
Table 3　Mass spectrometry parameters for the 19 pesticides by UPLC-MS /MS in MRM mode

化合物名称	最大残留限量(欧盟)* mg/kg	分子量	模式	保留时间 Min	定性/定量离子对	锥孔电压	碰撞能
霜霉威	10	188.3	ESI+	1.26	189.1>102.0/189.1>144	22	12/17
啶虫脒	0.15	222.7	ESI+	2.70	223.2>126.2/223.2>90.1	32	20/35
霜脲氰	0.2	198.2	ESI+	2.93	199.3>128.2/199.3>111.1	17	9/18
嗪草酮	0.1	214.3	ESI+	3.46	215.3>89.0/215.3>131.0	50	18/20
砜嘧磺隆	0.05	410.4	ESI+	3.48	431.9>182.1/431.9>325.1	20	10/35
甲霜灵	0.2	279.3	ESI+	3.77	280.1>220.1/280.1>192.1	15	17/13
氯虫苯甲酰胺	0.60	483.4	ESI+	4.05	484.4>453.5/484.4>286.3	20	20/10
烯酰吗啉	1	387.3	ESI+	3.98&4.07	388.1>300.9/388.1>165.0	28	20/30
嘧菌酯	3	403.4	ESI+	4.31	404.1>372.0/404.1>329.0	35	19/44
戊唑醇	0.5	307.0	ESI+	4.56	308.0>70.1/308.0>125.0	31	22/40
吡氟氯禾灵	0.05	361.5	ESI+	4.58	362.2>315.8/362.2>91.0	20	30/18
异丙甲草胺	0.05	283.8	ESI+	4.78	284.4>252.1/284.4>176.1	21	13/26
噁唑菌酮	1	374.4	ESI+	4.96	392.2>331.1/392.2>238.0	38	18/21
吡唑醚菌酯	0.3	387.8	ESI+	5.08	388.1>163.0/388.1>193.9	20	12/25
茚虫威	0.5	527.8	ESI+	5.18	528.0>203.0/528.0>150.0	40	17/23
氟吡甲禾灵	0.05	375.7	ESI+	5.2	376.0>316.1/376.0>91.1	25	32/18
肟菌酯	0.5	408.4	ESI+	5.27	409.0>186.0/409.0>145.0	25	40/16
烯草酮	1	359.9	ESI+	5.51	360.0>164.3/360.0>268.1	36	19/28
二甲戊乐灵	0.05	281.3	ESI+	5.77	282.2>212.2/282.2>194.1	25	10/15

* 欧盟关于番茄的最大残留限量值[15]

取既加快提取效率(最多只需 30 min), 同时能处理大批量样品, 无需人工操作。因此实验中使用乙腈超声辅助的方式进行提取。

3.3　净化剂的选择

QuEChERS 方法中最核心的步骤是利用涡旋方式, 让固体吸附剂充分接触提取液, 以去除溶液中的色素、脂肪酸、糖等基质共萃取物和杂质, 常用的分散净化剂包括 GCB、PSA 和 C_{18} 等吸附填料[16-18]。一般情况下, GCB 可以去除提取液的色素, PSA 可去除小部分色素和大量的糖和酸, C_{18} 则用于去除脂肪等大分子物质。番茄酱是成熟番茄果实的浓缩物, 含有大量色素、糖和酸类物质, 因此本实验的净化过程采用了 GCB 和 PSA 的组合方式。在考察净化剂用量的实验中, 发现 PSA 的增加基本不会影响 19 种农药的加标回收率, 实验最终采用 250 mg 的 PSA。而 GCB 用量增加则对嘧菌酯和噁唑菌酮的加标回收率影响较大, 这可能与它们的分子结构有关[8]。图 2 表示了不同 GCB 用量下嘧菌酯和噁唑菌酮的加标回收影响, 可以看到当 GCB 用量大于 50 mg 时两者的加标回收率就已小于 60%, 因此实验中 GCB 的用量为 50 mg。

3.4　方法的线性范围与检出限

采用 2.2 实验方法, 使用空白番茄酱样品的最终净化溶液作为基质匹配标准溶液的稀释液, 将 10 mg/L 的混合标准液逐级稀释至浓度为 0.001、0.005、0.010、0.025、0.05、0.10 mg/L 的基质匹配混合标准溶液进行测定, 以 19 种农药的质量浓度对相应的定量离子色谱峰的峰面积绘制基质匹配标准溶液工作曲线, 获得方程及相关系数。19 种农药化合物的线性关系良好, 相关系数 r 大于 0.994。以 S/N=3 计算检测方法中 19 种农药的检出限(LOD), 以 S/N=10 计算检测方法中 19 种农药的定量限(LOQ), 详见表 4。

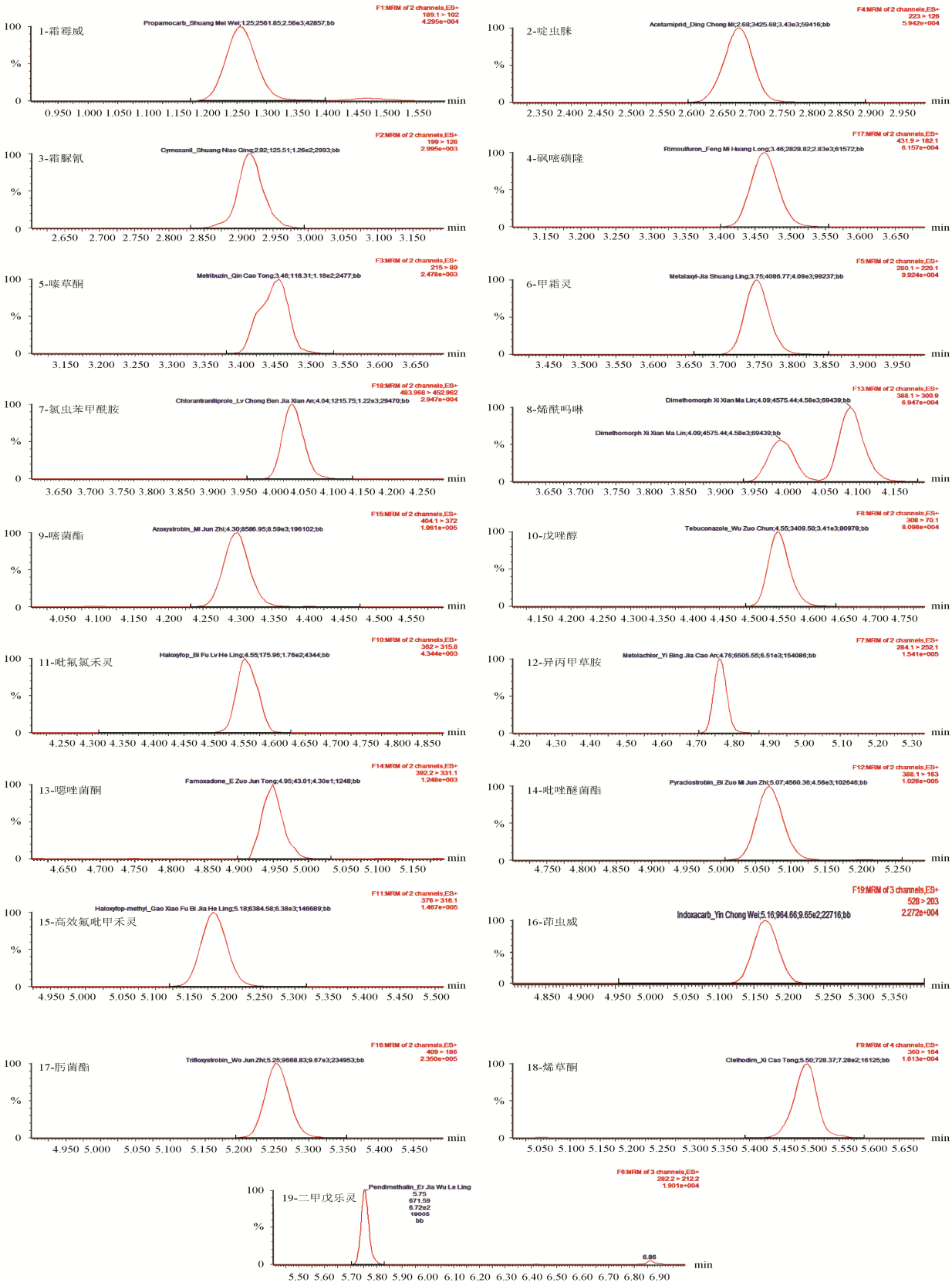

图 1 19 种常见农药的液相色谱-串联四级杆质谱 MRM

Fig. 1 MRM chromatogram of 19 kinds of carbamate pesticides

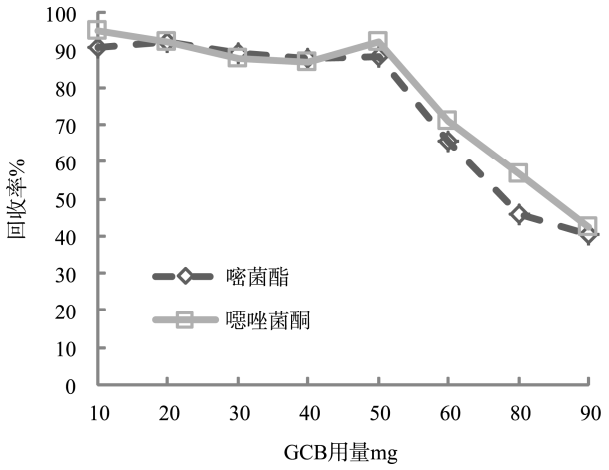

图 2　GCB 用量对嘧菌酯和噁唑菌酮回收的影响

Fig. 2　The effect of different dosage about GCB on the azoxystrobin and famoxadone recoveries

3.5　回收率和精密度实验

为验证方法的可靠性和重复性, 按照 2.2 实验方法, 分别进行三个水平的添加回收率实验, 每个水平做 5 个平行样品测定, 该方法测定番茄酱中 19 种农药的平均回收率均在 72.2%~116.8%, 相对标准偏差(RSD)小于 13%, 具体数据见表 5。

3.6　实际样品分析

利用本实验建立的方法, 对不同产季和批次的番茄酱原料样品进行 19 种农药残留量的检测, 其中有 2 个样品检出嘧菌酯, 含量分别为 0.05 mg/kg 和 0.06 mg/kg。参考欧盟对番茄中的嘧菌酯限量值, 该数值远远低于 3 mg/kg, 可以判定这些番茄酱原料是安全的, 见表 6。同时最新版中国食品中农药残留最大限量 GB 2763-2014 里并没有番茄或番茄制品关于嘧菌酯的限量值。

表 4　19 种农药化合物的基质匹配标准溶液工作曲线、相关系数、检出限和定量限

Table 4　Equations, correlation coefficients, limit of detection (LOD) and limit of quantity (LOQ) of 19 pesticides matrix-match standard solutions

序号	农药名称	线性方程	*r*	LOD (μg/kg)	LOQ (μg/kg)
1	霜霉威	*Y*=479.24*X*-43.3479	0.999	0.12	0.396
2	啶虫脒	*Y*= 601.298*X*+59.7931	0.998	0.008	0.026
3	霜脲氰	*Y*= 25.1038*X*-7.37849	0.999	1.20	3.96
4	砜嘧磺隆	*Y*= 437.618*X*+161.298	0.994	0.096	0.317
5	嗪草酮	*Y*= 26.5429*X*-0.0241273	0.996	1.20	3.96
6	甲霜灵	*Y*= 739852*X*+67.002	0.998	0.005	0.016
7	氯虫苯甲酰胺	*Y*= 225.862*X*+12.9233	0.994	0.024	0.079
8	烯酰吗啉	*Y*= 785.531*X*+181.225	0.995	0.24	0.792
9	嘧菌酯	*Y*= 1436.57*X*+848.443	0.997	0.005	0.016
10	戊唑醇	*Y*= 637.346*X*+ 14.7831	0.999	0.012	0.04
11	吡氟氯禾灵	*Y*= 32.6*X*-4.23691	0.999	0.24	0.792
12	异丙甲草胺	*Y*= 1115.85*X*+111.602	0.997	0.005	0.016
13	噁唑菌酮	*Y*= 12.7241*X*-23.8085	0.997	1.20	3.96
14	吡唑醚菌酯	*Y*= 770.61*X*+130.065	0.995	0.006	0.02
15	高效氟吡甲禾灵	*Y*= 1190.37*X*+23.2334	0.996	0.007	0.023
16	茚虫威	*Y*= 163.895*X*+47.4037	0.996	0.012	0.04
17	肟菌酯	*Y*= 1621.77*X*+284.864	0.995	0.12	0.396
18	烯草酮	*Y*= 130.706*X*-50.0195	0.999	0.08	0.264
19	二甲戊乐灵	*Y*= 146.207*X*-50.1244	0.995	0.24	0.792

表 5 19 种农药的平均加标回收率和相对标准偏差 (*n*=5)

Table 5 Average spiked recoveries and relative standard deviations (RSD) of 19 pesticides (*n*=5)

序号	农药名称	添加浓度 0.010 mg/kg	添加浓度 0.05 mg/kg	添加浓度 0.10 mg/kg
		平均回收率(RSD,%)	平均回收率(RSD,%)	平均回收率(RSD,%)
1	霜霉威	72.4(6.0)	79.5(5.5)	90.4(2.1)
2	啶虫脒	88.7(3.6)	95.4(4.9)	105.7(1.1)
3	霜脲氰	103.8(3.3)	90.5(10)	101(5)
4	砜嘧磺隆	74.3(8.3)	89.3(6.8)	99.6(2.1)
5	嗪草酮	84.0(8.2)	93.1(12.1)	116.8(6.3)
6	甲霜灵	93.2(4.2)	97.5(7.2)	110.5(3.6)
7	氯虫苯甲酰胺	87.4(10.9)	76.5(6.6)	92.5(4.7)
8	烯酰吗啉	88.4(2.2)	96.5(8.5)	115.3(4.8)
9	嘧菌酯	95.4(2.7)	88.3(9.8)	78.2(3.3)
10	戊唑醇	82.0(4.9)	78.8(2.7)	94.2(3.6)
11	吡氟氯禾灵	74.0(7.6)	72.2(6.1)	83.8(2.6)
12	异丙甲草胺	84.9(3.2)	89.6(7.8)	106.7(3.1)
13	噁唑菌酮	92.7(10.3)	92.3(4.2)	93.4(10.9)
14	吡唑醚菌酯	84.1(3.4)	72.8(7.2)	96.8(4.6)
15	高效氟吡甲禾灵	81.8(2.9)	77.7(5.7)	98.8(5.5)
16	茚虫威	75.3(5.3)	73.1(7.5)	95.8(5.8)
17	肟菌酯	88.1(5.1)	81.4(10.8)	110(4.5)
18	烯草酮	90.8(7.5)	73.5(6.7)	99.5(4.6)
19	二甲戊乐灵	93.9(3.8)	74.7(4.3)	92(4.5)

表 6 实际番茄酱品检测结果

Table 6 Determination results of real tomato paste

农药名称	番茄酱编号		欧盟番茄的限量值 mg/kg	GB 2763-2014 中番茄的限量值 mg/kg
	TP-1 mg/kg	TP-2 mg/kg		
嘧菌酯	0.05	0.06	3	-

4 结 论

建立了 QuEChERS-超高效液相色谱-串联四级杆质谱法测定番茄酱中 19 种常用农药的残留量，平均回收率为 72.2~116.8%，相对标准偏差小于 13%，检出限在 0.016~3.96 μg/kg。该方法操作简便、快速高效，成本低，具有较高灵敏度和良好的精密度，能满足欧盟相关农药最大残留量的标准要求，非常适合在相关生产企业的质检中心推广。

参考文献

[1] 李世雨，于千，尚德军. 出口番茄制品检验[M]. 北京：中国计量出版社, 2010
Li SY, Yu Q, Shang DJ. Inspection of tomato products for export [M]. Beijing: Chinese metrology press, 2010

[2] 孙加力. 新疆农产品贸易存在的问题及对策[J]. 安徽农业科学, 2010, 38(23): 12824–12826.
Sun JL. Study on the current situation, problem and measure of Xinjiang's agricultural product trade [J]. J Anhui Agric Sci, 2010,

38(23): 12824−12826.

[3] Amvrazi EG, Tsiropoulos NG. Application of single-drop microextraction coupled with gas chromatography for the determination of multiclass pesticides in vegetables with nitrogen phosphorus and electron capture detection [J]. J Chromatogr A, 2009, 1216(14) :2789−2797.

[4] 章晴, 陈士恒, 杨永坛. 分散固相萃取-气相色谱法测定茶叶中 25 种有机氯与拟除虫菊酯农药残留[J]. 分析仪器, 2013, 4: 16−22.
Zhang Q, Chen SH, Yang YT. Determination of 25 organochlorine and pyrethroid pesticide residues in tea by dispersive solid phase extraction-gas chromatography [J]. Anal Instrum, 2013, 4: 16−22.

[5] 陈士恒, 章晴, 史晓梅等. 超声提取-分散固相萃取-气相色谱法测定绿茶中有机磷类农药残留[J]. 食品科学技术学报, 2014, 32(5): 63−68.
Chen SH, Zhang Q, Shi XM, *et al*. Determination of 13 organophosphorus pesticides residues in green tea by ultrasonic assisted extraction-dispersive solid phase extraction-gas chromatography [J]. J Food Sci Technol, 2014, 32(5): 63−68.

[6] 杨永坛, 陈士恒, 史晓梅, 等. 气相色谱法快速测定茶叶中有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(8): 2500−2511.
Yang YT, Chen SH, Shi XM, *et al*. Rapid determination of multi-residues of organochlorine, pyrethroid and organophosphorus in tea by gas chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(8): 2500−2511.

[7] 周建科, 张明翠, 刘瑞英, 等. 基质固相分散-高效液相色谱法测定番茄酱中氨基甲酸酯类农药[J]. 中国调味品, 2009, 34(10): 76−78.
Zhou JK, Sun MC, Liu RY, *et al*. Determination of carbamate insecticides in the tomato jam by high performance liquid chromatography [J]. China Cond, 2009, 34(10): 76−78.

[8] 陈士恒, 章晴, 史晓梅, 等. DSPE-GC/MS 快速检测葡萄酒中 52 种农药残留[J]. 食品科学技术学报, 2014, 32(3): 14−22.
Chen SH, Zhang Q, Shi XM, *et al*. Fast determination of 52 pesticide residues in grape wine by DSPE-GC/MS [J]. J Food Sci Technol, 2014, 32(3): 14−22.

[9] 尚德军, 魏帅, 李世雨. 气相色谱法/三重四极杆质谱测定番茄酱中 72 种农药残留量[J]. 食品科学, 2013, 34(12): 237−242.
Shang DJ, Wei S, Li SY. Determination of 72 pesticide residues in tomato paste by TSQ Quantumn-GC [J]. Food Sci, 2013, 34(12): 237−242.

[10] Kong ZQ, Dong FS, Xu J, *et al*. Determination of difenoconazole residue in tomato during home canning by UPLC-MS/MS [J]. Food Control, 2012, 23(2): 542−546.

[11] Andrade GCRM, Monteiroa SH, Franciscoa JG, *et al*. Liquid chromatography–electrospray ionization tandem mass spectrometry and dynamic multiple reaction monitoring method for determining multiple pesticide residues in tomato [J]. Food Chem, 2015, 175(1): 57−65.

[12] Ozgur G, Bulent K. Evaluation of QuEChERS sample preparation and liquid chromatography–triple-quadrupole mass spectrometry method for the determination of 109 pesticide residues in tomatoes [J]. Food Chem, 2015, 176(1): 319−332.

[13] 苏敏, 李世雨, 李锋格, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法快速检测番茄酱中吡虫啉等 6 种农药残留[J]. 色谱, 2011, 29(11): 1070−1075.
Su M, Li SY, Li FG, *et al*. Rapid determination of 6 pesticide residues in tomato paste by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2011, 29(11): 1070−1075.

[14] 李锋格, 全晓盾, 窦辉, 等. 气相色谱-质谱法测定番茄酱中甲霜灵、苯霜灵、恶霜灵的残留量[J]. 中国卫生检验杂志, 2007, 17(3): 388−389.
Li FG, Quan XD, Dou H, *et al*. Determination of metalaxyl, benalaxyl and oxadixyl residues in tomato sauce by gas chromatography mass spectrometry [J]. Chin J Health Lab Technol, 2007, 17(3): 388−389.

[15] EU Pesticides database [DB/OL]. http://ec.europa.eu/sanco_pesticides/public/index.cfm?event=pesticide.residue.selection&language=EN

[16] Zhang X, Mobley N, Zhang JG, *et al*. Analysis of agricultural residues on tea using d-SPE sample preparation with GC-NCI-MS and UHPLC-MS/MS [J]. J Agric Food Chem, 2010, 58(22): 11553−11560.

[17] Charlène P, Mikaël T, Nadia Q, *et al*. Multi-residue analysis of free and conjugated hormones and endocrine disruptors in rat testis by QuEChERS-based extraction and LC-MS/MS [J]. Anal Bioanal Chem, 2012, 402(9): 2777−2788.

[18] Oscar N, Héctor G, Imma F, *et al*. Strategies for the multi-residue analysis of 100 pesticides by liquid chromatography–triple quadrupole mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2012, 1249(1): 164−180.

(责任编辑: 李振飞)

作者简介

陈士恒，研发专员，主要研究方向为食品质量与安全。
E-mail: chenshiheng@cofco.com

杨永坛，高级工程师，主要研究方向为食品质量与安全。
E-mail: yangyongtan@cofco.com

“食品化学与营养”专题征稿函

食品中成分相当复杂，有些成分是动、植物体内原有的；有些是在加工过程、储藏期间新产生的；有些是人为添加的；有些是原料生产、加工或储藏期间所污染的；还有的是包装材料带来的。食品营养是指人体从食品中所能获得的满足自身生理需要的必要的生物学过程，而食品营养学是研究食物、营养与人体生长发育和健康的关系以及提高食品营养价值的措施。食品化学就是从化学的角度和分子水平上研究食品中化学成分的结构、理化性质、营养作用、安全性及可享受性，以及各种成分在食品生产、食品加工和储藏期间的变化及其对食品营养性、享受性和安全性影响的科学，为改善食品品质、开发食品新资源、革新食品加工工艺和储运技术、科学调整膳食结构、改进食品包装、加强食品质量与安全控制及提高食品原料加工和综合利用水平奠定理论基础。

鉴于此，本刊特别策划了**“食品化学与营养”**专题，由西南大学食品科学学院副院长，西南大学“食品科学与工程”一级学科博士学位授权点、重庆市重点一级学科“食品科学与工程”和重庆市“食品科学与安全优秀教学团队”的带头人，重庆市营养学会的副理事长，重庆市营养学会营养与保健食品专业委员会的主任委员，重庆市食品安全促进会专家委员会主任委员，重庆市营养师协会副会长，国家食品药品监督管理局保健食品审评专家 **阚建全 教授** 担任专题主编，围绕 **食品中的营养成分、微量及添加成分、生理活性成分及以上各成分在食品加工、储藏过程中的次生物质的分离与分析，食品加工、储藏和运销过程对食品化学成分的影响，营养与膳食平衡、能量平衡、疾病防治的关系，食品的营养素强化与功能性食品等方面**或您认为本领域有意义的问题进行论述，计划在 2015 年 7 月份出版。

鉴于您在该领域的成就，本刊编辑部及专题主编 **阚建全 教授** 特邀请您和您的团队为本专题撰写稿件，以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。综述、实验报告、研究论文均可，请在 2015 年 6 月 10 日至 6 月 30 日前通过网站或 E-mail 投稿。我们将快速处理并优先发表。

谢谢您的参与与支持！

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.com

E-mail: jfoodsq@126.com

《食品安全质量检测学报》编辑部