

超高效液相色谱-串联质谱法同时测定梨中 22 种农药残留

迟梦宇^{1,2,3}, 陈子雷^{1,2,3}, 郭长英^{1,2,3}, 丁蕊艳^{1,2,3}, 方丽萍^{1,2,3}, 张文君^{1,2,3},
毛江胜^{1,2,3}, 李慧冬^{1,2,3*}

(1. 山东省农业科学院农业质量标准与检测技术研究所, 济南 250100; 2. 农业农村部农产品质量安全风险评估实验室, 济南 250100; 3. 山东省食品质量与安全检测技术重点实验室, 济南 250100)

摘要: 目的 建立一种超高效液相色谱-串联质谱法测定梨中苯酰菌胺、吡蚜酮、氟虫脲等 22 种农药残留的分析方法。**方法** 样品经过高速匀浆后加入乙腈进行提取, 采用 ReproSil 100 C₁₈ 柱(150 mm×2.1 mm, 5 μm), 流速为 0.3 mL/min, 柱温为 35 °C 进行分离, 应用超高效液相色谱-串联质谱正离子模式下的多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)扫描进行定性定量分析。**结果** 在浓度测定范围 0.010~0.20 mg/L 内, 22 种农药均成线性关系, 相关系数(r^2)为 0.9709~0.9998。在 0.010、0.050、0.10 mg/kg 3 个添加水平下, 22 种化合物的回收率为 71.4%~106.7%, 相对标准偏差为 0.7%~9.9%; 检出限为 0.90~4.6 μg/kg, 方法定量限 3.0~15.4 μg/kg。在实际梨样品检测到 5 种农药残留。**结论** 此方法简便快速、准确度高, 可用于梨样品中 22 种农药残留的测定。**关键词:** 超高效液相色谱-串联质谱法; 梨; 同时测定; 农药残留

Simultaneous determination of 22 kinds of pesticide residues in pear by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

CHI Meng-Yu^{1,2,3}, CHEN Zi-Lei^{1,2,3}, GUO Chang-Ying^{1,2,3}, DING Rui-Yan^{1,2,3},
FANG Li-Ping^{1,2,3}, ZHANG Wen-Jun^{1,2,3}, MAO Jiang-Sheng^{1,2,3}, LI Hui-Dong^{1,2,3*}

(1. Institute of Agricultural Quality Standards and Testing Technology, Shandong Academy of Agricultural Sciences, Jinan 250100, China; 2. Agricultural Product Quality and Safety Risk Assessment Laboratory, Ministry of Agriculture and Rural Areas, Jinan 250100, China; 3. Shandong Key Laboratory of Food Quality and Safety Testing Technology, Jinan 250100, China)

ABSTRACT: Objective To develop an analytical method based on ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) to analyze 22 kinds of pesticide residues of zoxamide, pymetrozin, flufenoxuro and so on. **Methods** The samples were homogenized at high speed and extracted with acetonitrile, and separated by ReproSil 100 C₁₈ (150 mm×2.1 mm, 5 μm) chromatographic column, with the flow rate of 0.3 mL/min and column temperature of 35 °C, and were quantified by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry in a positive ion multiple reaction mode. **Results** The result showed that excellent linear

基金项目: 山东省自然科学基金项目(ZR2016YL027)、国家现代农业产业技术体系项目(CARS-28-23)

Fund: Supported by the Natural Science Foundation Shandong (ZR2016YL027) and National Modern Agricultural Industry Technology System (CARS-28-23)

*通讯作者: 李慧冬, 研究员, 主要研究方向为农产品质量安全与营养品质评价。E-mail: lihuidong8066@163.com

*Corresponding author: LI Hui-Dong, Professor, State Key Laboratory of Quality and Safety of Agricultural Products and Evaluation of Nutritional Quality, No. 202 Industrial North Road, Jinan 250100, China. E-mail: lihuidong8066@163.com

relationships for 22 pesticides were observed in the concentration range of 0.01-0.2 mg/L with the regression coefficients of 0.9709-0.9998. Under the 3 spiked levels of 0.010, 0.050 and 0.10 mg/kg, the average recovery rates of 22 pesticides were in the range of 71.4%-106.7%, with relative standard deviations of 0.7%-9.9%. The limits of detection and limits of quantitation were 0.90-4.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$ and 3.0-15.4 $\mu\text{g}/\text{kg}$, respectively. Totally 5 pesticide residues were detected in pear samples. **Conclusion** The method is simple, rapid and accurate, which can be used for the determination of 22 pesticide residues in pear samples.

KEY WORDS: ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; pear; simultaneous determination; pesticides residue

1 引言

梨, 汁多味美, 甜中带酸, 含有多种维生素和纤维素。不仅可以生食, 在医疗上也有一定的功效, 营养价值和经济价值高。山东省地处暖温带季风气候区, 是梨的主要种植大省, 它的栽培面积在山东省位居第三, 仅次于苹果和桃子^[1]。但在种植过程中, 为了降低病虫害如梨黑星病、梨锈病、梨根癌病、梨大食心虫等对梨品质的影响^[2], 农药的大量重复使用导致梨中农药残留超标的风险大, 使梨质量安全受到严重的威胁。建立快速、高效、可靠、安全的农药残留检测技术是近年来的一个研究热点^[3,4]。

目前, 农药残留检测方法主要有气相色谱法^[5-8]、高效液相色谱法^[9-11]、气相色谱-质谱联用法^[12]、高效液相色谱-质谱联用法等^[13-20], 但是单一的气相色谱法、液相色谱法检测耗时长、干扰介质多, 精密度和准确性也比较低。而气相色谱质谱联用仪和高效液相色谱质谱联用仪大大提高了检测效率和检测数据的准确度。已广泛运用在农药残留的检测当中。李海畅等^[12]通过气相色谱质谱联用仪建立了同时检测辣椒中 33 种农药的检测方法; 张海燕^[21]通过超高效液相色谱-串联质谱法建立了同时检测番茄和香梨中 9 种农药的检测方法; 李强等^[3]利用超高效液相色谱-串联质谱法建立了同时检测豇豆中 8 种农药残留的检测方法; 陈楠等^[22]也利用三重四级杆液质联用仪, 建立了一种检测草莓中多种农药残留的方法。但是利用超高效液相色谱-串联质谱法(ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)同时测定梨中多种农药残留的报道还很少。本研究通过采用 UPLC-MS/MS 建立了同时测定梨生产中常用的 22 种农药的检测方法, 为快速、有效检测梨中农药残留提供参考。

2 材料与方 法

2.1 材料、试剂与仪器

2.1.1 材料与试剂

梨样品为济南市场抽检样品, 样品采用四分法取样后

用榨汁机搅碎, 于-20 °C下密封保存待测。

苯酰菌胺(zoxamide)、吡蚜酮(pymetrozin)、氟虫脲(flufenoxuron)、二甲戊灵(pendimethalin)、氟菌唑(triflumizole)、己唑醇(hexaconazole)、精噁唑禾草灵(fenoxaprop-ethyl)、喹禾灵(quizalofop-ethyl)、乙基多杀菌素(spinetoram)、甲萘威(carbaryl)、噻菌灵(thiabendazole)、霜霉威(propamocarb)、烯唑醇(diniconazole)、乙氧氟草醚(oxyfluorfen)、杀虫脒(chlordimeform)、噻嗪酮(buprofezin)、阿维菌素(abamectin)、吡虫啉(imidacloprid)、啉虫脒(acetamiprid)、肟菌酯(trifloxystrobin)、克百威(carbofuran)、丁硫克百威(carbosulfan)(标准品质量浓度为 100 mg/L, 纯度 > 98%, 天津阿尔塔科技有限公司); 甲醇、乙腈和甲酸(色谱纯, 美国赛默飞世尔科技公司); 试验用水为娃哈哈纯净水, 其余分析纯试剂均购自国药集团化学试剂有限公司。

2.1.2 主要仪器设备

Agilent 6460 三重四级杆液相色谱质谱联用仪(美国安捷伦公司); ReproSil 100 C₁₈ 色谱柱(德国 Dr.Maisch GmbH 公司); 匀浆机、漩涡混合器(德国 IKA 公司); 离心机(力康生物医疗科技控股有限公司力康); 电子天平(德国赛多利斯科学仪器公司); 0.22 μm 的有机滤膜(江苏绿盟科技有限公司)。

2.2 试验方法

2.2.1 样品前处理

称取 10 g 样品于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 乙腈, 匀浆 3 min。称取 5 g 氯化钠, 加入到离心管中, 上下颠倒混匀。1000 r/min 离心 1 min; 准确移取 1 mL 上清液于 5 mL 离心管中, 加入 1 mL 甲醇水(甲醇:水=1:1, V:V); 漩涡 1 min。0.22 μm 的有机滤膜过滤至进样小瓶, 待测。

2.2.2 分析条件

(1) 色谱条件

色谱柱 ReproSil 100 C₁₈ (150 mm×2.1 mm, 5 μm); 流速: 0.3 mL/min; 柱温: 35 °C; 进样量: 10 μL ; 梯度洗脱程序见表 1, 总运行时间为 15 min。

表 1 流动相梯度洗脱程序
Table 1 Gradient elution program of mobile phase

时间/min	流速 (mL/min)	流动相/%	
		A 液 0.1%甲酸水	B 液 甲醇
0.00	0.3	90	10
1.5	0.3	90	10
2.5	0.3	75	25
4	0.3	45	55
7	0.3	5	95
14	0.3	5	95
15	0.3	90	10

(2)质谱条件

电喷雾正离子源(electrospray ionization, ESI+); 扫描方式: 多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM); 干燥气温度(gas temperature): 350 °C; 干燥气流量(gas flow): 8 L/min; 鞘气温度(sheath gas temperature): 375 °C; 鞘气流量(sheath gas flow): 11 L/min; 毛细管电压(capillary voltage): 4000 V; 雾化气压力(nebulizer): 35 psi; 喷嘴电压(nozzle voltage): 500 V; Agilent Mass Hunter 7.0 用于仪器控制, 数据采集与分析^[23]。采用多反应监测(MRM)扫描模式。

2.2.3 标准溶液的配制及标准曲线的绘制

用梨空白样品提取液将混合标准品分别稀释至 0.010、0.020、0.050、0.10、0.20 mg/L 混合标准溶液, 使用液质联用仪按 2.2.2 的分析条件进行测定分析。以各组分定量离子色谱峰面积作为纵坐标, 标样浓度作为横坐标, 进行线性回归处理。

2.2.4 添加回收试验

称取 18 个梨空白样品各 10 g, 向空白样品中添加 0.010、0.050、0.10 mg/kg 3 个水平浓度的 22 种混合标准溶液, 按照 2.2.1 的前处理方法和 2.2.2 的分析条件测定, 每个水平浓度重复 3 次, 计算添加回收率和相对标准偏差。

3 结果与分析

3.1 质谱条件优化

0.1 mg/L 的混合标准溶液在 ESI+的模式下, 通过全扫描模式对 22 种化合物的母离子进行扫描, 通过优化去簇电压得到响应值较高的分子离子峰。对获得 22 种化合物的母离子进行二级质谱扫描, 在子离子扫描模式下, 通过优化碰撞能确定性和定量离子碎片并使其响应值最大。其中信号强度较大的碎片离子用于定量分析。在 MRM 监测模式下通过优化碰撞能和去簇电压获得最佳质谱参数见表 2 及色谱图 1。

表 2 22 种农药质谱参数
Table 2 Mass spectrum parameters of 22 pesticides

农药种类	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	保留时 间/min	去簇电 压/V	碰撞能 (V)
阿维菌素	895.5	449.2*	9.1	190	50
		751.3			45
苯酰菌胺	336	187*	10.0	110	17
		159			40
吡虫啉	256.1	209*	7.0	100	8
		175			8
吡蚜酮	218	105*	5.2	120	20
		79			20
啉虫脒	223	126*	7.3	90	20
		90.1			35
丁硫克 百威	381.1	118*	9.8	80	15
		160			15
二甲戊灵	282.3	212*	11.0	95	8
		194			13
氟虫脒	489.1	158.1*	10.5	139	13
		141			53
氟菌唑	346	278.1*	10.0	87	5
		73.1			9
甲萘威	202.1	145*	8.5	70	5
		126.9			25
精恶唑 禾草灵	362	288*	10.3	100	15
		244			15
己唑醇	314	70*	10.0	120	20
		159			20
克百威	222	165.1*	8.3	100	10
		123.1			20
啶禾灵	373.1	299.1*	10.5	139	13
		271.1			25
噻菌灵	202	175*	6.7	120	30
		131			30
噻嗪酮	306	201*	10.5	120	10
		116			15
杀虫脒	197.1	117*	6.7	120	25
		89			50
霜霉威	189	102*	5.8	22	17
		144			24
肟菌酯	409	186*	9.9	120	10
		206			15
烯唑醇	326	70*	10.0	120	25
		159			30
乙氧氟 草醚	362.1	316.1*	10.3	120	8
		236.9			25
乙基多 杀菌素-J	748.6	142.3*	9.1	130	40
		98.1			55
乙基多 杀菌素-L	760.6	142.3*	9.2	149	39
		98.1			55

注: *定量离子。

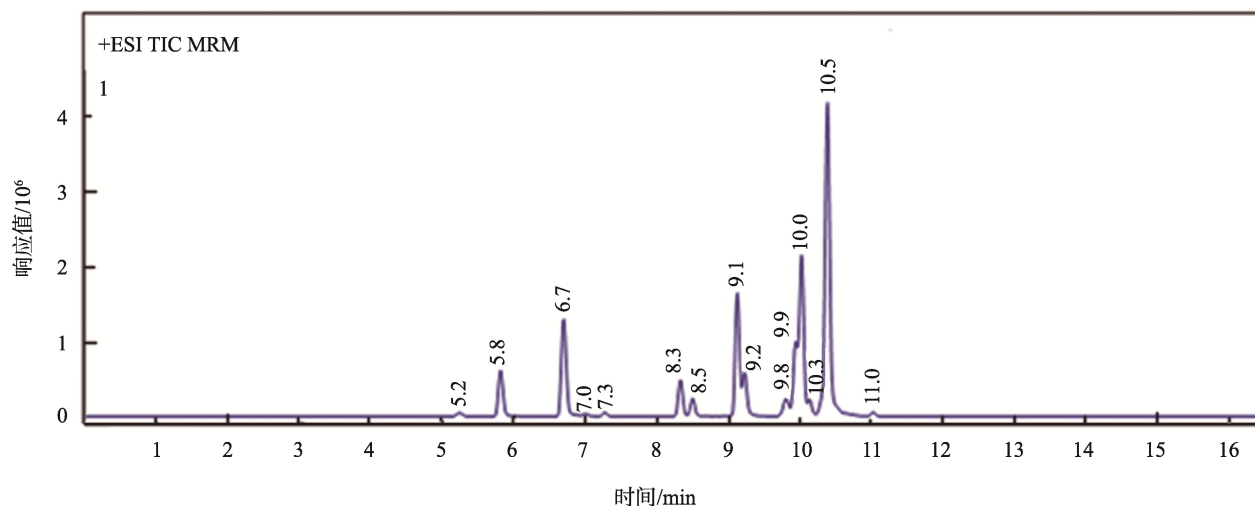


图 1 22 种农药混合标准溶液色谱图

Fig.1 Chromatogram of standard mixtures of 22 pesticides

3.2 液相条件优化

流动相的组成与洗脱条件对化合物的出峰时间、峰型等都有一定的影响。为了提高化合物的电离效率、改善峰型,在纯水中加入了 0.1%的甲酸^[12],各化合物的响应值有所提高。试验中比较了甲醇-0.1%甲酸水和乙腈-0.1%甲酸水对各化合物分离度的影响,使用乙腈-0.1%甲酸水使其出峰较快,各化合物之间的分离度有所下降,且乙腈易形成聚合物影响进液。故采用甲醇-0.1%甲酸水作为流动相。为了避免甲醇浓度高造成的出峰过快,在梯度洗脱过程中降低有机相起始比例,避免杂质峰影响,提高分离度,以获得灵敏度高、峰型良好的色谱峰。

3.3 线性关系检验

22 种农药在 0.010~0.20 mg/L 浓度范围内,各化合物定量离子峰面积与浓度均成线性关系,相关系数(r^2)为 0.9709~0.9998。此方法可用于梨中 22 种农药的定性定量分析。回归方程及线性相关系数(r^2)见表 3。

3.4 添加回收率和精密度

称取 18 份梨空白样品进行加标回收实验,添加水平为 0.010、0.050、0.10 mg/kg,每个加标水平作 3 次平行,得到的回收率和精密度($n=6$)见表 4。从结果中可看出,该方法的回收率为 71.4%~106.7%,精密密度为 0.7%~9.9%,该方法的精密度和准确度良好,能够满足定性定量分析要求。以 3 倍信噪比计算 22 种农药的检出限,以 10 倍信噪比计算 22 种农药的方法定量限。22 种农药的检出限为 0.90~4.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$,方法定量限为 3.0~15.4 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (见表 4)。

3.5 实际样品检测

采用本研究建立的方法对济南市场抽取的 100 个梨样品进行检测,检出吡虫啉、啉虫脒、噻嗪酮、肟菌酯和

表 3 22 种农药的标准曲线方程与相关系数
Table 3 Linear regression equations and correlation coefficients of 22 pesticides

农药	线性回归方程	相关系数(r^2)
阿维菌素	$Y=420.6X+1511.4$	0.9992
苯酰菌胺	$Y=3683.1X+35446$	0.9881
吡虫啉	$Y=609.2X+624.98$	0.9998
吡蚜酮	$Y=2787.9X-1105.2$	0.9998
啉虫脒	$Y=1362.2X+9363.6$	0.9954
丁硫克百威	$Y=8800.2X+73374$	0.9957
二甲戊灵	$Y=4191.9X+26704$	0.9950
氟虫脒	$Y=2667.4X+20151$	0.9948
氟菌唑	$Y=61822X+189973$	0.9986
甲萘威	$Y=6422.8X+23250$	0.9974
精恶唑禾草灵	$Y=5001.1X+95307$	0.9709
己唑醇	$Y=19498X+93781$	0.9983
克百威	$Y=9909.1X+51021$	0.9964
啉禾灵	$Y=4417X+68426$	0.9857
噻菌灵	$Y=23753X+156318$	0.9946
噻嗪酮	$Y=79910X+935610$	0.9902
杀虫脒	$Y=9668X+39494$	0.9976
霜霉威	$Y=16131X+5766.7$	0.9996
肟菌酯	$Y=16185X+86957$	0.9948
烯唑醇	$Y=7471.9X+117723$	0.9835
乙氧氟草醚	$Y=59.885X+985.77$	0.9792
乙基多杀菌素-J	$Y=45272X+157027$	0.9971
乙基多杀菌素-L	$Y=15623X+48399$	0.9964

表4 梨中22种农药检出限、定量限、回收率和精密度($n=6$)
Table4 Limits of detection and quantitation, recoveries and relative standard deviations of 22 pesticides ($n=6$)

农药	0.010 mg/kg		0.050 mg/kg		0.10 mg/kg		检出限 /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	定量限 /($\mu\text{g}/\text{kg}$)
	回收率/%	精密度/%	回收率/%	精密度/%	回收率/%	精密度/%		
阿维菌素	73	5.4	85	5.4	99.1	3.5	3.0	10.0
苯酰菌胺	82.5	1.5	95.6	4.9	100.4	6.5	1.1	3.8
吡虫啉	86.9	1.6	96.9	6.7	100.6	0.7	1.4	4.6
吡蚜酮	97.4	7.4	92	5.5	98	6.2	0.98	3.2
啶虫脒	95.5	5.7	98.2	2.1	96.1	3.8	2.0	6.8
丁硫克百威	94.8	5.2	82.9	4.8	85.2	5.0	1.1	3.6
二甲戊灵	89.8	2.2	94.7	6.7	102	7.6	1.4	4.6
氟虫脲	91.7	1.4	92.8	7.5	106.7	7.9	1.1	3.7
氟菌唑	78.8	1.3	92.8	3.9	89.9	3.3	1.3	4.5
甲萘威	80.4	6.9	86.6	2.1	100.9	7.7	0.92	3.1
精恶唑禾草灵	71.4	9.9	78.5	7.0	85.7	0.7	1.7	5.6
己唑醇	84.2	1.3	90.1	0.7	99.3	4.6	1.4	4.5
克百威	90.1	9.5	98.3	6.5	93.7	6.9	1.0	3.4
啗禾灵	82.4	1.5	90.6	7.2	93.2	7.9	2.3	7.5
噻菌灵	82.5	2.1	93.1	3.6	108	7.6	0.92	3.0
噻嗪酮	90	3.1	94.1	6.7	87.1	5.6	0.90	3.1
杀虫脒	93	8.4	93.8	4.7	91.3	3.5	1.4	4.8
霜霉威	91.9	1.2	85.2	6.6	104	0.8	0.94	3.1
肟菌酯	98.9	2.1	95.8	2.3	101	6.7	1.2	3.9
烯唑醇	93.1	4.1	91.7	6.7	96.9	7.5	0.93	3.1
乙氧氟草醚	79.3	3.9	80.8	3.8	87.7	6.8	4.6	15.4
乙基多杀菌素-J	96.9	1.1	100.8	0.7	100.1	1.7	1.1	3.5
乙基多杀菌素-L	96.8	1.1	100.6	0.7	100.8	0.8	1.3	4.2

乙氧氟草醚。其中有19个样品检出有吡虫啉,检出量分别为0.017、0.017、0.029、0.024、0.046、0.013、0.020、0.018、0.098、0.033、0.065、0.027、0.023、0.079、0.013、0.019、0.024、0.013、0.013 mg/kg; 9个样品检出有啶虫脒,检出量分别为0.015、0.017、0.065、0.023、0.059、0.024、0.029、0.024、0.032 mg/kg; 2个样品检出有肟菌酯,检出量分别为0.012、0.014 mg/kg; 1个样品检出有噻嗪酮和乙氧氟草醚,检出量分别为0.014、0.028 mg/kg。均小于国家要求的最大残留量(吡虫啉: 0.50 mg/kg; 啶虫脒: 2.0 mg/kg; 肟菌酯: 0.7 mg/kg; 噻嗪酮: 0.5 mg/kg; 乙氧氟草醚: 0.1 mg/kg)^[24]。说明市售的梨相对安全。

4 结论

本研究建立了超高效液相色谱-串联质谱法测定梨中22种农药残留,甲醇-0.1%甲酸水的梯度洗脱,质谱正离子检测下色谱峰分离度好、灵敏度高。检出限0.90~4.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$,

在短时间内可快速、准确地对梨中22种农药残留进行分析检测。该方法适合于实际应用中大量梨样品的检测分析。

参考文献

- [1] 沈向, 陈学森, 赵静. 山东省梨发展趋势分析[J]. 山东林业科技, 2009, 39(3): 149-150.
Shen X, Chen XS, Zhao J. Analysis of pear development trend in Shandong province [J]. J Shandong Forest Sci Technol, 2009, 39(3): 149-150.
- [2] 陈剑. 梨树病虫害综合防治技术[J]. 现代园艺, 2018, (19): 157-158.
Chen J. Integrated control the technology of pear pests and diseases integrated control [J]. Mod Horticult, 2018, (19): 157-158.
- [3] 李强, 邱海燕, 乐渊, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定豇豆中8种农药残留[J]. 植物保护, 2018, 44(1): 127-131.
Li Q, Qiu HY, Le Y, et al. Determination of 8 pesticide residues in cowpea by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Plant Prot, 2018, 44(1): 127-131.
- [4] Ni Y, Yang H, Zhang H, et al. Analysis of four sulfonyleurea herbicides in cereals using modified quick, easy, cheap, effective, rugged and safe

- sample preparation method coupled with liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Chromatogr A*, 2018, (1537): 27–34.
- [5] 王雪, 王盾, 黄大明, 等. 果蔬中农药残留安全监测技术[J]. *中国农业信息*, 2017, (1): 91–95.
Wang X, Wang D, Huang DM, *et al.* Safety monitoring technology of pesticide residues in fruits and vegetables [J]. *Agric Inf China*, 2017, (1): 91–95.
- [6] 李海畅, 张钰萍, 胡德禹, 等. 气相色谱法检测辣椒中 7 种拟除虫菊酯类农药残留[J]. *农药学报*, 2013, 15(1): 117–120.
Li HC, Zhang YP, Hu DY, *et al.* Determination of seven pyrethroid pesticide residues in pepper by gas chromatography [J]. *J Pest*, 2013, 15(1): 117–120.
- [7] 王艳艳, 毕思远, 冯冬亮, 等. QuEChERS-气相色谱测定辣椒中的 8 种有机磷农药残留[J]. *安徽农业科学*, 2017, 45(30): 94–95.
Wang YY, Bi SY, Feng DL, *et al.* Determination of 8 organophosphorus pesticide residues in pepper by quechers-gas chromatography [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2017, 45(30): 94–95.
- [8] Bi SY, Zhu ZQ, Chi WH, *et al.* Determination of eight organophosphorus pesticide residues in pepper by quechers-gas chromatography [J]. *Agric Biotechnol*, 2018, 7(1): 123–125.
- [9] 李永新, 孙成均, 赵剑虹, 等. 高效液相色谱法同时测定蔬菜水果中的 12 种农药残留[J]. *中国色谱杂志*, 2006, (3): 251–255.
Li YX, Sun CJ, Zhao JH, *et al.* Simultaneous determination of 12 pesticide residues in vegetables and fruits by high performance liquid chromatography [J]. *Chin J Chromatogr*, 2006, (3): 251–255.
- [10] 何进林, 张志华. 高效液相色谱法测定水果中吡虫啉农药残留量[J]. *食品科学*, 2011, 32(6): 230–232.
He JL, Zhang ZH. Determination of imidacloprid pesticide residues in fruits by high performance liquid chromatography [J]. *Food Sci*, 2011, 32(6): 230–232.
- [11] 李彩均. 高效液相色谱法同时检测蔬菜中 7 种农药残留的方法[J]. *粮食流通技术*, 2017, 7(14): 97–100.
Li CJ. Simultaneous determination of seven pesticide residues in vegetables by high performance liquid chromatography [J]. *Grain Circ Technol*, 2017, 7(14): 97–100.
- [12] 李海畅, 方芷晴, 邹云云, 等. QuEChERS-气相色谱质谱联用检测检测辣椒中 33 种农药残留[J]. *食品研究与开发*, 2018, 39(14): 137–143.
Li HC, Fang ZQ, Zou YY, *et al.* Detection of 33 pesticide residues in capsicum by QuEChERS-gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Food Res Dev*, 2018, 39(14): 137–143.
- [13] Tao Y, Xu J, Liu XG, *et al.* A quick, easy, cheap, effective, rugged and safe method for the simultaneous detection of four triazolone herbicides in cereals combined with ultrahigh performance liquid chromatography with tandem mass spectrometry [J]. *J Sep Sci*, 2014, 37(17): 2340–2348.
- [14] Li YH, Zhou PX, Xu QH, *et al.* Simultaneous determination of seven high risk pesticide residues in royal jelly by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2018, 36(2): 136–142.
- [15] 邓立刚, 李增梅, 郭长英, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定蔬菜中 7 种氨基甲酸酯类农药残留[J]. *食品科学*, 2011, 32(6): 221–224.
Deng LG, Li ZM, Guo CY, *et al.* Determination of seven carbamate lipid pesticide residues in vegetables by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Sci*, 2011, 32(6): 221–224.
- [16] Frenich AG, Vidal JLM, Pastor-Montoro E, *et al.* High-throughput determination of pesticide residues in food commodities by use of ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Anal Bioanal Chem*, 2008, 390(3): 947–959.
- [17] 蒋庆科, 邹品田, 罗勇为, 等. QuEChERS-LC-MS/MS 法测定辣椒中 30 种常用农药残留[J]. *食品工业*, 2016, (11): 295–298.
Jiang QK, Zou PT, Luo YW, *et al.* Determination of 30 pesticide residues in pepper by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Ind*, 2016, (11): 295–298.
- [18] 李海涛, 周丽, 张景然. QuEChERS-LC/MS/MS 法检测苹果中 105 种农药残留[J]. *广东化工*, 2015, (23): 200–201.
Li HT, Zhou L, Zhang JR. Determination of 105 pesticide residues in apple by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Guangdong Chem Ind*, 2015, (23): 200–201.
- [19] Zhang F, Huang ZQ, Zhang Y, *et al.* Determination of 20 carbamate pesticide residues in food by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2016, 34(2): 158–164.
- [20] 吴国利, 陈树东, 李秀英, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定槟榔中 10 种农药残留[J]. *食品安全质量监测学报*, 2018, 9(6): 1309–1313.
Wu GL, Chen SD, Li XY, *et al.* Simultaneous determination of 10 pesticide residues in areca nut by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2018, 9(6): 1309–1313.
- [21] 张海燕. 超高效液相色谱-串联质谱法测定番茄和雪梨中 9 种农药残留[J]. *农药*, 2018, 57(3): 192–195.
Zhang HY. Determination of 9 pesticide residues in tomato and pear by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Agrochemicals*, 2018, 57(3): 192–195.
- [22] 陈楠, 马世柱, 黎小鹏, 等. QuEChERS 前处理-三重四极杆液质联用仪检测草莓中多种农药残留[J]. *现代农业科技*, 2018, (12): 115–116.
Chen N, Ma SZ, Li XP, *et al.* Detection of pesticide residues in strawberry by QuEChERS pretreatment-triple quadrupole liquid chromatography-mass spectrometry [J]. *Mod Agric Sci Technol*, 2018, (12): 115–116.
- [23] 王晨晨. 液相色谱-串联质谱对果蔬中农药残留测定的研究[D]. 济南: 山东大学, 2017.
Wang CC. Determination of pesticide residues in fruits and vegetables by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [D]. Jinan: Shandong University, 2017.
- [24] GB 2763-2016 食品安全国家标准食品中农药最大残留限量[S].
GB 2763-2016 National food safety standard-Maximum residue limit of pesticides in food [S].

(责任编辑: 苏笑芳)

作者简介



迟梦宇, 硕士, 科研助理, 主要研究方向为植物病理学及农产品质量安全与残留检测。

E-mail: 18353232048@163.com



李慧冬, 研究员, 主要研究方向为农产品质量安全与营养品质评价。

E-mail: lihuidong8066@163.com