

# QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定 柑橘中呋虫胺和螺虫乙酯残留量

刘 炜<sup>1</sup>, 刘 行<sup>2\*</sup>, 杨晓凤<sup>1</sup>, 尹 全<sup>1</sup>, 张义蓉<sup>1</sup>, 陈龙飞<sup>1</sup>, 刘 茜<sup>1</sup>

(1. 四川省农业科学院分析测试中心, 成都 610066; 2. 四川省农业科学院经济作物育种栽培研究所, 成都 610300)

**摘 要:** **目的** 建立 QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS) 同时测定柑橘中呋虫胺及螺虫乙酯残留量的分析方法。**方法** 样品采用 QuEChERS 方法, 经 1% 甲酸乙腈涡旋振荡提取, 无水硫酸镁和氯化钠盐析后, 经乙二胺-N-丙基硅烷、C<sub>18</sub> 混合净化剂净化, 用 Waters ACQUITY UPLC HSS T<sub>3</sub> 色谱柱分离, 超高效液相色谱-串联质谱正离子扫描、多反应监测模式进行测定, 外标法定量。**结果** 呋虫胺及其代谢物、螺虫乙酯及其代谢物在相关浓度范围内线性关系良好, 相关系数均大于 0.99。呋虫胺及其代谢物的回收率为 86.8%~97.6%, 相对标准偏差为 2.7%~6.8%, 方法定量限为 0.005~0.01 mg/kg; 螺虫乙酯及其代谢物的回收率为 85.8%~96.9%, 相对标准偏差为 3.2%~7.4%, 方法定量限为 0.005~0.008 mg/kg。**结论** 该方法样品前处理过程简单快速, 分析时间短, 定量限低、正确度及精密度均符合农药残留检测要求, 适用于同时测定柑橘中呋虫胺和螺虫乙酯残留。

**关键词:** 超高效液相色谱-串联质谱法; 呋虫胺; 螺虫乙酯; 柑橘; 残留

## Determination of dinotefuran and spirotetramat residue in citrus by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

LIU Wei<sup>1</sup>, LIU Xing<sup>2\*</sup>, YANG Xiao-Feng<sup>1</sup>, YIN Quan<sup>1</sup>, ZHANG Yi-Rong<sup>1</sup>, CHEN Long-Fei<sup>1</sup>, LIU Qian<sup>1</sup>

(1. Analysis and Testing Center of Sichuan Academy of Agricultural Sciences, Chengdu 610066, China;  
2. Economic Crops Research Institute, Sichuan Academy of Agricultural Sciences, Chengdu 610300, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for simultaneous determination of dinotefuran and spirolactone residues in citrus by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** The samples were extracted by QuEChERS method, extracted by 1% acetonitrile carboxylic acid, salted out by anhydrous magnesium sulfate and sodium chloride, purified by ethylenediamine-n-propyl silane and C<sub>18</sub> mixed purifier, separated by Waters ACQUITY UPLC HSS T<sub>3</sub> chromatographic column, determined by UPLC-MS/MS positive ion scanning and multi-reaction monitoring mode, and quantified by external standard method. **Results** The furanid and its metabolites, spirotetramat and its metabolites had a good linear relationship in the relevant concentration range, and the correlation coefficients were greater than 0.99. The

基金项目: 西藏自治区重点科技计划项目(XZ201801NB07)

Fund: Supported by Key Science and Technology Project of Tibet Autonomous Region (XZ201801NB07)

\*通讯作者: 刘行, 助理研究员, 主要研究方向为食品质量与安全。E-mail: 977151677@qq.com

\*Corresponding author: LIU Xing, Assistant Professor, Economic Crops Research Institute, Sichuan Academy of Agricultural Sciences, Chengdu 610300, China. E-mail: 977151677@qq.com

recoveries of furfuran and its metabolites were 86.8%–97.6%, the relative standard deviations were 2.7%–6.8%, and the limits of quantification were 0.005–0.01 mg/kg. The recoveries of spirotetramat and its metabolites were 85.8%–96.9%, the relative standard deviations were 3.2%–7.4%, and the limits of quantification were 0.005–0.008 mg/kg.

**Conclusion** This method has simple and fast sample preparation process, short analysis time, low limit of quantification, accuracy and precision, which meet the requirements of pesticide residue detection, and is suitable for simultaneous determination of furfuran and spirotetramat residues in citrus.

**KEY WORDS:** ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; dinotefuran; spirotetramat; citrus; residues

## 1 引言

柑橘是我国种植的主要水果之一,因其富含多种营养成分和独特的生理活性物质,深受人们的喜爱<sup>[1]</sup>。柑橘中的病虫害,主要通过化学农药防治,由于长期不合理使用农药,使得病虫害产生抗药性<sup>[2]</sup>,近年来防治柑橘中的高效、低毒安全药剂逐渐受到关注。目前,呋虫胺与螺虫乙酯在国内均已被登记用于柑橘病虫害的防治。

呋虫胺是由日本三井化学公司开发的第3代烟碱类杀虫剂,它可作用于乙酰胆碱受体使昆虫麻痹致死,杀虫谱广,主要用来防治水稻、棉花、蔬菜等多种作物上飞虱、蚜虫、潜叶蛾等虫害<sup>[3,4]</sup>,呋虫胺使用后在动植物体内主要代谢产物为1-甲基-3-[(3-四氢呋喃)甲基]脲(1-methyl-3-[(3-tetrahydrofuran) methyl] urea, UF)及1-甲基-3-[(3-四氢呋喃)甲基]二氢胍盐(1-methyl-3-[(3-tetrahydrofuran) methyl] dihydroguanidine, DN)<sup>[5]</sup>。螺虫乙酯(spirotetramat)是德国拜耳公司开发的一种新型螺环季酮酸类杀虫杀螨剂,具有双向内吸传导性能,通过抑制害虫乙酰辅酶A羧化酶活性,抑制脂质的合成,导致幼虫死亡,降低成虫的繁殖能力,持效期长,可有效防治蚜虫、木虱、粉虱和介壳虫等各种刺吸口器类害虫和害螨<sup>[6-8]</sup>。在环境中螺虫乙酯的主要代谢物为BYI08330-烯醇糖苷(S1)(spirotetramat-enol-glucoside)、BYI08330-醇酮(S2)(spirotetramat-keto-hydroxy)、BYI08330-烯醇(S3)(spirotetramat-enol)、BYI08330-羟基(S4)(spirotetramat- mono-hydroxy)<sup>[9]</sup>。虽然呋虫胺和螺虫乙酯的毒性较低,但随着在柑橘中的广泛使用,其在环境介质中的残留受到越来越多的重视。世界各国均制订了农药在食品和农产品中的最大残留限量(maximum residue limit, MRL),我国、日本、欧盟规定柑橘中的螺虫乙酯的MRL值为1 mg/kg;我国尚未规定柑橘中呋虫胺的MRL值,日本规定柑橘中呋虫胺的MRL值为5 mg/kg<sup>[10-12]</sup>。

目前,国内外已有水稻、蔬菜、水果中呋虫胺和螺虫乙酯残留检测研究的报道<sup>[13-21]</sup>,但同时测定呋虫胺和螺虫乙酯及其代谢物的研究尚鲜有报道。本研究通过对QuEChERS方法的优化、色谱及质谱检测条件的优化,建立柑橘中呋虫胺和螺虫乙酯残留的测定方法。该方法样品

前处理过程简单快速,分析时间短,定量限低、正确度及精密度均符合农药残留检测要求,能满足我国、日本、欧盟等国家对柑橘中呋虫胺及螺虫乙酯残留限量的要求,拟为同时测定柑橘中呋虫胺及螺虫乙酯残留量提供参考。

## 2 材料与方法

### 2.1 原料

柑橘: 购买于农贸市场。

标准品: 呋虫胺及代谢物、螺虫乙酯及代谢物(纯度≥98.0%, 德国 Dr. Ehrenstorfer 公司); 甲醇、乙腈、乙酸铵(质谱纯, 德国 Merck 公司); 甲酸(色谱纯, 上海安谱实验科技股份有限公司); 氯化钠(分析纯, 四川西陇化工有限公司, 用前在450℃烘5h, 200℃时取出冷却备用); 无水硫酸镁(分析纯)、十八烷基键合相硅胶(C<sub>18</sub>)净化剂、乙二胺-N-丙基硅烷(primary secondary amine, PSA)净化剂(上海安谱实验科技股份有限公司); 实验用水均为超纯水。

### 2.2 主要仪器与设备

Waters XEVO TQ-XS 超高效液相色谱-串联质谱仪(配电喷雾电离源, 美国 Waters 公司); JA3003 分析天平(万分之一天平, 上海精密科学仪器有限公司); T18 ULTRA-TURRAX 高速匀浆机(德国 IKA 公司); Neofuge 18R 高速离心机(香港力康生物医疗科技控股集团); UPL-1-100L 超纯水仪(四川优普超纯科技有限公司)。

### 2.3 试验方法

#### 2.3.1 标准溶液的配制

单个标准储备液: 分别准确称取上述标准品各5.0 mg, 分别置于50 mL 容量瓶中, 用乙腈溶解并稀释至刻度, 配制成质量浓度为100 mg/L 的单个标准储备液, 于-20℃避光密封储存, 备用。

混合标准溶液的配制: 分别准确量取一定体积的单个标准储备液, 甲醇稀释, 得8种农药的混合标准溶液, 于-20℃保存, 备用。定量测定时, 用空白柑橘样品溶液配制基质混合标准溶液。

#### 2.3.2 液相色谱条件

色谱柱: Waters ACQUITY UPLC HSS T<sub>3</sub> (2.1 mm×

100 mm, 1.8 μm ); 柱温: 40 °C; 样品室温度: 15 °C; 进样量: 1 μL; 流动相 A: 0.1%甲酸水溶液; 流动相 B: 甲醇, 流速: 0.3 mL/min, 梯度洗脱条件: 0 ~ 1.0 min, 97%A ~ 95%A; 1.0 ~ 2.0 min, 95%A ~ 40%A; 2.0 ~ 3.0 min, 40%A ~ 20%A; 3.0 ~ 5.0min, 20%A ~ 3%A; 5.0 ~ 5.1min, 3%A ~ 97%A; 5.1 ~ 7.0 min, 97%A。

2.3.3 质谱条件

离子源: 电喷雾电离, 正离子模式(ESI<sup>+</sup>); 毛细管电压: 3.0 KV; 锥孔电压: 40 V; 离子源温度: 150 °C; 脱溶剂温度: 600 °C; 脱溶剂气流量: 1000 L/h; 锥孔反吹气: 150 L/h。采用多反应监测(multiple- reaction monitoring, MRM)模式, 以保留时间和离子对信息比较进行定性分析, 以母离子和响应值最高的子离子进行定量分析。确定各目标物在 MRM 模式下的质谱采集参数(见表 1)。

2.3.4 样品前处理方法

称取样品 5.0 g 于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 1%甲酸乙腈提取, 涡旋 2 min, 再加入 1 g 氯化钠、4 g 无水硫酸镁除水, 涡旋 2 min, 8000 r/min 离心 5 min。经离心后, 取得上清液 1 mL 于 10 mL 离心管中, 加入 40 mg PSA+40 mg C<sub>18</sub> 进行吸附净化, 涡旋 2 min, 8000 r/min 离心 5 min, 吸取 1.0 mL 上清液 0.22 μm 有机滤膜, 滤液供 UPLC-M/MS 检测

3 结果与分析

3.1 提取溶剂的确定

分别考察了甲醇、1%甲酸-甲醇、乙腈、1%甲酸-乙腈作为提取溶剂对呋虫胺及 2 种代谢物、螺虫乙酯及 4 种代谢物提取效果的影响, 结果表明: 螺虫乙酯、BYI08330-烯醇糖苷(S1)、BYI08330-醇酮(S2)、BYI08330-羟基(S4)

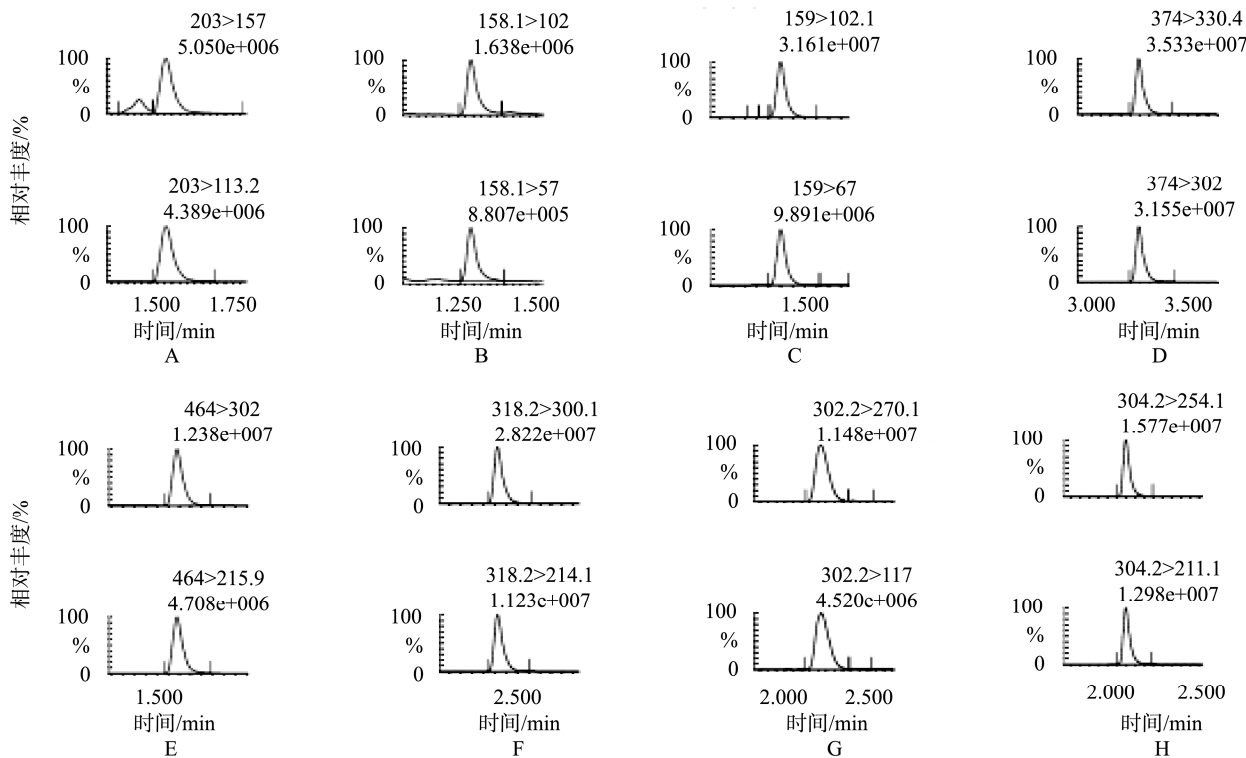
在不同的提取剂中回收率良好, 均在 82%~90%。然而, BYI08330-烯醇、呋虫胺及代谢物在 1%甲酸-乙腈溶液中回收率最佳, 平均添加回收率分别为 92%、89%、85%、92%。适当改变溶液的酸碱度, 可提高溶剂的提取效率。综合考虑, 采用 1%甲酸-乙腈作为柑橘样品前处理方法的提取溶剂。

3.2 色谱条件的确定

本研究比较了 Waters ACQUITY UPLC BEH C<sub>18</sub> Column(2.1 mm×100 mm, 1.7 μm )、Waters ACQUITY UPLC HSS T<sub>3</sub> Column (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm )2 种色谱柱对呋虫胺及其代谢物、螺虫乙酯及其代谢物的影响, 结果发现在相同色谱条件下, 呋虫胺的代谢物(UF、DN)极性较大, 在 Waters ACQUITY UPLC HSS T<sub>3</sub> Column 色谱柱上保留能力较好, 保留时间相比 Waters ACQUITY UPLC BEH C<sub>18</sub> Column 要推迟 0.2 ~ 0.3 min, 确定 Waters ACQUITY UPLC HSS T<sub>3</sub> Column 作为分离色谱柱。进一步考察了乙腈-水溶液、甲醇-水溶液、甲醇-0.1%甲酸水溶液、甲醇-0.1%甲酸 2 mmol/L 乙酸铵溶液作为流动相时对目标化合物色谱峰和响应值的影响。结果表明, 有机相选用甲醇时, 呋虫胺及其代谢物、螺虫乙酯及其代谢物的质谱响应及重现性最佳。水相中加入 0.1%甲酸后, 甲酸可以在电喷雾正离子(ESI<sup>+</sup>)模式电离时提供 H<sup>+</sup>, 从而提高待测物的离子化效率, 达到灵敏度变高峰、改善峰形、提高分离效果的作用。比较了在水相加入 0.1%的甲酸和 2 mmol/L 乙酸铵、仅在水相中加入 0.1%的甲酸 2 种情况, 发现呋虫胺及其代谢物、螺虫乙酯及其代谢物色谱分离及质谱电离无显著差别。综合考虑, 采用甲醇-0.1%甲酸溶液作为流动相进行梯度洗脱, 优化后的色谱图如图 1。

表 1 MRM 监测模式下农药的质谱采集参数  
Table 1 Mass spectrometry acquisition parameters of pesticides in MRM monitoring mode

| 序号 | 化合物               | 保留时间/min | 母离子(m/z) | 子离子(m/z)      |               | 锥孔电压/V |
|----|-------------------|----------|----------|---------------|---------------|--------|
|    |                   |          |          | 定量离子(碰撞能量/eV) | 定性离子(碰撞能量/eV) |        |
| 1  | 呋虫胺               | 1.53     | 203.0    | 157.0(6)      | 113.2(10)     | 24     |
| 2  | DN                | 1.29     | 158.1    | 102.0(12)     | 57.0(16)      | 58     |
| 3  | UF                | 1.40     | 159.0    | 102.1(12)     | 67.0(16)      | 2      |
| 4  | 螺虫乙酯              | 3.24     | 374.0    | 330.4(16)     | 302.0(14)     | 12     |
| 5  | BYI08330-烯醇糖苷(S1) | 1.59     | 464.0    | 302.0(15)     | 215.9(24)     | 20     |
| 6  | BYI08330-醇酮(S2)   | 2.41     | 318.2    | 300.1(22)     | 214.1(14)     | 8      |
| 7  | BYI08330-烯醇(S3)   | 2.22     | 302.2    | 270.1(40)     | 117.0(18)     | 34     |
| 8  | BYI08330-羟基(S4)   | 2.10     | 304.2    | 254.1(18)     | 211.1(16)     | 44     |



注: A: 呋虫胺; B: DN; C:UF; D: 螺虫乙酯; E: BYI08330-烯醇糖苷(S1); F: BYI08330-醇酮(S2); G: BYI08330-烯醇(S3); H: BYI08330-羟基(S4)。

图 1 加标样品的 MRM 图

Fig.1 MRM chromatogram of spiked standards sample

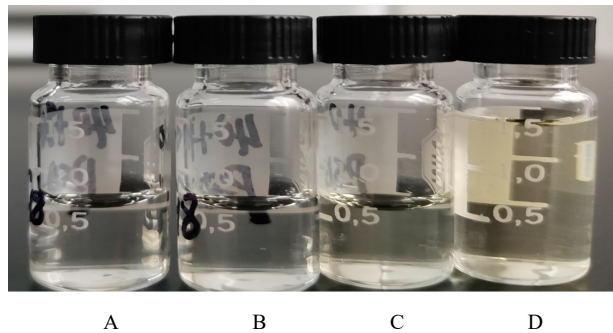
3.3 无水硫酸镁用量的优化

在添加水平为 1.0 mg/kg 目标化合物的提取液中, 分别加入 200、400、600、700、800 mg 的无水硫酸镁。结果表明当无水硫酸镁的用量为 200 mg 时, 回收率较低, 提取不充分; 当无水硫酸镁用量在 200~400 mg 之间, 回收率随着无水硫酸镁用量的增加而升高, 回收率达到最大 (87.5%)。当无水硫酸镁用量为 400~900 mg, 回收率又随着无水硫酸镁用量的增加而降低, 无水硫酸镁过量可能会吸附目标农药, 从而降低提取效率。综合考虑疏水效果和回收率, 确定无水硫酸镁用量为 400 mg。

3.4 净化剂及用量的优化

在添加水平为 1.0 mg/kg 目标化合物的提取液中, 400 mg 的无水硫酸镁的条件下, 考察了 PSA、C<sub>18</sub> 不同用量对柑橘样品中目标物提取效率及色素等杂质去除效果的影响。选用不同质量 PSA、C<sub>18</sub> 净化时, 随着用量的增加, 提取液颜色变浅(图 2)。当 PSA 用量在 40 mg 以内时, 呋虫胺及其代谢物、螺虫乙酯及其代谢物的回收率均逐渐增加, 达到 86.2%~95.4%; 当 PSA 用量大于 40 mg 时, 回收率开始下降, 过量加入反而会对回收率有不利的影响。当 C<sub>18</sub> 用量在 40 mg 以内时, 呋虫胺及其代谢物、螺虫乙酯及其

代谢物的回收率均逐渐增加, 达到 90.3%~93.2%; 当 C<sub>18</sub> 用量大于 40 mg, 回收率开始下降。考察 PSA、C<sub>18</sub> 这 2 种固相萃取剂的组合效果, 同时加入 40 mg PSA 和 40 mg C<sub>18</sub>, 呋虫胺及其代谢物、螺虫乙酯及其代谢物的回收率最佳, 达到 90.0%~97.8%。最终确定 40 mg PSA + 40 mg C<sub>18</sub> 为柑橘样品提取液的净化剂。



注: A-40 mg PSA + 40 mg C<sub>18</sub>; B-40 mg C<sub>18</sub>; C-40 mg PSA; D-未净化。

图 2 不同吸附剂净化后基质颜色比较

Fig.2 Comparison of matrix color after purification of different adsorbents

3.5 方法的线性范围与定量限

以空白柑橘基质提取液为溶液,取一定量呋虫胺及其代谢物、螺虫乙酯及其代谢物的混合标准工作液,配成一系列标准曲线,超高效液相色谱-串联质谱进行测定,并以目标化合物的峰面积(Y)对各农药的含量(X, mg/kg)进行线性回归,结果见表 2。呋虫胺及其代谢物在相关浓度范围内均具有良好的线性关系,定量限(limit of quantitation, LOQ,  $S/N \geq 10$ )为 0.005~0.01 mg/kg;螺虫乙酯及其代谢物在相关浓度范围内均具有良好的线性关系,定量限(limit of quantitation, LOQ,  $S/N \geq 10$ )为 0.005 ~ 0.008 mg/kg,可满足实际样品测定的需要。

3.6 方法的加标回收率与精密度

通过加标回收实验,评价方法的正确度和精密度,取不含有待测组分的空白柑橘样品进行添加回收试验,对已制定 MRL 标准的,分别以定量限、10 倍定量限、MRL 值

水平进行添加回收试验,每个加标水平重复测定 5 次,并按“2.3.4”进行分析,结果表明,在高、中、低 3 个加标水平下的加标回收率及精密度数据如表 3 所示,呋虫胺及其代谢物的回收率为 86.8% ~ 97.6%,相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 2.7% ~ 6.8%;螺虫乙酯及其代谢物的回收率为 85.8% ~ 96.9%,相对标准偏差为 3.2% ~ 7.4%,方法的加标回收率和精密度均满足柑橘中呋虫胺及螺虫乙酯残留的分析要求<sup>[10]</sup>。

3.7 实际样品检测

应用所建立的方法对市售的 50 份柑橘样品进行呋虫胺及螺虫乙酯的测定,结果发现其中 3 份样品检出螺虫乙酯,含量值分别为 0.010、0.013、0.025 mg/kg;2 份样品检出呋虫胺,含量值分别为 0.013、0.051 mg/kg。参照我国、欧盟、日本规定的柑橘中呋虫胺及螺虫乙酯的 MRL,其残留均未超出 MRL。

表 2 8 种农药的线性范围、相关系数和定量限  
Table 2 Linear ranges, correlation coefficients and limits of quantitation of the 8 pesticide residues

| 序号 | 分析物               | 线性范围/(mg/kg) | 线性方程                                    | 相关系数( $r^2$ ) | 定量限/(mg/kg) |
|----|-------------------|--------------|-----------------------------------------|---------------|-------------|
| 1  | 呋虫胺               | 0.01 ~ 1.0   | $Y=8.02 \times 10^6 X+1.17 \times 10^5$ | 0.999         | 0.01        |
| 2  | DN                | 0.01 ~ 1.0   | $Y=2.64 \times 10^6 X+3.95 \times 10^4$ | 0.999         | 0.01        |
| 3  | UF                | 0.005 ~ 1.0  | $Y=1.57 \times 10^7 X+2.00 \times 10^5$ | 0.999         | 0.005       |
| 4  | 螺虫乙酯              | 0.005 ~ 1.0  | $Y=8.33 \times 10^6 X+8.52 \times 10^4$ | 0.999         | 0.005       |
| 5  | BYI08330-烯醇糖苷(S1) | 0.008 ~ 1.0  | $Y=3.92 \times 10^6 X+8.19 \times 10^4$ | 0.996         | 0.008       |
| 6  | BYI08330-醇酮(S2)   | 0.005 ~ 1.0  | $Y=9.19 \times 10^6 X+8.01 \times 10^4$ | 0.999         | 0.005       |
| 7  | BYI08330-烯醇(S3)   | 0.008 ~ 1.0  | $Y=4.51 \times 10^6 X+3.75 \times 10^4$ | 0.999         | 0.008       |
| 8  | BYI08330-羟基(S4)   | 0.005 ~ 1.0  | $Y=7.74 \times 10^6 X+6.45 \times 10^4$ | 0.999         | 0.005       |

表 3 8 种农药的加标回收率及精密度数据( $n=5$ )  
Table 3 Spiked recoveries and RSDs of the 8 pesticide residues ( $n=5$ )

| 序号 | 分析物  | 添加浓度/(mg/kg) | 平均回收率/% | RSD/% |
|----|------|--------------|---------|-------|
| 1  | 呋虫胺  | 0.01         | 89.7    | 3.6   |
|    |      | 0.10         | 94.3    | 2.7   |
|    |      | 5.00         | 93.2    | 4.3   |
| 2  | DN   | 0.01         | 97.6    | 3.8   |
|    |      | 0.10         | 92.4    | 5.9   |
|    |      | 5.00         | 93.0    | 4.0   |
| 3  | UF   | 0.005        | 86.8    | 5.8   |
|    |      | 0.05         | 91.3    | 3.0   |
|    |      | 5.00         | 92.2    | 6.8   |
| 4  | 螺虫乙酯 | 0.005        | 94.2    | 4.7   |
|    |      | 0.05         | 96.9    | 3.9   |
|    |      | 1.00         | 93.6    | 4.4   |

续表 3

| 序号 | 分析物               | 添加浓度/(mg/kg) | 平均回收率/% | RSD/% |
|----|-------------------|--------------|---------|-------|
| 5  | BYI08330-烯醇糖苷(S1) | 0.008        | 92.2    | 7.4   |
|    |                   | 0.08         | 88.8    | 4.1   |
|    |                   | 1.00         | 95.0    | 3.8   |
| 6  | BYI08330-醇酮(S2)   | 0.008        | 87.2    | 4.8   |
|    |                   | 0.08         | 95.6    | 3.6   |
|    |                   | 1.00         | 92.5    | 3.2   |
| 7  | BYI08330-烯醇(S3)   | 0.008        | 91.3    | 6.1   |
|    |                   | 0.08         | 88.7    | 5.8   |
|    |                   | 1.00         | 91.2    | 6.1   |
| 8  | BYI08330-羟基(S4)   | 0.005        | 92.1    | 3.6   |
|    |                   | 0.05         | 85.8    | 4.9   |
|    |                   | 1.00         | 90.0    | 7.0   |

## 4 结 论

本文通过将 QuEChERS 净化方法结合超高效液相色谱-串联质谱法,建立了适用于柑橘中呋虫胺和螺虫乙酯残留的测定方法,该方法样品前处理过程简单快速,分析时间短,定量限低、准确度及精密度均符合农药残留检测要求,能满足我国、日本、欧盟等国家对柑橘中呋虫胺及螺虫乙酯残留量的要求,适用于柑橘中呋虫胺和螺虫乙酯残留的检测,以期能为同时测定柑橘中呋虫胺及螺虫乙酯残留量提供参考

## 参考文献

- [1] 李菊颖, 吴文铸, 孔德洋, 等. 超高效液相色谱-质谱法测定柑橘和土壤中螺虫乙酯及 4 种代谢产物[J]. 农药, 2016, 55(1): 45-47.  
Li JY, Wu WZ, Kong DY, *et al.* Determination of spirotetramat and its 4 metabolites in citrus and soil by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Agrochemicals, 2016, 55(1): 45-47.
- [2] 何玉仙, 翁启勇, 黄建, 等. 烟粉虱田间种群的抗药性[J]. 应用生态学报, 2007, 18(7): 1578-1582.  
He YX, Weng QY, Huang J, *et al.* Insecticide resistance of bemisia tabaci field populations [J]. Chin J Appl Ecol, 2007, 18(7): 1578-1582.
- [3] 董旭, 段劲生, 王梅, 等. 呋虫胺及其代谢物在稻田环境中的残留规律[J]. 农药, 2016, 55(10): 753-756.  
Dong X, Duan JS, Wang M, *et al.* Residue dynamics of dinotefuran and its metabolites in rice and paddy field [J]. Agrochemicals, 2016, 55(10): 753-756.
- [4] 贾曼婷, 石梦琪, 戚燕, 等. 呋虫胺在水稻及稻田环境中的残留与消解动态研究[J]. 农产品质量与安全, 2017, (5): 78-82.  
Jia MT, Shi MQ, Qi Y, *et al.* Dynamic study on dinotefuran residues and digestion in rice and paddy fields [J]. Qual Saf Agro-Prod, 2017, (5): 78-82.
- [5] 彭敏, 陈武瑛, 陈武荣, 等. 呋虫胺及其代谢物在甘蓝和土壤中的消解规律[J]. 农药, 2018, 57(2): 124-126.  
Peng M, Chen WY, Chen WR, *et al.* Degradation dynamics of dinotefuran and its metabolites in cabbage and soil [J]. Agrochemicals, 2018, 57(2): 124-126.
- [6] 姜春燕, 宫亚军, 石宝才, 等. 螺虫乙酯对桃蚜的毒力及持效期[J]. 中国农业科学, 2013, 46(4): 745-755.  
Jiang CY, Gong YJ, Shi BC, *et al.* Toxicity and persistence of the insecticide spirotetramat on the peach aphid (*myzus persicae*) [J]. Sci Agric Sin, 2013, 46(4): 745-755.
- [7] 叶玉凤, 周杰, 刘炎, 等. 果蔬中螺虫乙酯的检测技术及消解动态研究进展[J]. 食品与机械, 2017, 23(12): 186-190.  
Ye YF, Zhou J, Liu Y, *et al.* Research progress of detection technology and degradation dynamics of spirotetramat in fruits and vegetables [J]. Food Mach, 2017, 23(12): 186-190.
- [8] 熊永, 万亚美, 郭聪聪, 等. 螺虫乙酯·伊维菌素在梨和土壤中的残留分析方法[J]. 河北农业大学学报, 2018, 41(4): 82-86.  
Xiong Y, Wan YM, Guo CC, *et al.* A method to detect residues of spirotetramat-ivermectin in pear and soil [J]. J Hebei Agric Univ, 2018, 41(4): 82-86.
- [9] 袁文悦, 庄惠生. 高效液相色谱-串联质谱法测定土壤中螺虫乙酯及其 4 种代谢产物[J]. 世界农药, 2017, 39(4): 82-86.  
Yuan WY, Zhuang HS. Determination of spirotetramat and its four metabolites residues in soil by UPLC-MS/MS [J]. World Pestic, 2017, 39(4): 82-86.
- [10] 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].
- [11] EU Pesticides database [Z]. <https://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/eu-pesticides-database/public/?event=pesticide.residue.selection&language=EN>
- [12] The Japan food chemical research foundation-Maximum residue limits (MRLs) list of agricultural chemicals in foods [Z]. <http://db.ffcr.or.jp/front/>
- [13] 郭明程, 王晓军, 聂东兴, 等. 8%呋虫胺·苯醚甲环唑悬浮种衣剂的 HPLC 分析[J]. 现代农药, 2018, 17(6): 20-22.  
Guo CM, Wang XJ, Nie DX, *et al.* Analysis of dinotefuran+difenoconazole 8% FS by HPLC [J]. Mod Agrochem, 2018, 17(6): 20-22.
- [14] 韩昕炜, 康颀, 张海珍, 等. 改良 QuEChERS / LC-MS / MS 联用检测水稻及其土壤中呋虫胺的方法[J]. 贵州农业科学, 2016, 44(5): 47-50.  
Han XW, Kang D, Zhang HZ, *et al.* Dinotefuran residue in paddy soil, brown rice, rice hull and rice plant determined by modified QuEChERS-LC-MS/MS [J]. Guizhou Agric Sci, 2016, 44(5): 47-50
- [15] 韦婕, 邓婕, 黄慧俐, 等. 高效液相色谱检测呋虫胺在稻田水和土壤中的残留及消解动态[J]. 农药学报, 2015, 17(2): 195-200.  
Wei J, Deng J, Huang HL, *et al.* Residue and decline study of dinotefuran in paddy water and soil by high performance liquid chromatography [J]. Chin J Pestic Sci, 2015, 17(2): 195-200.
- [16] 王冬兰, 简秋, 郑尊涛, 等. 水稻和土壤中呋虫胺残留的固相萃取/液相色谱-串联质谱分析方法[J]. 分析测试学报, 2016, 35(3): 351-354.  
Wang DL, Jian Q, Zheng ZT, *et al.* Analytical method for determination of dinotefuran residues in rice and soil by SPE/HPLC- MS/MS [J]. J Instrum Anal, 2016, 35(3): 351-354.
- [17] 崔淑华, 李正义, 程刚, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定果蔬中氟啶虫胺腈、Pyrifluquinazon 和螺虫乙酯残留量[J]. 食品科学, 2018, 39(8): 302-307.  
Cui SH, Li ZY, Cheng G, *et al.* Determination of sulfoxaflopyrifluquinazon and spirotetramat residues in fruits and vegetables by UPLC-MS/MS [J]. Food Sci, 2018, 39(8): 302-307.
- [18] 徐诚, 张圣虎, 张毅, 等. 超高效液相色谱-三重四级杆-离子阱质谱法检测柑橘中螺虫乙酯及其 4 种代谢产物[J]. 色谱, 2018, 36(4): 339-344.  
Xu C, Zhang SH, Zhang Y, *et al.* Determination of spirotetramat and its four metabolites in citrus by ultra-high performance liquid chromatography triple quadrupole-ion trap mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2018, 36(4): 339-344.
- [19] 孟志远, 任莉, 宋玥颐, 等. 液相色谱-串联质谱法同时测定菠菜、土壤及水体中螺虫乙酯及 4 种代谢物残留[J]. 农药学报, 2017, 19(4): 482-490.  
Meng ZY, Ren L, Song YY, *et al.* Simultaneous determination of

spirotetramat and its four metabolites in *Spinacia oleracea* L. soil and water using liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Chin J Pestic Sci, 2017, 19(4): 482–490.

- [20] 郭庆龙, 管旭芳, 赵勇, 等. 气相色谱-质谱法测定蔬菜和水果中螺虫乙酯的残留量[J]. 理化检验-化学分册, 2017, 53(8): 885–889.

Guo QL, Guan XF, Zhao Y, *et al.* GC-MS determination of residual amount of spirotetramat in vegetables and fruits [J]. Phys Test Chem Anal (Part B: Chem Anal), 2017, 53(8): 885–889.

- [21] 韩丙军, 林冰, 黄海珠, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定动物源食品中螺虫乙酯及其代谢物残留[J]. 食品科技, 2017, 42(12): 59–63.

Han BJ, Lin B, Huang HZ, *et al.* Determination of spirotetramat and its major metabolites in food products of animal origin using ultrahigh performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Food Sci Technol, 2017, 42(12): 59–63.

(责任编辑: 韩晓红)

### 作者简介



刘 炜, 硕士, 助理研究员, 主要研究方向为食品质量安全。  
E-mail: 735265755@qq.com



刘 行, 助理研究员, 主要研究方向为食品质量与安全。  
E-mail: 18380382015@163.com

## “食品安全快速检测技术”专题征稿函

食品安全快速检测技术是食品安全保障的重要支撑。要从根本上解决食品安全问题, 就必须对食品的生产、加工、流通和销售等各环节实施全程管理和监控, 而实验室检测方法和仪器是很难及时、快速而全面地从各环节监控食品安全状况, 这就需要大量能够满足这一要求的快速、方便、准确、灵敏的食品安全分析检测技术。

本刊特别策划了“食品安全快速检测技术”专题, 由军事医学科学院高志贤研究员和暨南大学丁郁教授担任专题主编, 主要围绕比色分析技术、光谱分析技术、免疫分析技术、层析检测技术、无损检测技术、生物检测技术、快速前处理技术、电化学传感器、纳米技术”等方面或您认为有意义的相关领域展开论述和研究, 综述及研究论文均可, 本专题计划在 2020 年 6 月出版。

鉴于您在该领域丰富的研究经历和突出的学术造诣, 本刊主编吴永宁研究员、专题主编高志贤研究员和暨南大学丁郁教授及编辑部全体成员特别邀请您为本专题撰写稿件, 综述、研究论文、研究简报均可, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。

请在 2020 年 5 月 15 日前通过网站或 E-mail 投稿。我们将快速处理并经审稿合格后优先发表。

同时烦请您帮忙在同事之间转发一下, 再次感谢您的关怀与支持!

感谢您的参与和支持!

投稿方式:

网站: [www.chinafoodj.com](http://www.chinafoodj.com)(备注: 投稿请登录食品安全质量检测学报主页-作者登录-注册投稿-投稿选择“专题: 食品安全快速检测技术”)

邮箱投稿: E-mail: [jfoods@126.com](mailto:jfoods@126.com)(备注: 食品安全快速检测技术专题投稿)

《食品安全质量检测学报》