

# 辛辣食物中农药残留检测方法研究-第2部分: 液相色谱-串联质谱法

徐 静, 王贵滨, 代 弟, 肖珊珊, 李 军, 王 丹, 刘慧颖, 李 妍, 曹际娟\*  
(辽宁出入境检验检疫局, 大连 116001)

**摘 要:** **目的** 建立液相色谱-串联质谱法对辣椒泥中 27 种农药残留进行快速筛查。**方法** 样品经含 1% 乙酸的乙腈提取, 分别采用基质分散固相萃取包 AOAC Pouch 和 EN Pouch 进行处理, 采用液相色谱-串联质谱法检测。**结果** 经对比发现, AOAC Pouch 萃取包所获得的回收率明显优于 ENPouch 包; 采用外标法定量, 27 种农药在 1~500  $\mu\text{g/L}$  线性范围内相关系数均可达到 0.99, 平均回收率为 40.1%~110.5%, RSD 为 1.5%~8.7%, 检出限为 0.01 mg/kg, 可满足我国对辛辣食品限量标准的检测需求。**结论** 本方法操作简便, 经济实用, 结果准确可靠, 可用于辛辣类样品的农残快速筛查。

**关键词:** 辛辣食物; 农药残留; 液相色谱-串联质谱法

## Research on analytical methods of pesticide residues in spicy food-part 2: liquid chromatography-tandem mass spectrometry

XU Jing, WANG Gui-Bin, DAI Di, XIAO Shan-Shan, LI Jun, WANG Dan, LIU Hui-Ying,  
LI Yan, CAO Ji-Juan \*

(Liaoning Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Dalian 116001, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a liquid chromatography-tandem mass spectrometry method (LC-MS/MS) for screening 27 kinds of pesticide residues in capsicum mud. **Methods** Samples were extracted with acetonitrile containing 1% acetic acid, and purified by matrix dispersion solid-phase extraction package (AOAC Pouch or EN Pouch), and then analyzed by LC-MS/MS. **Results** The recoveries indicated that AOAC Pouch was more suitable than EN Pouch. With the external standard method, the correlation coefficients of 27 kinds of pesticides could reach 0.99 in the linear ranges of 1~500  $\mu\text{g/L}$ , and the average recoveries were 40.1%~110.5% with RSDs ranged from 1.5% to 8.7%. The limits of detection for 27 pesticides were 0.01 mg/kg, which could meet the demands of detection requirements in China. **Conclusion** This method is simple, economical, practical, accurate and reliable, which can be used for determination of pesticide residues in spicy food.

**KEY WORDS:** spicy food; pesticide residues; liquid chromatography-tandem mass spectrometry

基金项目: 国家质检总局科技计划项目(2014IK113)

**Fund:** Supported by the Science and Technology Plan Projects of General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine (2014IK113)

\*通讯作者: 曹际娟, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品安全。E-mail: cjj0909@163.com

\*Corresponding author: CAO Ji-Juan, Ph.D, Researcher, Liaoning Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Dalian 116001, China. E-mail: cjj0909@163.com

## 1 引 言

随着有机化学的快速发展, 农药的种类已经越来越多, 我国于 2014 年颁布了 GB 2763-2014<sup>[1]</sup>, 对农产品中 371 种农药残留量进行了规定。辛辣类蔬菜在样品制备过程中被搅碎, 其中的活性酶促使蔬菜释放出硫化物, 这些硫化物与有机磷和有机氯类农药性质相近, 不易除去, 基质干扰严重; 而加工的辣味食品如辣椒酱, 除本身的杂质外还含有其他调味品、多种添加剂等大量不确定的干扰物质。因此辛辣食品在农残检测中对前处理要求极高<sup>[2]</sup>、分析速度慢, 且结果易受影响, 是公认的农残分析领域中最难分析的样品。目前该类蔬菜及其制品中农残的检测方法主要有气相色谱法<sup>[3-5]</sup>、气相色谱-质谱联用法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)<sup>[6-10]</sup>、高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)<sup>[11,12]</sup>及高效液相色谱-串联质谱法(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)<sup>[13-15]</sup>等, 但尚未见关于辛辣食品中多种农残的快速筛查方法。本研究针对该类样品, 开发了基质分散固相萃取-HPLC-MS/MS 筛查青椒泥中 27 种高沸点类农药的检测方法。

## 2 材料与方 法

### 2.1 仪器及试剂

乙腈(HPLC, 德国 Merck 公司), 乙酸(HPLC, Dikma 公司), 乙酸铵(> 99.995%, 分析纯, 美国 Sigma 公司), 超纯水(Millipore 纯水系统)。

测试样品: 青椒、红椒购自大连市场。

前处理材料: 基质分散固相萃取包(AOAC Pouch)、基质分散固相萃取包(EN Pouch)以上均购自 Agilent 公司。

27 种农药标准物质: 氟啶虫酰胺、氯虫苯甲酰胺、噻虫胺、啉菌胺酯、异丙菌胺、甲氧虫酰肼、噻虫啉、乙螨唑、吡螨胺、氟菌唑、氯酚双隆、噻虫嗪、双苯氟脲、苯酰菌胺、2-唑啉酯、噻唑菌胺、三环唑、啉虫脒、茚虫威、氟虫脲、霜脲氰、虫酰肼、硅氧唑、哒螨酮、氟霜唑、吡啶菌胺、吡丙醚, 纯度均大于 99%, 购自 Sigma-Aldrich 公司。

Agilent 1290 UHPLC-Agilent 6460 QQQ 液相色谱串联质谱仪(美国 Agilent 公司); Eppendorf 移液器(0.5~10、20~200、200~1000  $\mu$ L, 德国艾本德公司); Mettler Toledo 分析天平(精度 0.0001 g, 瑞士梅特勒托利多公司); TDZ5-WS 离心机(湖南湘仪公司)。

### 2.2 实验方法

#### 2.2.1 标准溶液的配制

##### (1) 标准储备溶液

分别称取 0.1 g(精确至 0.1 mg)各种农药标准物质分

别置于 100 mL 容量瓶中, 根据标准物质的溶解度选甲醇、乙腈等溶剂溶解并定容至刻度, 配制成浓度为 1 mg/mL 的标准储备溶液。

##### (2) 混合标准储备溶液

依据标准储备液的浓度, 移取 1 mL 单个农药的标准储备液于 100 mL 容量瓶中, 用乙腈定容至刻度, 得到各组分浓度均为 10  $\mu$ g/mL 的混合储备液。混合标准储备溶液避光 4  $^{\circ}$ C 保存, 可使用一个月。

#### 2.2.2 样品前处理

##### (1) 空白基质的制备

AOAC Pouch 方法: 称取 3 g 样品至 50 mL 样品管中, 加入 10 mL 水, 充分震荡使样品分散均匀, 加入 10 mL 含 1%乙酸的乙腈, 震荡 1 min, 加入提取包, 剧烈震荡 1 min, 4000 r/min 离心 10 min, 取上清液 8 mL, 加入相应净化包, 震荡 1 min, 4000 r/min 离心 5 min, 取上清液即为空白基质, 备用。

EN Pouch 方法: 步骤同上。

##### (2) 标准添加

称取 3 g 样品至 50 mL 样品管中, 加入 10 mL 水, 充分震荡使样品分散均匀, 根据具体添加水平加入适量混合标准储备溶液, 其余步骤同 2.2.1(1)。

##### (3) 基质混合标准溶液

采用 2.2.1(1)制备的空白基质, 按照曲线浓度, 采用逐级稀释的方法, 配制系列混合标准溶液。

#### 2.2.3 仪器条件

##### (1) 色谱条件

色谱柱: Poroshell 120 EC-18(3.0 mm $\times$ 150 mm, 2.7  $\mu$ m), 柱温: 35  $^{\circ}$ C, 进样体积: 5  $\mu$ L, 流速 0.4 mL/min, 流动相: A 为水, 含 0.1%甲酸及 10 mmol/L 的乙酸铵, B 为乙腈; 梯度洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱条件

Table 1 The gradient elution condition

时间/min	流动相 A 体积分数 (%)	流动相 B 体积分数 (%)
0.0	90	10
5.0	60	40
10.0	20	80
15.0	10	90

##### (2) 质谱条件

离子源: 电喷雾电离源(electrospray ionization, ESI), 正离子模式; 干燥气流量: 7 L/min; 干燥气温度: 325  $^{\circ}$ C; 鞘气流量: 11 L/min; 鞘气温度 350  $^{\circ}$ C; 毛细管电压 3000 V; 雾化器压力 40 psi; 加速电压 3 V; 扫描模式: 多反应监控(multiple reaction monitoring, MRM); 驻留时间 10 ms; MS1 和 MS2 分辨率为 Unit, 其他参数见表 2。

表2 27种农药的检测离子、碰撞能量和毛细管出口电压  
Table 2 Detection ions, collision energy and fragmentor of 27 kinds of pesticides

化合物	母离子[M+H] <sup>+</sup> ( <i>m/z</i> )	定量子离子 ( <i>m/z</i> )	碰撞能(V)	定性子离子( <i>m/z</i> )	碰撞能(V)	出口电压(V)
氟啶虫酰胺	230.06	202.9	12	98	40	115
氯虫苯甲酰胺	481.98	111.9	80	450.9	12	110
噻虫胺	250.02	169	8	131.9	8	70
唑菌胺酯	388.11	194	8	163	20	90
异丙菌胺	321.22	119	20	203	4	85
甲氧虫酰肼	369.22	149	12	313	4	80
噻虫啉	253.03	125.9	20	90	40	115
乙螨唑	360.18	112.9	72	57.1	28	130
吡螨胺	334.17	145.0	28	147.1	24	165
氟菌唑	346.1	278	4	73.1	12	80
氯酚双隆	510.99	158	20	141	60	110
噻虫嗪	292.03	211	4	181	20	85
双苯氟脲	493.0	158	16	140.9	56	120
苯酰菌胺	336.03	186.9	20	158.9	44	110
2-唑螨酯	422.21	366.1	8	214	28	115
噻唑菌胺	321.09	200	24	68.1	40	130
三环唑	190.05	135.9	32	163	24	140
啶虫脒	223.08	125.9	16	56.1	12	105
茚虫威	528.08	202.9	36	218	20	115
氟虫脲	489.05	158	16	141	56	120
霜脲氰	199.09	111	16	128.1	4	55
虫酰肼	353.23	133	16	297.1	4	75
硅氟唑	294.15	70.1	16	73.1	36	110
啶螨酮	365.15	147.1	24	309.1	8	90
氰霜唑	325.0	107.9	12	44.1	36	70
吡啶磺菌胺	465.97	226.9	16	107.9	20	100
吡丙醚	322	96	15	227	10	120

### 3 结果与讨论

#### 3.1 基质干扰的考察

基质空白溶液的总离子流色谱图见图 1, 添加水平为 0.01 mg/kg 的加标样品的总离子流色谱图见图 2, 硅氟唑加标样品的选择离子色谱图见图 3。空白基质的背景相对较小, 对待测组分基本无干扰。

#### 3.2 2种基质分散固相萃取包的效果比较

为了对前处理方法进行优化, 分别尝试了 AOAC Pouch 和 EN Pouch 2种前处理萃取包, 内含的提取和净化成分如表 3 所示。

实验对比发现, 采用 AOAC Pouch 处理包, 23种农药的回收率可高于 60%, 明显优于 EN Pouch(仅有 17种农药回收率高于 60%)。从表 3 分析, 这是因为 AOAC 净化包中

含较高含量的 GCB 和 C<sub>18</sub>EC, 可有效消除色素的影响; 而对青红辣椒样品来说, 主要的杂质干扰为色素。但高含量的吸附剂也造成了 4 种农药(三环唑、吡唑醚菌酯、2-唑啉酯和氯虫苯甲酰胺)回收率偏低, 这是因为 GCB 在吸附色素的同时也对这几种农药造成了吸附损失。综合考虑, 选择 AOAC Pouch 作为本方法的前处理解决方案, 所获得的回收率结果详见表 4。

### 3.3 方法的线性、检出限、回收率和精密度考察

采用空白基质加标的方式, 配制 1~500 μg/L 系列标准溶液, 经考察其线性相关系数均大于 0.99。

加标回收实验中关于加标量的选择参照 GB 2763-2014<sup>[1]</sup>, 最终确立在 0.01、0.02 和 0.1 mg/kg 3 个水平上进行添加, 各样品各水平重复测试 6 次, 回收率结果如表 4 所示。其中 23 种农药回收率均高于 60%。

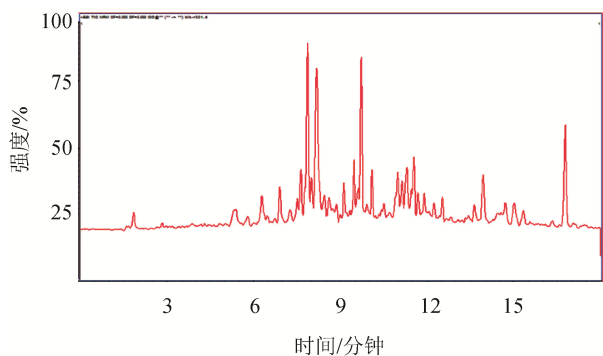


图 1 基质空白的总离子流色谱图

Fig. 1 The TIC chromatogram of blank sample

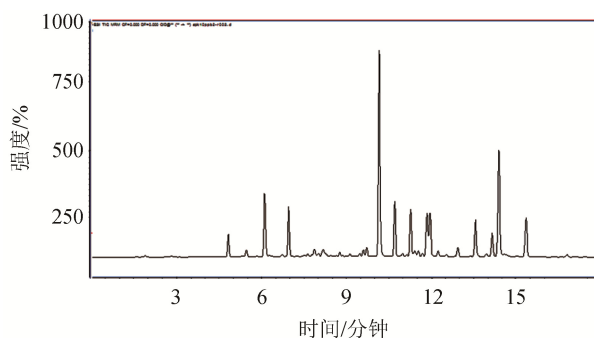


图 2 0.01 mg/kg 加标样品的总离子流色谱图

Fig. 2 The TIC chromatogram of the spiked sample (0.01 mg/kg)

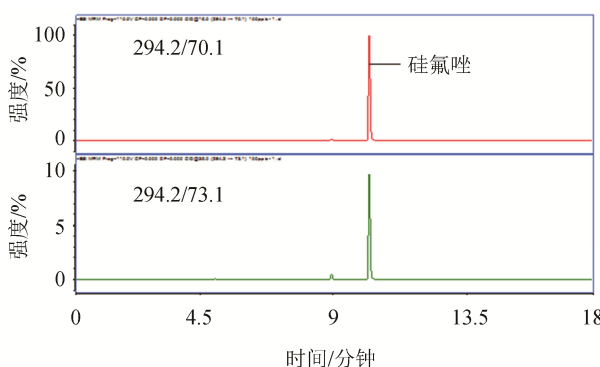


图 3 硅氟唑加标样品的选择离子色谱图(0.01 mg/kg)

Fig. 3 The SIM chromatogram of sample spiked simeconazole at 0.01 mg/kg

表 3 2 种基质分散固相萃取包的成分

Table 3 Composition of two matrix dispersion solid phase extraction packages

	提取包成分	净化包成分
AOAC Pouch 萃取包	6 g MgSO <sub>4</sub> , 1.5 g 醋酸钠	400 mg PSA, 400 mg GCB, 400 mg C <sub>18</sub> EC, 1200 mg MgSO <sub>4</sub>
EN Pouch 萃取包	4 g MgSO <sub>4</sub> , 1 g NaCl, 1 g 柠檬酸钠, 0.5 g 三水合二柠檬酸二钠	150 mg PSA, 900 mg MgSO <sub>4</sub>

表 4 27 种农药的加标回收率及精密度(n=6)

Table 4 Recoveries and RSDs of 27 kinds of pesticides (n=6)

化合物中文名	化合物英文名	添加水平 (mg/kg)	回收率(%)	RSD(%)
噻虫嗪	thiamethoxam	0.01	98.7~106.5	3.4
		0.02	97.4~105.2	4.1
		0.1	98.2~106.2	4.5
氟啶虫酰胺	flonicamid	0.01	85.9~110.5	8.6
		0.02	81.3~100.2	7.9
		0.1	80.0~104.1	8.5

续表4

化合物中文名	化合物英文名	添加水平 (mg/kg)	回收率(%)	RSD(%)
		0.01	88.0~91.1	3.2
噻虫胺	clothianidin	0.02	89.1~98.2	6.8
		0.1	89.0~102.1	7.4
		0.01	97.1~98.1	2.3
啶虫脒	acetamiprid	0.02	94.3~100.2	3.2
		0.1	94.5~101.2	4.5
		0.01	45.9~46.7	2.1
三环唑	tricyclazole	0.02	53.1~56.8	3.2
		0.1	55.1~60.2	3.5
		0.01	80.4~104.1	5.8
霜脲氰	cymoxanil	0.02	92.1~99.2	4.5
		0.1	93.0~99.1	4.3
		0.01	89.5~90.2	2.1
噻虫啉	thiacloprid	0.02	89.2~92.1	3.4
		0.1	93.9~95.3	3.2
		0.01	80.0~81.6	1.5
噻唑菌胺	ethaboxam	0.02	81.0~85.3	3.1
		0.1	82.9~85.4	2.5
		0.01	43.1~45.0	2.4
氯虫苯甲酰胺	chlorantraniliprole	0.02	42.0~43.6	3.0
		0.1	40.1~43.3	4.6
		0.01	92.6~93.5	2.5
异丙菌胺	iprovalicarb	0.02	93.2~97.2	4.7
		0.1	97.6~99.4	3.5
		0.01	83.6~84.5	1.9
硅氧唑	simeconazole	0.02	86.7~87.4	2.3
		0.1	90.4~90.7	2.4
		0.01	86.6~87.7	2.3
甲氧虫酰肼	methoxyfenozide	0.02	88.9~90.3	2.9
		0.1	91.3~93.9	3.6
		0.01	93.0~95.0	3.8
虫酰肼	tebufenozide	0.02	93.4~96.4	3.4
		0.1	89.2~91.9	3.0
		0.01	90.4~91.9	1.8
氰霜唑	cyazofamid	0.02	91.1~93.1	2.3
		0.1	92.9~93.5	2.1
		0.01	81.8~82.5	2.4
氟菌唑	triflumizole	0.02	83.4~85.4	2.9
		0.1	81.9~86.4	4.7
		0.01	87.6~90.1	3.2
苯酰菌胺	zoxamide	0.02	90.1~91.0	2.0
		0.1	89.4~89.7	1.5

续表 4

化合物中文名	化合物英文名	添加水平 (mg/kg)	回收率(%)	RSD(%)
唑菌胺酯	pyraclostrobin	0.01	40.9~49.1	6.9
		0.02	40.1~48.9	7.1
		0.1	40.8~45.3	8.0
双苯氟脲	novaluron	0.01	100.8~104.7	3.2
		0.02	90.2~93.1	3.5
		0.1	83.0~84.4	3.0
茚虫威	indoxacarb	0.01	89.6~95.5	5.6
		0.02	89.1~91.9	3.4
		0.1	92.5~96.6	3.9
吡唑磺菌胺	amisulbrom	0.01	73.1~83.4	5.7
		0.02	72.3~80.3	4.3
		0.1	83.2~87.2	5.6
氯酚双隆	lufenuron	0.01	54.4~59.2	4.5
		0.02	60.1~67.2	4.8
		0.1	62.8~71.6	6.9
吡螨胺	tebufenpyrad	0.01	76.1~76.6	2.1
		0.02	78.1~80.3	3.4
		0.1	78.5~81.4	4.2
氟虫脲	flufenoxuron	0.01	64.8~68.2	4.7
		0.02	65.3~66.9	2.5
		0.1	66.2~66.6	1.5
吡丙醚	pyriproxyfen	0.01	62.9~71.5	8.7
		0.02	72.3~74.9	3.4
		0.1	75.6~78.1	3.6
2-唑螨酯	fenpyroximate	0.01	44~45.7	2.0
		0.02	45.2~46.7	2.3
		0.1	42.6~46.2	4.5
乙螨唑	etoxazole	0.01	87.3~89.8	3.7
		0.02	88.1~89.9	2.7
		0.1	84.7~88.1	4.0
哒螨酮	pyridaben	0.01	71~73.6	3.2
		0.02	74.1~75.9	2.3
		0.1	71.6~76.5	5.7

按照最小添加回收水平计算检出限 (limit of detection, LOD), 27 种农药的检出限均为 0.01 mg/kg。

### 3.4 实际样品的测定

从大连市场分批购买青、红辣椒样品各 6 批, 对其中的 27 种农药进行检测, 其中的第 1、4 批青辣椒检出虫酰肼, 但其含量均低于本方法的检出限 0.01 mg/kg, 且未超

出我国限量标准, 其他批样品农药均未检出。

## 4 结 论

本研究建立了 QuEChERS-HPLC-MS/MS 测定辣椒中 27 种农药残留量的方法, 检出限均达到 0.01 mg/kg, 其中 4 种农药(三环唑、吡唑醚菌酯、2-唑螨酯、氯虫苯甲酰胺)

回收率较低,但结合相应化合物的信噪比和我国现行限量标准 GB 2763-2014<sup>[1]</sup>,可满足快速筛查的需求。本方法简便快速,准确性好,操作步骤少,可适用于青、红辣椒的农药筛查检测。

#### 参考文献

- [1] GB 2763-2014 食品安全国家标准 食品中最大农药残留限量 [S]. GB 2763-2014 National food safety standard-Maximum residue limits for pesticides in food [S].
- [2] 吴先伟,沈军卫,刘立鹏,等. GC-MS/MS 测定大蒜中 17 种有机氯农药 [J]. 中国仪器仪表, 2012(增刊): 59-61.  
Wu XW, Shen JW, Liu LP, *et al.* Determination of 17 kinds of organochlorine pesticides in garlic using GC-MS/MS [J]. China Instrum (Suppl): 59-61.
- [3] 耿平兰,程化鹏,张倩,等. GC-MS 法测定辣椒油中 16 种邻苯二甲酸酯 [J]. 广州化工, 2013, 41(10): 156-158.  
Geng PL, Cheng HP, Zhang Q, *et al.* Detection of 16 kinds of phthalic acid esters in oil peppers by GC-MS [J]. Guangzhou Chem Ind, 2013, 41(10): 156-158.
- [4] 应兴华,徐霞,胡敏骏,等. 毛细管气相色谱法测定韭菜中 13 种有机磷农药残留的研究 [J]. 分析测试学报, 2009, 28(10): 1185-1188.  
Ying XH, Xu X, Hu MJ, *et al.* Determination of thirteen organophosphate pesticides residue in Chinese chive by capillary gas chromatography [J]. J Instrum Anal, 2009, 28(10): 1185-1188.
- [5] 高志杰. 气相色谱法测定韭菜中五氯硝基苯残留研究 [J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(4): 635-636.  
Gao ZJ. Determination of pentachloronitrobenzene in leek by gas chromatography [J]. Chin J Health Lab Technol, 2008, 18(4): 635-636.
- [6] 梅文泉,黎其万,黄司思,等. 加热处理-气相色谱法测定韭菜中有机磷农药残留量 [J]. 分析实验室, 2006, 25(8): 42-44.  
Mei WQ, Li QW, Huang SS, *et al.* Determination of organophosphorus pesticide residues in leeks by chromatography with heat treatment [J]. Chin J Anal Lab, 2006, 25(8): 42-44.
- [7] 李莉,郑尊涛,孙大利,等. 固相萃取-气相色谱-质谱法测定韭菜中 16 种农药残留 [J]. 农药学报, 2011, 13(5): 509-513.  
Li L, Zheng ZT, Sun DL, *et al.* Determination of sixteen pesticide residues in leek by solid phase extraction and gas chromatography with mass spectrum [J]. Chin J Pest Sci, 2011, 13(5): 509-513.
- [8] 李建军,朱莉萍. 辛辣蔬菜中有机磷农药残留测定方法的探讨 [J]. 中国测试技术, 2008, 34(1): 122-124.  
Li JJ, Zhu LP. Determination of organophosphorus residues in pungent vegetable [J]. China Meas Technol, 2008, 34(1): 122-124.
- [9] 姚伟琴,李锋格,李晓岩,等. 气相色谱-质谱法同时测定脱水洋葱中 11 种农药残留量的研究 [J]. 中国卫生检验杂志, 2012, 22(5): 1003-1005, 1008.  
Yao WQ, Li FM, Li XY, *et al.* Determination of 11 kinds of pesticide residues in dewatering onions by Gas Chromatography Mass Spectrometry [J]. Chin J Health Lab Technol, 2012, 22(5): 1003-1005, 1008.
- [10] 纪淑娟,刘长江,佐藤元昭,等. 用气-质联用技术检测葱、蒜、韭菜中多种农药残留时试样预处理方法 [J]. 理化检验-化学分册, 2006, (42): 914-917.  
Ji SJ, Liu CJ, Zuo Teng YZ, *et al.* The method of sample-pre treatment in the determination of residual pesticides in onion, garlic, and chives by hyphenation of gas chromatography and mass spectrometry [J]. Chem Anal Part B, 2006, (42): 914-917.
- [11] 马晓东,李重九. 大蒜中农药多残留分析方法研究 [J]. 质谱学报, 2013(4): 49-50.  
Ma XD, Li CJ. Study on multi-residue analysis of insecticides in garlic [J]. J Chin Mass Spectr Soc, 2000, 21(3,4): 49-50.
- [12] Takashi I, Tomomi O, Eiki W. Water-based extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry analysis of neonicotinoid insecticides and their metabolites in green pepper/tomato samples [J]. J Agric Food Chem, 2014, 62(13): 2782-2789.
- [13] 苏剑锋,赵建晖,熊刚,等. 超高效液相色谱-串联质谱法快速测定葱、姜、蒜与辣椒酱中的 66 种有机磷农药残留 [J]. 分析测试学报, 2011, 30(10): 1094-1099.  
Sui JF, Zhao JH, Xiong G, *et al.* Determination of 66 organophosphorus pesticides residues in green onion, ginger, garlic and chili paste by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2011, 30(10): 1094-1099.
- [14] 周长民,徐宜宏,张侃,等. 气相色谱-三重四极杆串联质谱法测定圆葱中 134 种农药的多残留 [J]. 福建分析测试, 2014, 23(4): 5-15.  
Zhu CM, Xu YH, Zhang K, *et al.* Multi residues simultaneous determination study of 134 pesticides in onion by gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Fujian Anal Test, 2014, 23(4): 5-15.
- [15] 胡巧茹,周长鹏,张玉春,等. 高效液相色谱-串联质谱法测定辣椒及辣椒制品中金刚烷胺残留 [J]. 分析测试学报, 2014, 33(10): 1184-1188.  
Hu QR, ZHOU CP, Zhang YC, *et al.* Determination of amantadine residues in pepper and pepper products by high performance liquid chromatography coupled with tandem mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2014, 33(10): 1184-1188.

(责任编辑:姚菲)

#### 作者简介



徐静,博士,高级工程师,主要研究方向为食品安全色谱检测。  
E-mail: jingxu99@163.com



曹际娟,研究员,主要研究方向为食品安全检测。  
E-mail: cjj0909@163.com