

改进的 QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法 测定毛木耳中 23 种植物生长调节剂的残留量

邱世婷^{1,2*}, 侯 雪^{1,2}, 代晓航^{1,2}, 韩 梅^{1,2}, 李 莹^{1,2}, 王 艳^{1,2}, 沈 璐^{1,2}

(1. 四川省农业科学院分析测试中心, 成都 610066;
2. 农业部农产品质量安全风险评估实验室(成都), 成都 610066)

摘 要: **目的** 建立改进的 QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定毛木耳中 23 种植物生长调节剂的分析方法。**方法** 样品经 1%乙酸乙腈溶液提取后, 比较了 C₁₈ 和 PEP-2 的净化和去除色素能力, 同时对提取试剂和 PEP-2 净化剂用量进行了优化, 采用超高效液相色谱-串联质谱测定。**结果** 在优化的条件下, 23 种植物生长调节剂在相关范围内线性关系良好($r>0.999$), 方法定量限为 0.1~5 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 在 0.01、0.05、0.1 mg/kg 3 个添加浓度下平行 6 次实验, 回收率为 80.6%~116.6%, RSD 为 0.9%~11.2%。**结论** 该法满足国内外植物生长调节剂残留限量要求, 可为食用菌中植物生长调节剂残留检测提供参考。

关键词: PEP-2; QuEChERS; 超高效液相色谱-串联质谱法; 植物生长调节剂; 毛木耳

Determination of 23 kinds of plant growth regulators residues in *Auricularia cornea* Ehrenb. by modified QuEChERS method and ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

QIU Shi-Ting^{1,2*}, HOU Xue^{1,2}, DAI Xiao-Hang^{1,2}, HAN Mei^{1,2}, LI Ying^{1,2}, WANG Yan^{1,2}, SHEN Lu^{1,2}

(1. Analytical and Testing Centre, Sichuan Academy of Agricultural Sciences, Chengdu 610066, China; 2. Laboratory of Risk Assessment for Agricultural Product (Chengdu), Ministry of Agriculture, Chengdu 610066, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determination of 23 plant growth regulators in *Auricularia cornea* by modified QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** The samples were extracted with 0.1% acetic acetonitrile solution, then the capacity of purification and pigment removal of C₁₈ and PEP-2 were compared. At the same time, the amount of extraction reagent and PEP-2 purifier was optimized, and samples were detected by UPLC-MS/MS. **Results** Under the optimum conditions, 23 plant growth regulators had linear relationships ($r>0.999$), and the limits of quantitation were ranged from 0.1 to 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$. The recoveries at 3 spiked levels (0.01, 0.05 and 0.1 mg/kg) were 82.6%-116.6%, with the relative standard deviations (RSD) of 0.9%-11.2% ($n=6$). **Conclusion** This method is satisfied the demand of the plant growth regulators residue limits, which can provide technical support for detection of plant growth regulator residues in edible fungi.

基金项目: 成都市技术创新研发项目(2018-YF05-00982-SN)、国家农产品食用菌质量安全风险评估项目(GJFP2018006)

Fund: Supported by the Chengdu Technological Innovation Research and Development Project(2018-YF05-00982-SN), and National fungi Product Quality and Safety Risk Assessment Project (GJFP2018006)

***通讯作者:** 邱世婷, 硕士, 助理研究员, 主要研究方向为农产品风险评估。E-mail: autumnqst@163.com

***Corresponding author:** QIU Shi-Ting, Master, Assistant Professor, Analytical and Testing Centre, Sichuan Academy of Agricultural Sciences, Chengdu 610066, China. E-mail: autumnqst@163.com

KEY WORDS: PEP-2; QuEChERS; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; plant growth regulator; *Auricularia cornea* Ehrenb.

1 引言

毛木耳(*Auricularia cornea* Ehrenb.)是一种营养丰富且具有药用价值的食用菌,具有多种保健活性,深受国内外群众喜爱,我国目前已成为全世界毛木耳生产量和出口量最大的国家^[1]。研究表明,食用菌在栽培过程中使用植物生长调节剂,有明显增产效果^[2,3],但食用过量或长期食用植物生长调节剂对人体健康有不良影响^[4],中国、美国、欧盟、日本等国均制定有植物生长调节剂最大残留限量值规定,如欧盟规定食用菌中多效唑、氯吡脞、抗倒酯、环丙酰胺的最大残留限量值为 0.01 mg/kg^[5],日本规定食用菌中氯苯胺灵的最大残留限量值为 0.02 mg/kg^[6],我国^[7]和美国^[8]暂未有食用菌中植物生长调节剂的限量规定。

目前植物生长调节剂前处理方法常用 QuEChERS (quick, easy, cheap, effective, rugged, safe)法^[9-13],但较少有用于食用菌中植物生长调节剂残留量测定的研究报道。QuEChERS 法常用的吸附剂有 *N*-丙基乙二胺(PSA)、十八烷基硅烷键合硅胶(C₁₈)、石墨化碳黑(graphitized carbon black, GCB)等,但由于 PSA 和 GCB 易吸附部分酸性或具有平面结构的化合物,故在测定植物生长调节剂中多选择 C₁₈ 作为吸附剂。随着技术的发展,很多新型材料也逐渐应用于 QuEChERS 法中。官能化聚苯乙烯/二乙烯苯(PEP-2)吸附剂是一种新型材料,其表面键合有吡咯烷酮和微量的脲基官能团,具有富于电荷的表面结构,可以吸附大多数极性和非极性化合物^[14],目前多用于农药残留^[15],抗生素^[14]和类固醇激素残留^[16]等测定,但还未见 PEP-2 作为吸附剂用于植物生长调节剂测定的报道。本文通过比较 C₁₈ 和 PEP-2 的净化能力,发现 PEP-2 净化效果更好,因此选择 PEP-2 作为吸附剂用于植物生长调节剂的前处理,并对其用量进行了优化,最终建立了改进的 QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定毛木耳中 23 种植物生长调节剂的方法。该方法与使用 C₁₈ 法净化相比,PEP-2 用量少,且去除色素和杂质效果好,操作简单快速,以期同时测定食用菌中植物生长调节剂残留量提供参考。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

Shimadzu 8060 超高效液相色谱三重四极杆串联质谱仪(日本岛津公司); Shim-pack XR-ODSIII PKA C₁₈ 色谱柱(150 mm×2.0 mm, 2.2 μm, 日本岛津公司); IKA 微型涡旋仪(德国 IKA 公司); TGL-16LM 离心机(湖南星科公司)。

23 种植物生长调节剂(纯度均>95%,德国 Dr.Ehrenstorfer 公司);无水硫酸镁、C₁₈(50 μm, 德国 CNW

科技公司); PEP-2(40~60 μm, 博纳艾杰尔公司); 乙腈、甲醇(色谱纯, 美国 Fisher Scientific 公司)。

2.2 标准溶液的配制

23 种植物生长调节剂分别用甲醇配制成 1000 mg/L 的储备液,再用甲醇稀释成适当浓度的混合标准溶液,−4 °C 条件下避光保存。实验中根据不同需要用 1% 乙酸乙腈或空白基质溶液配制标准工作溶液。

2.3 样品处理

称取 10 g(精确到 0.01 g)毛木耳样品,置于 50 mL 离心管中,准确加入 10 mL 1% 乙酸乙腈溶液,涡旋提取 2 min,加入提取盐包(含有 4 g 无水硫酸镁和 1 g 氯化钠),继续涡旋振荡 1 min,然后 8000 r/min 离心 5 min,吸取上层有机相 6 mL 于含有 50 mg PEP-2 的离心管中,涡旋振荡 1 min,8000 r/min 离心后取上清液,过膜后上机测定。

2.4 液相色谱条件

流动相 A 为水溶液(含 5 mmol/L 乙酸铵和 0.1% 甲酸),流动相 B 为甲醇。流速 0.3 mL/min; 进样量 5 μL; 柱温 40 °C。梯度洗脱程序: 0.00~2.00 min, 10%B~50%B; 2.00~6.00 min, 50%B~95%B; 6.00~11.00 min, 95%B; 11.00~11.01 min, 95%B~10%B; 11.01~14.00 min, 10%B。

2.5 质谱条件

ESI 源; 正负离子扫描; MRM 模式; 接口电压 4000 V; 雾化气(氮气)流速: 3 L/min, 干燥气(氮气)流速: 10 L/min; 加热气(空气)流速: 10 L/min; 碰撞气(氩气)压力 270 kPa, 接口温度 300 °C; DL 管温度 250 °C; 加热块温度 400 °C。

3 结果与分析

3.1 质谱条件的优化

在正负离子模式下,分别对 23 种 1 mg/L 的植物生长调节剂标准溶液,一级质谱(Q1 SCAN)扫描,确定母离子,再对母离子进行二级质谱扫描,选择合适的子离子作为定性和定量离子,部分植物生长调节剂仅有 1 个碎片离子,优化碰撞能量和碰撞电压,相关质谱参数见表 1。

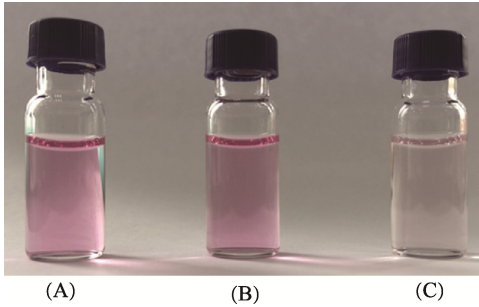
3.2 净化剂比较

按照文献^[3]和本文 2.3 节方法,通过添加回收实验,对比了 C₁₈ 和 PEP-2 对 23 种植物生长调节剂的回收率的影响,2 种吸附剂净化后 23 种植物生长调节剂回收率范围均在 70%~110%之间,但如图 1 可见,PEP-2 吸附色素能力更强,且经全扫描图(图 2)可见,PEP-2 净化后的基质干扰较小,说明 PEP-2 的净化效果较好,对仪器污染小,因此,本研究选择用 PEP-2 作为净化剂。

表 1 23 种植物生长调节剂的质谱参数
Table 1 Mass spectrum parameters of 23 plant growth regulators

编号	化合物	保留时间/min	母离子(<i>m/z</i>)	子离子(<i>m/z</i>)	碰撞能量/V
1	5-硝基邻甲氧基苯酚钠	4.69	(-)168.0	153.2*/123.1	15/14
2	赤霉素	4.23	(-)345.1	239.4*/221.4	14/25
3	对硝基苯酚钠	4.82	(-)138.0	108.1*/92.1	21/24
4	胺鲜酯	3.71	(+)216.0	143.1*/100.0	19/17
5	烯腺嘌呤	4.92	(+)204.2	136.1*/119.1	16/32
6	吲哚丁酸	5.46	(+)204.3	186.1*/130.2	12/27
7	噻苯隆	5.35	(+)221.2	102.0*	15
8	脱落酸	5.11	(+)263.1	153.1*/204.1	13/13
9	苄氨基嘌呤	4.90	(-)224.2	133.2*/106.1	22/33
10	抗倒胺	6.33	(+)339.0	321.0*/80.1	20/31
11	多效唑	6.47	(+)294.0	70.1*/125.0	22/36
12	抗倒酯	6.09	(+)253.1	69.1*/207.1	23/12
13	氯苯胺灵	6.61	(+)214.0	172.0*/154.1	9/17
14	氯吡脞	6.00	(+)248.0	129.1*/93.1	17/34
15	吲熟酯	6.19	(+)239.0	165.0*/101.9	20/46
16	2,4-二氯苯氧乙酸	6.67	(-)219.2	161.1*/125.1	12/26
17	调果酸	6.21	(-)199.1	127.2*	13
18	对氯苯氧乙酸	5.82	(-)185.1	127.1*	14
19	烯效唑	6.90	(+)292.1	70.1*/125.0	23/27
20	抑芽唑	6.98	(+)264.2	70.1*/67.1	24/33
21	芸苔素内酯	6.48	(+)481.4	95.0*/361.1	28/16
22	三碘苯甲酸	8.40	(-)498.9	127.1*/454.9	23/10
23	环丙酰草胺	8.04	(-)272.0	160.1*/228.1	19/12

注: *定量离子。



注: A-未净化; B-150 mg C₁₈; C-50 mg PEP-2。

图 1 不同吸附剂净化后基质颜色比较

Fig.1 Comparison of matrix color after purification of different adsorbents

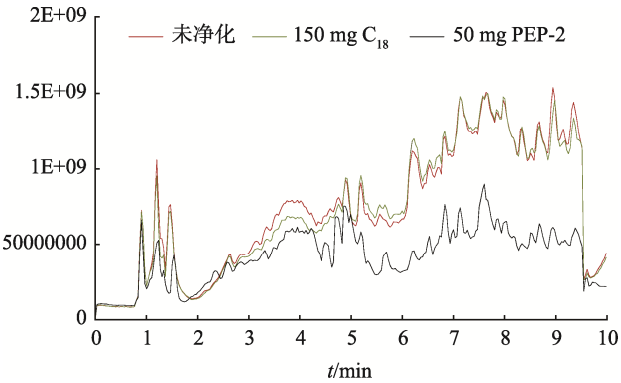


图 2 不同吸附剂净化后质谱全扫描色谱图

Fig.2 The full-scan MS chromatogram of different adsorbents

3.3 提取试剂比较

结合相关文献, 比较了乙腈、1%乙酸乙腈、1% 1mol/L 氢氧化钠的乙腈溶液作为提取溶剂的提取效果, 添加浓度为 0.01mg/kg。结果表明: 23 种植物生长调节剂平均回收率分别为 82.9%、84.9%、80.8%, 可见 1%乙酸乙腈提取效果较好, 这可能与大部分植物生长调节剂如赤霉素、脱落酸、2,4-D 中含有羧基有关, 提取液中加入一定量的酸有助于抑制羧基电离, 因此选择 1%乙酸乙腈作为提取液。

3.4 PEP-2 的用量优化

比较 10、25、50、100、150、200 mg PEP-2 用量对回收率的影响, 结果显示, 当 PEP-2 用量低于 50 mg 时, 提取液颜色较深, 色素去除不明显, 但随着 PEP-2 用量的升高, 部分植物生长调节剂回收率下降, 如三碘苯甲酸在 PEP-2 用量为 50 mg 时回收率为 75%, 在 PEP-2 用量为 200 mg 时回收率仅有 45%, 综合考虑仪器污染程度和回收率两个因素, 结合成本考虑, PEP-2 用量选择 50 mg。

3.5 基质效应

液相色谱-串联质谱法有基质效应, 根据基质效应

(matrix effect, ME)=(B/A-1)×100%^[17]评估基质效应, 结果见表 2, 可见部分为基质增强效应, 部分为基质减弱效应, 为降低基质效应对测定结果的影响, 本研究采用基质匹配标准溶液外标法进行定量分析。

3.6 定量限和线性范围

参考 GB 5009.1-2017《食品安全国家标准 食品理化检验方法总则》征求意见稿中定量限的定义^[18], 在保证精密度和线性良好的前提下, 23 种植物生长调节剂的定量限为 0.1~5 μg/kg, 结果见表 2, 能满足国内外现行的限量标准要求。以定量限为线性范围下限, 采用空白样品基质提取液配制不同梯度混合标准溶液, 根据对应的峰面积绘制标准曲线, 线性范围及相关系数结果见表 2。

3.7 准确度和精密度

采取高、中、低 3 个添加水平对空白毛木耳样品进行添加回收实验, 加入标样后样品放置 30 min 后, 按照 2.3 节的方法进行前处理, 各添加浓度做 6 个平行, 考察各目标化合物的准确度和精密度, 结果见表 3。

表 2 23 种植物生长调节剂的线性方程、定量限和基质效应
Table 2 Linear equation, LOQ and matrix effect of 23 plant growth regulators

	线性范围/(μg/kg)	线性方程	相关系数 r	定量限/(μg/kg)	基质效应
5-硝基邻甲氧基苯酚钠	1~200	$Y=9.76 \times 10^6 X-5.44 \times 10^3$	0.9998	1	14.9
赤霉素	5~500	$Y=6.26 \times 10^6 X-2.91 \times 10^4$	0.9992	5	49.4
对硝基苯酚钠	0.5~100	$Y=6.86 \times 10^7 X+1.02 \times 10^5$	0.9995	0.5	24.3
胺鲜酯	0.5~100	$Y=2.67 \times 10^8 X-3.69 \times 10^4$	0.9996	0.5	-18.3
烯腺嘌呤	0.1~100	$Y=2.31 \times 10^8 X+1.35 \times 10^4$	0.9999	0.1	-63.1
吲哚丁酸	0.5~100	$Y=7.57 \times 10^7 X-6.84 \times 10^3$	0.9993	0.5	9.5
噻苯隆	0.5~100	$Y=4.66 \times 10^7 X-7.75 \times 10^4$	0.9996	0.5	15.4
脱落酸	0.5~100	$Y=1.89 \times 10^7 X-2.20 \times 10^2$	0.9996	0.5	72.6
苄氨基嘌呤	0.5~100	$Y=7.11 \times 10^7 X+4.43 \times 10^4$	0.9996	0.5	-11.7
抗倒胺	1~200	$Y=3.63 \times 10^8 X-4.41 \times 10^5$	0.9997	1	-2.2
多效唑	1~200	$Y=1.65 \times 10^8 X+1.37 \times 10^5$	0.9998	1	-36.4
抗倒酯	1~200	$Y=8.79 \times 10^7 X+5.07 \times 10^4$	0.9996	1	-40.8
氯苯胺灵	5~500	$Y=7.61 \times 10^6 X-3.71 \times 10^4$	0.9995	5	-49.8
氯吡脞	0.5~100	$Y=1.89 \times 10^8 X-1.55 \times 10^4$	0.9994	0.5	-30.7
吲熟酯	0.5~100	$Y=7.26 \times 10^8 X-2.60 \times 10^5$	0.9995	0.5	-25.1
2,4-二氯苯氧乙酸	0.1~100	$Y=6.08 \times 10^7 X-7.54 \times 10^3$	0.9997	0.1	69.4
调果酸	0.5~100	$Y=4.86 \times 10^7 X+4.33 \times 10^3$	0.9999	0.5	33.7
对氯苯氧乙酸	0.5~100	$Y=5.23 \times 10^7 X-5.30 \times 10^3$	0.9996	0.5	73.0
烯效唑	0.5~100	$Y=7.26 \times 10^7 X-8.80 \times 10^3$	0.9997	0.5	-36.5
抑芽唑	0.5~100	$Y=2.70 \times 10^8 X-6.40 \times 10^3$	0.9998	0.5	-41.1
芸苔素内酯	5~500	$Y=3.89 \times 10^6 X-4.38 \times 10^3$	0.9998	5	-19.8
三碘苯甲酸	5~500	$Y=9.05 \times 10^6 X+4.06 \times 10^4$	0.9996	5	13.6
环丙酰草胺	0.1~100	$Y=5.83 \times 10^8 X+6.47 \times 10^5$	0.9995	0.1	40.6

表 3 毛木耳中 23 种植物生长调节剂的添加回收率和相对标准偏差(RSD)(n=6)
Table 3 Recoveries and relative standard deviations of the 23 plant growth regulators in *Auricularia cornea* (n=6)

化合物	0.01 mg/kg		0.05 mg/kg		0.1 mg/kg	
	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
5-硝基邻甲氧基苯酚钠	104.9	4.7	91.9	3.1	92.6	1.7
赤霉素	96.2	3.5	91.0	4.2	92.1	4.8
对硝基苯酚钠	100.9	1.3	90.8	2.6	92.2	2.7
胺鲜酯	108.6	2.4	92.1	4.3	91.6	5.4
烯腺嘌呤	95.0	1.8	84.5	2.7	84.6	3.6
吲哚丁酸	85.4	4.9	82.2	3.1	86.4	3.3
噻苯隆	99.6	3.1	91.4	1.8	94.6	3.0
脱落酸	105.7	2.8	96.6	0.9	99.7	2.7
苄氨基嘌呤	99.4	5.7	85.9	5.3	86.9	6.2
抗倒胺	103.3	1.7	92.4	2.6	93.4	2.3
多效唑	105.0	1.6	92.8	4.2	93.2	2.9
抗倒酯	102.9	1.7	95.0	2.3	96.6	3.2
氯苯胺灵	111.4	9.7	98.7	5.3	100.3	5.7
氯吡脞	100.3	1.2	89.8	1.7	91.9	2.3
吲熟酯	106.2	1.6	95.1	2.3	95.7	2.1
2,4-二氯苯氧乙酸	105.8	1.0	93.4	2.1	96.6	3.2
调果酸	104.9	1.8	91.9	4.0	94.8	2.1
对氯苯氧乙酸	111.0	2.6	97.6	3.3	100.5	2.1
烯效唑	104.1	1.9	94.7	2.8	96.7	2.3
抑芽唑	106.7	1.1	96.9	2.5	97.1	2.8
芸苔素内酯	116.6	11.2	95.3	4.4	98.0	2.8
三碘苯甲酸	88.3	4.6	80.6	1.2	84.1	5.6
环丙酰草胺	93.2	2.3	92.0	2.3	99.4	2.0

3.8 实际样品的测定

对来自四川、山东和福建的 109 份毛木耳样品, 根据本文方法进行植物生长调节剂的测定, 结果发现有 12 份样品检出对硝基苯酚钠, 检出值范围为 0.0441~0.207 mg/kg, 检出率为 11.0%, 欧盟标准中食用菌复硝酚钠的限量值为 0.03 mg/kg, 我国蔬菜中的复硝酚钠残留限量为 0.1 mg/kg, 可见毛木耳中复硝酚钠残留风险较高。

4 结 论

本文采用新型材料 PEP-2 吸附剂作为 QuEChERS 法吸附剂, 净化后样品用超高效液相色谱-串联质谱法检测, 建立了毛木耳中 23 种植物生长调节剂的定性和定量方法, 该法在保证目标化合物的回收率的前提下, 与已有文献报

道方法相比, 具有基质干扰小、分析快速、成本低等优点, 可为食用菌中植物生长调节剂残留检测提供参考。运用该方法发现毛木耳中有检出对硝基苯酚钠, 但该植物生长调节剂我国标准中无食用菌中的限量规定, 建议相关部门制定复硝酚钠在食用菌中的最大残留限量标准。

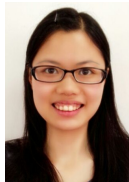
参考文献

[1] 谭伟, 苗人云, 周洁, 等. 毛木耳栽培技术研究进展[J]. 食用菌学报, 2018, 25(1): 1-12.
Tan W, Miao RY, Zhou J, et al. Advances in cultivation techniques of *Auricularia cornea* [J]. Acta Edulis Fungi, 2018, 25(1): 1-12.
[2] 暴增海. 植物生长调节剂对食用菌菌丝体和子实体的影响[J]. 浙江食用菌, 1995, (3): 6-8.
Bao ZH. Effects of plant growth regulators on mycelium and fruiting bodies of edible fungi [J]. Zhejiang Edible Fungi, 1995, (3): 6-8.

- [3] 司文帅, 张颖, 聂冬霞, 等. 液相色谱-串联质谱法测定糙皮侧耳中 9 种植物生长调节剂的残留量[J]. 食用菌学报 2017, 24(2): 38–43.
- Si WS, Zhang Y, Nie DX, *et al.* Determination of nine plant growth regulator residues in *Pleurotus ostreatus* fruit bodies using LC-MS/MS [J]. Acta Edulis Fungi, 2017, 24(2): 38–43.
- [4] 诸力, 王晨, 陈红平, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定茶叶中 11 种植物生长调节剂及吡虫啉、啉虫脒的残留[J]. 分析化学, 2017, 45(4): 529–536.
- Zhu L, Wang C, Chen HP, *et al.* Simultaneous determination of plant growth regulators and imidacloprid, acetamiprid in tea by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Ana Chem, 2017, 45(4): 529–536.
- [5] EU Pesticide database. <http://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/eu-pesticides-database>. 2019-01-07 [Z].
- [6] Minister of Health, Labor and Welfare. Positive List System for Agricultural Chemical Residues in Foods. The Japan Food Chemical Research Foundation. <http://www.ffcr.or.jp/zaidan/FFCRHOME.nsf/pages/MRLs-p>. 2019-01-07 [Z].
- [7] 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 limits for pesticides in food [S].
- [8] US Environment Protection Agency. Tolerances and exemptions for pesticide chemical residues in food. https://www.ecfr.gov/cgi-bin/retrieveECFR?gp=1&SID=8835cb1c09428e600454aff5a52eae05&ty=HTML&h=L&mc=true&r=PART&n=pt40.26.180#se40.26.180_1569. 2019-01-07 [Z].
- [9] 郝杰, 姜洁, 毛婷, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定蔬果中 34 种植物生长调节剂的残留量[J]. 食品科学, 2018, 39(8): 267–275.
- Hao J, Jiang J, Mao T, *et al.* Determination of 34 plant growth regulator residues in vegetable and fruit by QuEChERS-ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Sci, 2018, 39(8): 267–275.
- [10] 吴平谷, 谭莹, 张晶, 等. 分级净化结合气相色谱-质谱联用法测定豆芽中 10 种植物生长调节剂[J]. 分析化学, 2014, 42(6): 866–871.
- Wu PG, Tan Y, Zhang J, *et al.* Determination of 10 plant growth regulators in bean sprouts by sequential cleaning-gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2014, 42(6): 866–871.
- [11] 黄何何, 张继, 徐敦明, 等. QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法同时测定水果中 21 种植物生长调节剂的残留量[J]. 色谱, 2014, 32(7): 707–716.
- Huang HH, Zhang J, Xu DM, *et al.* Determination of 21 plant growth regulator residues in fruits by QuEChERS-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2014, 32(7): 707–716.
- [12] Han PC, Kai LS, Chen CW, *et al.* Modified QuEChERS method for 24 plant growth regulators in grapes using LC-MS/MS [J]. J Food Drug Anal, 2007, 26(2): 1–12.
- [13] 张沪文, 焦广睿, 王柯, 等. QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法同时测定果蔬中 26 种植物生长调节剂残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(7): 2677–2689.
- Zhang LW, Jiao GR, Wang K, *et al.* Simultaneous determination of 26 kinds of plant growth regulator residues in fruits and vegetable by QuEChERS-high performance high performance chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(7): 2677–2689.
- [14] 张博华. 固相萃取—高效液相色谱联用同时分析环境水体中四种喹诺酮类抗生素[D]. 泰安: 山东农业大学, 2016.
- Zhang BH. Simultaneous determination of 4 quinolones antibiotics in environmental water by SPME-HPLC [D]. Tai'an: Shandong Agricultural University, 2016.
- [15] Cheng ZP, Dong FS, Xu J, *et al.* Atmospheric pressure gas chromatography quadrupole-time-of-flight mass spectrometry for simultaneous determination of fifteen organochlorine pesticides in soil and water [J]. J Chromatogr A, 2016, 1435: 115–124.
- [16] Goh SXL, Duarah A, Zhang LF, *et al.* Online solid extraction with liquid chromatography-tandem mass spectrometry for determination of estrogens and glucocorticoids in water [J]. J Chromatogr A, 2016, 1465: 9–19.
- [17] Erin C, Diane MW, Lu ZL, *et al.* Systematic and comprehensive strategy for reducing matrix effects in LC/MS/MS analyses [J]. J Chromatogr B, 2007, 852: 22–34.
- [18] 唐维英, 黄泽玮, 钱广生, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定茶叶、代用茶和饮料食品中 63 种非法添加化合物[J]. 色谱, 2018, 36(12): 1245–1260.
- Tang WY, Huang ZW, Qian GS, *et al.* Determination of 63 compounds illegally added in tea, substitute tea and beverage foods by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2018, 36(12): 1245–1260.

(责任编辑: 武英华)

作者简介



邱世婷, 硕士, 助理研究员, 主要研究方向为农产品风险评估。
E-mail: autumnqst@163.com