

# QuEChERS-超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱联用法快速测定蔬菜中吡虫啉等四种杀虫剂残留

吴春霞<sup>1,2</sup>, 张秋萍<sup>1,2</sup>, 许红睿<sup>1,2</sup>, 王春民<sup>1,2\*</sup>

(1. 苏州市疾病预防控制中心, 苏州 215004;  
2. 江苏省食品安全风险监测重点实验室(非法添加领域), 苏州 215004)

**摘要:** **目的** 建立 QuEChERS-超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱法测定蔬菜中吡虫啉、啶虫脒、氯虫苯甲酰胺和茚虫威残留的分析方法。**方法** 样品用乙腈提取, 提取液经 N-丙基乙二胺(primary secondary amine, PSA)、石墨化炭黑(graphitized carbon black, GCB)混合分散剂净化, 采用电喷雾正离子扫描, 多反应监测模式, 外标法定量。**结果** 吡虫啉、啶虫脒、氯虫苯甲酰胺和茚虫威在 5~200  $\mu\text{g/L}$  范围内与峰面积具有良好的线性关系, 相关系数都在 0.995 以上, 4 种杀虫剂在 0.5、5.0、10.0  $\mu\text{g/kg}$  3 个水平加标下, 回收率在 89.2%~101.3% 范围内, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)在 2.58%~4.85%。方法的检出限为 0.003~0.054  $\mu\text{g/kg}$ , 定量限为 0.01~0.18  $\mu\text{g/kg}$ 。**结论** 该方法具有操作简单, 迅速, 准确度和灵敏度高等特点, 满足测定蔬菜中 4 种杀虫剂残留的检测要求。

**关键词:** 吡虫啉; 啶虫脒; 氯虫苯甲酰胺; 茚虫威; 蔬菜; 残留; QuEChERS-超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱法

## Rapid determination of 4 pesticide residues in vegetables by QuEChERS and ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry

WU Chun-Xia<sup>1,2</sup>, ZHANG Qiu-Ping<sup>1,2</sup>, XU Hong-Rui<sup>1,2</sup>, WANG Chun-Min<sup>1,2\*</sup>

(1. Suzhou Centers for Disease Control and prevention, Suzhou 215004, China;  
2. Jiangsu key laboratory of Food Safety Risk Monitoring(Illegal Addition Field) Suzhou 215004, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for determination of 4 types of pesticide residues in vegetables by QuEChERS and ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** Samples were extracted by acetonitrile and purified by PSA(primary secondary amine) and GCB(graphitized carbon black, GCB), determined by UPLC-MS/MS, with positive electrospray ionization ( $\text{ESI}^+$ ) in multiple reaction monitoring (MRM) mode, and quantified by external standard method. **Results** All pesticides showed good linearity in the concentration range of 5~200  $\mu\text{g/L}$  (imidacloprid, acetamiprid, chlorantraniliprole and indoxacarb) with correlation coefficient above 0.995. The recovery rates of 4 types of pesticide were between 89.2%~101.3%, and the relative standard deviations (RSDs) were between 2.58%~4.85%. The limits of detection of the method were 0.003~0.054  $\mu\text{g/kg}$ ,

基金项目: 苏州市科技局项目(SYS201779)

Fund: Supported by Suzhou Science and Technology Bureau (SYS201779)

\*通讯作者: 王春民, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。E-mail: chunminwang@163.com

\*Corresponding author: WANG Chun-Min, Senior Engineer, State Key Laboratory of Food Quality and Safety, Suzhou Centers for Disease Control and Prevention, Suzhou 215004, China. E-mail: chunminwang@163.com

and the limits of quantification were 0.01–0.018  $\mu\text{g}/\text{kg}$ . **Conclusion** This method is simple, rapid, sensitive and accurate, which is suitable for determination of 4 types of pesticide residues in vegetables.

**KEY WORDS:** imidacloprid; acetamiprid; chlorantraniliprole; indoxacarb; vegetables; residues; QuEChERS and ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry

## 1 引言

吡虫啉和啉虫脒都属于新烟碱类杀虫剂,具有广谱、高效、低毒等特点,主要用于防治刺吸式口器害虫,如蚜虫、飞虱、粉虱、叶蝉等,作用于昆虫神经系统突触部位的烟碱乙酰胆碱受体,干扰昆虫神经系统的刺激传导,引起神经系统通路阻塞,造成神经递质乙酰胆碱在突触部位的积累,从而导致昆虫麻痹,最终死亡。茚虫威,属于噁二嗪类杀虫剂,杀虫机制是阻断昆虫神经细胞内的钠离子通道,使神经细胞丧失功能,用于防治甜菜夜蛾、小菜蛾、菜青虫、斜纹夜蛾等,其高效、低毒且不易产生交互抗性得到市场的广泛认可。氯虫苯甲酰胺,属于双酰胺类杀虫剂,杀虫机制是通过激活害虫肌肉中的鱼尼丁受体,导致内部钙离子无限制的释放,阻止肌肉收缩,从而使害虫迅速停止取食,出现肌肉麻痹、活力消失、瘫痪、直至彻底死亡,可防治甘蓝小菜蛾、甜菜夜蛾和花椰菜斜纹夜蛾等,是一种卓越高效的广谱杀虫剂。这 4 种杀虫剂对哺乳动物低毒,对施药人员很安全,因此在蔬菜生产中应用比较广泛。叶雪珠等<sup>[1]</sup>通过对浙江省蔬菜生产中使用农药情况和农药残留调查发现,蔬菜中低毒农药啉虫脒和吡虫啉检出率较高。龚瑞忠等<sup>[2]</sup>研究表明,吡虫啉对蜜蜂毒性较高。欧盟在 2013 年发布禁令,禁止在油菜等部分作物上使用吡虫啉<sup>[3]</sup>。李瑞娟等<sup>[4]</sup>研究了氯虫苯甲酰胺在甘蓝和土壤中的残留及消解动态。氯虫苯甲酰胺在土壤中半衰期较短,消解较快,因此有很好的市场潜力。但长期大量使用会对环境和食品带来潜在的危机。根据相关文献报道,吡虫啉和啉虫脒的检测有荧光检测法<sup>[5]</sup>,胶体金法<sup>[6]</sup>,气相色谱法<sup>[7]</sup>,高效液相色谱法等<sup>[8]</sup>。茚虫威的检测有气相色谱法<sup>[9]</sup>,气相色谱串联三重四极杆质谱法<sup>[10,11]</sup>,液相色谱-串联质谱法等<sup>[12–15]</sup>。氯虫苯甲酰胺的检测方法有液相色谱-串联质谱法等<sup>[16,17]</sup>。这些检测方法大都步骤复杂,耗时长,损失大,同时前处理过程消耗溶剂大,既不经济又不环保。本研究通过 QuEChERS(quick, easy, cheap, effective, rugged, safty)分散固相萃取净化技术结合超高效液相色谱-质谱法对 4 种杀虫剂残留进行检测,本方法准确、迅速、高效、灵敏,为果蔬中杀虫剂残留的分析提供相关参考。

## 2 材料与方法

### 2.1 材料与试剂

#### 2.1.1 试剂

甲醇、乙腈(色谱纯,德国默克公司);甲酸(色谱纯,

美国 ACS 公司);无水硫酸钠、氯化钠(分析纯,国药集团化学试剂有限公司),无水硫酸钠需在 650  $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 4 h,在干燥器内冷却至室温,贮于密封瓶中备用;QuEChERS 试剂:5982-5456 安捷伦分散 SPE 试剂盒(美国 Agilent 公司)。

吡虫啉标准溶液(GSB05-1890-2016, 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,农业部环境保护科研检测所);啉虫脒标准溶液(SB05-108-2008, 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,农业部环境保护科研检测所);茚虫威标准溶液(SB05-114-2008, 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,农业部环境保护科研检测所);氯虫苯甲酰胺标准溶液(SB05-243-2011, 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,农业部环境保护科研检测所)。

#### 2.1.2 材料

萝卜、芹菜、菠菜、番茄购自苏州市高新区大润发超市;白菜、小油菜、茼蒿购自苏州市姑苏区胥香农贸市场;土豆、山药、油麦菜、花菜、豇豆购自苏州市吴中区中新大道欧尚超市。

#### 2.1.3 仪器与设备

ACQUITY UPLC I-CLASS\_XEVO TQD 超高效液相色谱联用仪(配有 ESI 电喷雾离子源,美国 Waters 公司);IKA-T10 匀浆机(德国 IKA 公司);Multi Reax 振荡器(德国 Heidolph 公司);SORVALL- D37520 高速离心机(美国 Thermo 公司)。

### 2.2 混合标准溶液制备

吸取吡虫啉、啉虫脒、茚虫威、氯虫苯甲酰胺标准溶液 500  $\mu\text{L}$ 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,摇匀(溶液中吡虫啉、啉虫脒、茚虫威、氯虫苯甲酰胺浓度均为 1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。1~4  $^{\circ}\text{C}$ 冷藏保存。

### 2.3 样品制备

取蔬菜样品(萝卜)约 1 kg,用匀浆机磨碎搅匀,分成 2 份,1 份供测试用,一份于 -18  $^{\circ}\text{C}$ 以下保存备用。

样品处理方法:称取 10 g(精确到 0.01 g)试样置于 50 mL 离心管中,加入乙腈 10 mL,涡旋混匀 20 min,然后加入 1 g 氯化钠和 5 g 无水硫酸钠,立即涡旋混匀 10 s,于 8000 r/min 离心 5 min。取上清液备用。

净化:吸取提取液 1.5 mL 加入装有 QuEChERS 试剂的 2 mL 离心管中(称取相当于 75 mg PSA 的 QuEChERS 试剂),涡旋混匀 10 s 后于 8000 r/min 离心 5 min,取上清液 0.5 mL,加水 0.5 mL,混匀,过 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜后 UPLC-MS/MS(ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry)测定。

## 2.4 UPLC-MS/MS 分析

### 2.4.1 液相色谱条件

色谱柱: C<sub>18</sub> (1.7 μm, 100 mm×2.1 mm), 流动相: A 为 0.1%(V/V)甲酸溶液, B 为乙腈, 采用梯度洗脱, 梯度洗脱条件见表 1, 流速: 0.3 mL/min, 进样量: 3 μL

表 1 4 种杀虫剂梯度洗脱程序  
Table 1 Gradient elution procedure of 4 types of pesticides

编号	时间/min	A/%	B/%
1	0.00	95.0	5.0
2	1.00	5.0	95.0
3	1.50	5.0	95.0
4	2.00	95.0	5.0
5	2.50	95.0	5.0

### 2.4.2 质谱条件

离子源: 电喷雾离子源, 扫描方式: 正离子扫描, 检测方式: 多反应监测, 离子源温度: 150 °C, 毛细管电压: 3.5 kV, 锥孔电压: 41 V, 脱溶剂气温度: 400 °C, 脱溶剂气流速: 800 L/h, 吡虫啉、啶虫脒、茚虫威、氯虫苯甲酰胺定性离子对、定量离子对、碰撞气能量见表 2。

表 2 4 种杀虫剂质谱采集离子信息  
Table 2 Chromatogram parameters of 4 types of pesticides

名称	定性离子对( <i>m/z</i> )	定量离子对( <i>m/z</i> )	锥孔电压/V	碰撞气能量/V
吡虫啉	256.0/175.0	256.0/175.0	45	20
	256.0/209.0		45	15
啶虫脒	223.0/56.0	223.0/126.0	16	15
	223.0/126.0		16	21
茚虫威	528.0/249.0	528.0/249.0	32	15
	528.0/293.0		32	14
氯虫苯甲酰胺	484.0/286.0	484.0/453.0	31	16
	484.0/453.0		31	19

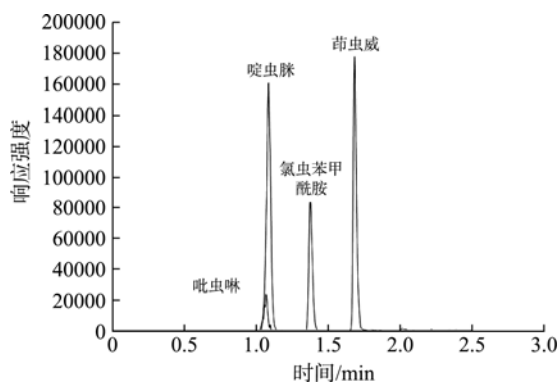


图 1 4 种杀虫剂混合标准溶液的总离子流图  
Fig.1 Total ion chromatography of 4 types of pesticides

## 3 结果与分析

### 3.1 质谱条件优化

配制浓度为 0.2 mg/L 的 4 种待测化合物的单标溶液, 以流动注射的方式进样, 蠕动泵流速为 10 μL/min, 以全扫描模式进行全扫描, 找出准分子离子峰, 结果显示, 在正离子模式下, 4 种待测化合物可以形成比较稳定的[M+1]<sup>+</sup>峰。经过一级质谱优化, 确定了毛细管电压、脱溶剂温度和脱溶剂气流量等参数。通过自动调谐的方式, 确定各待测化合物的最佳子离子、最佳碰撞电压及碰撞能量等参数。然后在含基质的条件下进行多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式扫描, 最终选择灵敏度较高且干扰小的 2 对离子对, 其中灵敏度高的离子对为定量离子对, 较低者为定性离子对。

### 3.2 色谱条件的优化

流动相中添加适量甲酸可以提高离子化效率和改善峰形, 取 4 种待测化合物的混合标准使用液, 进样 3 μL, 改变流动相的组成及比例, 当在流动相为: A: 0.1%(V/V)甲酸溶液, B: 乙腈, 流速 0.3 mL/min, 柱温为 35 °C 时, 得到各目标物质的总离子流图如图 1 所示。各目标物峰形较好, 响应较高。通过不断调整色谱柱梯度洗脱程序, 4 种目标物监测离子在 2 min 内得到良好分离。

### 3.3 基质效应

采用质谱检测杀虫剂, 基质效应是普遍存在而且很难避免的, 严重影响待测物质的准确性。本研究采用萝卜和菠菜为不同基质, 考察了基质效应对 4 种目标化合物相应强度的影响。用色谱纯甲醇配制的浓度 10.0 μg/L 的混合标准溶液与空白基质配成的浓度 10.0 μg/L 的混合标准溶液, 分别进行 5 次连续测定, 求其峰面积的平均值。然后代入基质效应计算公式  $ME=B/A$ , 其中,  $A$  代表纯溶剂中分析物的响应值,  $B$  代表空白基质中分析物的响应值。当  $ME$  为 0.9~1.1 时, 基质效应不明显, 当  $ME$  大于 1.1 时, 为基质增强效应, 当  $ME$  小于 0.9 时, 为基质抑制效应。表 3 结

果表明,不同基质对目标化合物响应强度的影响存在显著差异。菠菜表现出明显的基质减弱效应,萝卜的基质效应相对较小。为了消除基质效应的影响,本方法采用相同品种的蔬菜基质校正工作曲线进行定量。

表 3 基质效应对 4 种杀虫剂检测的影响

Table 3 Matrix effects on detection of 4 types of pesticides

基质种类	ME <sub>吡虫啉</sub>	ME <sub>啶虫脒</sub>	ME <sub>茚虫威</sub>	ME <sub>氯虫苯甲酰胺</sub>
萝卜	1.06	0.95	0.82	1.12
菠菜	0.75	0.81	0.68	0.92

### 3.4 线性范围、检出限与定量限

#### 3.4.1 线性范围

将 4 种杀虫剂混合标准溶液用空白基质(萝卜)稀释成浓度为 5、10、20、50、100、200  $\mu\text{g/L}$  的标准工作溶液,在优化的色谱条件和质谱条件下进行测定,以质量浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,得到线性方程

和相关系数,结果见表 4。结果表明,各个目标物质在 5~200  $\mu\text{g/L}$  质量浓度范围具有良好的线性关系,相关系数均大于 0.995。

#### 3.4.2 方法检出限、定量限

在不含目标物质的萝卜基质中,添加 4 种杀虫剂标准溶液,按照上面确定的方法,以  $S/N \geq 3$  为方法检出限,  $S/N \geq 10$  为方法定量限。4 种目标物质的方法检出限、定量限见表 4。方法检出限与定量限低,适用于 4 种杀虫剂残留的检测。

### 3.5 方法的回收率

取不含目标物质的芹菜、番茄基质,分别添加 0.5、5.0、10.0  $\mu\text{g/kg}$  3 个水平的混合标准溶液,进行加标回收率实验,每个添加浓度平行测定 6 次,分别测定 4 种目标物质的加标回收率和相对标准偏差(relative standard deviation, RSD),结果见表 5。4 种目标物质的回收率为 89.2%~101.3%, RSD 为 2.58%~4.85%,阴性样品的背景未干扰目标分析物的测定。由此可见,该方法回收率和精密度良好。

表 4 4 种杀虫剂的线性方程、线性相关系数及检出限、定量限

Table 4 Linear regression equations, correlation coefficients, limits of detection and limits of quantification of 4 types of pesticides

化合物	线性方程	$r^2$	方法检出限/ $(\mu\text{g/kg})$	方法定量限/ $(\mu\text{g/kg})$
吡虫啉	$Y=149.189X+85.0529$	0.9994	0.012	0.04
啶虫脒	$Y=1180.91X+115.901$	0.9998	0.051	0.17
茚虫威	$Y=954.882X+572.688$	0.9976	0.054	0.18
氯虫苯甲酰胺	$Y=497.545X+420.837$	0.9973	0.003	0.01

表 5 4 种杀虫剂的回收率测定( $n=6$ )

Table 5 Recovery rates of 4 types of pesticides ( $n=6$ )

化合物	加标水平/ $(\mu\text{g/kg})$	芹菜基质回收/%	RSD/%	番茄基质回收率/%	RSD/%
吡虫啉	0.5	97.1	4.85	96.8	4.19
	5.0	98.5	4.08	97.2	3.95
	10.0	101.3	3.28	99.5	3.12
啶虫脒	0.5	95.8	4.15	96.5	4.26
	5.0	96.8	4.02	95.9	4.16
	10.0	98.2	3.51	97.4	3.42
茚虫威	0.5	89.2	3.68	89.4	3.55
	5.0	91.5	3.15	89.5	3.63
	10.0	90.8	2.98	90.2	3.15
氯虫苯甲酰胺	0.5	92.5	3.42	90.5	3.69
	5.0	95.8	3.15	96.5	3.26
	10.0	95.0	2.58	95.5	3.15

### 3.6 实际样品中4种杀虫剂的检测

利用本研究建立的方法,对10份蔬菜样品进行测定,其中2份以加标方式进行过程控制,测量结果见表6。结果表明,所测样品中均未检出上述4种杀虫剂,质量控制样品的回收率在91.5%~96.8%之间,检测结果稳定可靠。

## 4 结论与讨论

本研究建立了 QuEChERS-超高效液相色谱-串联三重

四极杆质谱联用法测定蔬菜中吡虫啉、啶虫脒、氯虫苯甲酰胺和茚虫威残留的分析方法。QuEChERS方法净化操作简单,只需提取后分散剂净化即可上机检测,前处理时间短。同时 QuEChERS试剂包中 PSA 和 GCB,能有效去除样品中糖类、有机酸、色素等的影响,进一步降低检出限,提高准确度。工作曲线的应用有效降低了蔬菜中4种杀虫剂的基质效应,最大限度的减少了基质效应对实验结果带来的影响。本方法灵敏度高、选择性好,适用于蔬菜中杀虫剂的测定。

表6 实际蔬菜样品中4种杀虫剂的测定( $n=2$ )  
Table 6 Determination of 4 types of pesticides in actual vegetable samples ( $n=2$ )

编号	残留水平/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )			
	吡虫啉	啶虫脒	茚虫威	氯虫苯甲酰胺
萝卜	ND	ND	ND	ND
白菜	ND	ND	ND	ND
小油菜	ND	ND	ND	ND
茼蒿	ND	ND	ND	ND
番茄	ND	ND	ND	ND
土豆	ND	ND	ND	ND
山药	ND	ND	ND	ND
油麦菜	ND	ND	ND	ND
花菜	ND	ND	ND	ND
豇豆	ND	ND	ND	ND
萝卜加标样品(回收率/%)	92.3	91.5	96.1	93.6
茼蒿加标样品(回收率/%)	92.0	93.5	95.2	96.8

注: ND 表示样品中未检出对应杀虫剂。

### 参考文献

- 叶雪珠, 赵燕申, 王强, 等. 蔬菜农药残留现状及其潜在风险分析[J]. 中国蔬菜, 2012, (14): 76-80.  
Ye XZ, Zhao YS, Wang Q, *et al.* Present status of pesticide residue in vegetables and its potential risk analysis [J]. China Veget, 2012, (14): 76-80.
- 龚瑞忠, 陈锐, 陈良燕 等. 吡虫啉对环境生物的毒性与安全性评价[J]. 农药科学与管理, 1999, 20(3): 12-16.  
Gong RZ, Chen R, Chen LY, *et al.* Environmental organism toxicity safety evaluation [J]. Pestic Sci Admin, 1999, 20(3): 12-16.
- 佚名. 吡虫啉、噻虫嗪、噻虫胺遭欧盟禁用[J]. 农化市场十日讯, 2013, (15): 9.  
Anonymous. Imidacloprid, thiamethoxam and thiamethoxam are banned by EU [J]. J Agrochem Market, 2013, (15): 9.
- 李瑞娟, 于建垒, 宋国春, 等. 氯虫苯甲酰胺在甘蓝和土壤中的残留及消解动态[J]. 生态环境学报, 2011, 20(4): 663-667.  
Li RJ, Yu JL, Song GC, *et al.* Residues and degradation of chlorantraniliprole in cabbage and soil [J]. Ecol Environ, 2011, 20(4): 663-667.
- 季仁东, 赵志敏, 张林, 等. 苹果汁中吡虫啉农药残留荧光检测研究[J]. 光谱学与光谱分析, 2013, 33(3): 668-671.  
Ji RD, Zhao ZM, Zhang L, *et al.* Study on experiment of fluorescence spectra detection of pesticide residue of imidacloprid in apple juices [J]. Spectrosc Spect Anal, 2013, 33(3): 668-671.
- 赵哲. 胶体金法吡虫啉快速检测卡对蔬菜中吡虫啉农药残留快速检测的效果初探[J]. 上海农业科技, 2017, (4): 43.  
Zhao Z. Preliminary study on effect of rapid detection of imidacloprid residue in vegetables by colloidal gold rapid test card for imidacloprid [J]. Shanghai Agric Sci Technol, 2017, (4): 43.
- 李广领, 姜金庆, 王自良, 等. 气相色谱法检测卷心菜中啶虫脒和吡虫啉残留[J]. 西北农业学报, 2010, 19(9): 71-74.  
Li GL, Jiang JQ, Wang ZL, *et al.* Determination of acetamiprid and imidacloprid residue in cabbage by gas chromatography [J]. Acta Agric Boreali-Occidentalis Sin, 2010, 19(9): 71-74.
- 陆海燕, 李斌, 陈中正, 等. 分散固相萃取-HPLC检测绿茶茶汤中吡虫啉和啶虫脒残留[J]. 食品科学, 2013, 34(20): 4.  
Lu HY, Li B, Chen ZZ, *et al.* Determination of imidacloprid and acetamiprid in green tea infusion by high-performance liquid

- chromatography with dispersive solid phase extraction [J]. *Food Sci*, 2013, 34(20): 4.
- [9] 杨方, 徐敦明, 卢声宇, 等. 多种食品基体中茚虫威残留气相色谱法检测[J]. *食品科学*, 2008, 29(12): 519–521.  
Yang F, Xu DM, Lu SY, *et al.* Determination of indoxacarb residue in plant and animal foodstuffs with GC-ECD [J]. *Food Sci*, 2008, 29(12): 519–521.
- [10] 郑娣, 叶延东, 鲁芳. 气相色谱-三重四级杆串联质谱法测定茶叶中茚虫威、溴虫腈、啉虫脒残留[J]. *食品安全质量检测学报*, 2016, 7(12): 4919–4924.  
Zheng D, Ye YD, Lu F. Determination of indoxacarb, chlorfenapyr and acetamiprid residues in tea by gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2016, 7(12): 4919–4924.
- [11] 李晔, 郭蒙京, 袁伦. 气相色谱-质谱法测定茶叶中溴虫腈、啉虫脒、茚虫威、三氯杀螨醇及拟除虫菊酯等 11 种农药残留[J]. *中国卫生检验杂志*, 2016, 26(11): 1579–1581.  
Li Y, Guo MJ, Yuan T. Determination of 11 pesticide residues, such as chlorfenapyr, acetamiprid, indoxacarb, dicofol and synthetic pyrethroids in tea by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2016, 26(11): 1579–1581.
- [12] 江泽军, 石梦琪, 刘广洋, 等. 液相色谱-串联质谱法测定 21 种植物源性食品中茚虫威残留[J]. *分析测试学报*, 2015, 34(8): 867–873.  
Jiang ZJ, Shi MQ, Liu GY, *et al.* Determination of indoxacarb in 21 plant-derived foods by liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Instrum Anal*, 2015, 34(8): 867–873.
- [13] 周霞, 陈万勤, 陈晶燕, 等. QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法测定春笋中 4 种农药残留[J]. *中国食品卫生杂志*, 2018, 30(5): 486–490.  
Zhou X, Chen WQ, Chen JY, *et al.* Determination of 4 pesticide residues in bamboo shoots by QuEChERS-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Food Hyg*, 2018, 30(5): 486–490.
- [14] Xu DM, Yang F, Lu SY, *et al.* Determination of indoxacarb residue in foodstuffs of plant and animal origin by GC-ECD and LC-MS/MS [J]. *Agric Sci China*, 2008, 7(10): 1228–1234.
- [15] 荣杰峰, 韦航, 李亦军, 等. 食品中茚虫威残留量的检测方法研究进展[J]. *山东化工*, 2013, 42(5): 42–45.  
Rong JF, Wei H, Li YJ, *et al.* Progress of methods for determination of indoxacarb residue in food [J]. *Shandong Chem Ind*, 2013, 42(5): 42–45.
- [16] 钱兵, 赵婧, 何燕, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定植物源调味料中氯虫苯甲酰胺残留[J]. *热带作物学报*, 2019, 40(7): 1455–1459.  
Qian B, Zhao J, He Y, *et al.* Determination of chlorantraniliprole residues in plant-derived condiment by UPLC-MS/MS [J]. *Chin J Trop Crops*, 2019, 40(7): 1455–1459.
- [17] 林毅楠, 黄美玲, 王海鸣, 等. 液相色谱串联质谱法测定茶叶中氯虫苯甲酰胺残留量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(20): 7024–7030.  
Lin YN, Huang ML, Wang HM, *et al.* Determination of chlorantraniliprole residue in tea by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(20): 7024–7030.

(责任编辑: 李磅礴)

## 作者简介



吴春霞, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: wuchunxia\_ren@163.com



王春民, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: chunminwang@163.com