

QuEChERS 结合实时直接分析串联质谱法检测 茶叶中的农药残留

宫小明^{1*}, 孔彩霞¹, 王炳军¹, 韦伟², 华萌萌¹, 王洪涛¹, 张鸿伟³, 张晓梅³

(1. 潍坊海关, 潍坊 261041; 2. 济南海关, 济南 250002; 3. 青岛海关, 青岛 266001)

摘要: **目的** 建立实时直接分析串联质谱法(direct analysis in real time-tandem mass spectrometry, DART-MS/MS)检测茶叶中烯酰吗啉、噻虫嗪、吡啶醚菌酯、吡虫啉、灭多威、吡蚜酮、杀线威、仲丁威、啶虫脒等 9 种常见农药残留的分析方法。**方法** 样品采用 QuEChERS 方法进行前处理, 粉碎茶样通过乙腈提取, 采用无水 MgSO₄ 和 NaCl 盐析, N-丙基乙二胺(primary secondary amine, PSA)、C₁₈ 和石墨化碳黑(graphitized carbon black, GCB)分散固相萃取净化, 用玻璃棒蘸取上清液经 DART-MS/MS 检测。**结果** 9 种化合物在 0.5 ~ 50 µg/L 范围内线性关系良好, 相关系数(r^2)均大于 0.9, 9 种农药在 5、10 和 50 µg/kg 添加水平的平均回收率为 70.1% ~ 109.8%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 15.5% ~ 22.4%, 9 种农药的定量限均为 5 µg/kg。**结论** 该方法提取、净化环节简单、快速, 无需氮吹转溶; 上机检测环节无需色谱分离, 直接通过实时直接质谱分析, 大大节省了分析时间。该方法的建立为现有茶叶农药残留检测方法和标准提供了一种有益的补充。

关键词: 茶叶; 农药残留; QuEChERS; 实时直接分析串联质谱法

Determination of pesticide residues in tea by QuEChERS combined with direct analysis in real time-tandem mass spectrometry

GONG Xiao-Ming^{1*}, KONG Cai-Xia¹, WANG Bing-Jun¹, WEI Wei², HUA Meng-Meng¹,
WANG Hong-Tao¹, ZHANG Hong-Wei³, ZHANG Xiao-Mei³

(1. Weifang Customs, Weifang 261031, China; 2. Jinan Customs, Jinan 250002, China;
3. Qingdao Customs, Qingdao 266001, China)

ABSTRACT: Objective To establish a direct analysis in real time-tandem mass spectrometry (DART-MS/MS) method for the determination of dimethomorph, thiamethoxam, pyrazoxystrobin, imidacloprid, methomyl, pymetrozine, methomyl, fenbucarb and acetamiprid in tea. **Methods** The samples were pretreated by QuEChERS method. The tea samples were extracted by acetonitrile, salting out with anhydrous MgSO₄ and NaCl, and purified by dispersing primary secondary amine (PSA), C₁₈ and graphitized carbon black (GCB). The supernatant was dipped in glass rod and detected by DART-MS/MS. **Results** The average recoveries of the 9 pesticides at the levels of 5, 10 and 50 µg/kg were 70.1%–109.8%, and the relative standard deviations (RSDs) were 15.5%–22.4%. The limits of

基金项目: 海关总署科技项目(2020HK201); 青岛市科技惠民计划项目(18-6-1-107-nsh)

Fund: Supported by the Technology Project of Customs General Administration of China (2020HK201), and the Technology Huimin County Project of Qingdao(18-6-1-107-nsh)

*通讯作者: 宫小明, 研究员, 主要研究方向为农兽残留、真菌毒素及添加剂分析。E-mail: 9647125@qq.com

*Corresponding author: GONG Xiao-Ming, Professor, Weifang Customs, Shandong, Weifang 261031, China. E-mail: 9647125@qq.com

quantifications (LOQs) of the 9 pesticides were 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$. **Conclusion** This method is simple, rapid and does not need nitrogen blowing for solubilization; the detection process does not need chromatographic separation, and can be directly analyzed by real-time direct mass spectrometry, which greatly saves the analysis time. This method provides a useful supplement for the existing methods and standards of pesticide residues in tea.

KEY WORDS: tea; pesticide residue; QuEChERS; direct analysis in real time-tandem mass spectrometry

1 引言

随着人们健康意识的增加,茶叶已经成为人们日常生活的必需品和重要的国际贸易商品^[1,2]。由于各种原因,茶叶单一化种植,缺乏生物多样性,造成了病虫害泛滥成灾,炭疽病、茶饼病和小绿叶蝉、茶蚜虫等成为茶区主要的病虫害。茶农常通过施加吡虫啉、啶虫脒等农药来加以控制^[3],由此导致的农药残留成为影响茶叶质量安全的严重问题。许多国家及国际组织均对茶叶中的农药残留制定了最大残留限量(maximum residue limit, MRLs)^[4,5],例如,日本肯定列表制度规定与茶叶有关的农药种类有 276 种,欧盟有 453 种,中国有 28 种。随着人们对食品安全的日益重视,各国规定的检测项目还在不断增加。因此,迫切需要发展一种高通量的农药残留快速检测技术。

目前茶叶中农药残留检测的常用方法是采用 QuEChERS^[6](quick, easy, cheap, effective, rugged, and safe)进行样品前处理,再根据目标化合物的不同性质分别利用气相色谱-质谱法^[7](主要包括 EI 和 CI 源)和液相色谱-串联质谱法^[8-10]。GB 23200.13-2016《食品安全国家标准 茶叶中 448 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-质谱法》^[11]的检测范围可以涵盖大部分的农药种类。

实时直接分析(direct analysis in real time, DART)^[12-15],是一种快速解析和离子化技术。其原理是在环境空气条件下,载气(如氦气、氩气)经放电产生的激发态原子解吸并离子化样品中的分子,带电粒子被抽进质谱进行检测。相比于现行的液-质联用技术,实时直接分析-串联质谱法(DART-tandem mass spectrometry, DART-MS/MS)分析不需要繁杂的样品制备和耗时的色谱分离,并且具有抗盐、抗溶剂、快速、绿色、便捷、广谱等优势。本研究选择茶叶中检出率较高的吡虫啉、噻虫嗪、烯酰吗啉、吡啶醚菌酯等 9 种农药作为研究对象^[16],通过采用 QuEChERS 技术对样品进行简单的前处理, DART-MS/MS 检测,建立更加简单、快速、绿色的多农残检测方法,以期对现有标准检测方法进行的有效补充。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

Qtrap 5500 质谱仪(美国 AB Science 公司); 1200-6430

液相色谱串联质谱仪(美国 Agilent 公司); DART 实时直接分析离子源(美国 Ionsense 公司); AE163 万分之一天平(德国 Mettler 公司); MS1 振荡器(德国 IKA 公司); 5810R 离心机(德国 Eppendorf 公司); N-EVAP-111 氮吹仪(美国 Organomation 公司)。

农药标准品(1 g/L, 德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司); 乙腈、甲醇(色谱纯, 美国 Merck 公司); 醋酸(分析纯, 国药集团上海化学试剂公司); 甲酸、甲酸铵(色谱纯, 美国 Sigma-Aldrich 公司); 水为 Milli-Q 超纯水, 使用前过 0.45 μm 滤膜; 石墨化碳(graphitized carbon black, GCB)、N-丙基乙二胺粉(primary secondary amine, PSA)、C₁₈(中国 Agela Technologies 公司); 氯化钠(分析纯, 广州化学试剂厂); 无水硫酸镁(分析纯, 上海麦克林公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 标准溶液配制

准确称取各农药标准品 0.050 g (精确至 0.0001 g)于 50 mL 容量瓶中,以乙腈定容,配制成 1000 mg/L 储备标准溶液,于 -20 $^{\circ}\text{C}$ 保存。用乙腈稀释储备标准溶液,配制各浓度的混合标准工作液, -20 $^{\circ}\text{C}$ 保存,备用。

2.2.2 样品前处理

(1) 采样和试样制备

抽取有代表性的样品,用四分法缩减取 200 g,粉碎后过 0.4 mm 孔径的分析筛,混匀,装入自封袋中,避光,备用。

(2) 提取

称取 2 g(精确至 0.01 g)样品置于 50 mL 离心管中。样品加入 100 μL 内标溶液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 磷酸三苯酯溶液),使样品中内标物浓度为 50 ng/g。加入 10 mL 水,涡旋 1 min,加入 10 mL 乙腈,涡旋 1 min,再往离心管中加入 5 g 无水 MgSO₄、1 g NaCl,振摇 20 s,以 4200 r/min 的速度离心 5 min,上清液备用。

(3) 净化

将 2 mL 上清液转移到含 150 mg PSA、100 mg C₁₈ 和 40 mg GCB 吸附剂的 10 mL 离心管中,涡旋 1 min,以 4000 r/min 的转速离心 5 min,用玻璃棒蘸取上清液上机检测。

2.2.3 DART-MS-MS 条件

(1) DART 条件

离子源、传送管间距 25 mm; 电晕针电压 4000 V; 氦

气体积流量 4 L/min; 气流温度 450 °C; 出口电极偏转电压分别为 +100 V。

(2) 质谱条件

电离方式: ESI+; 扫描方式: 多反应监测 (multiple reaction monitoring, MRM); 电喷雾电压: 5500 V; 雾化气压力: 55 psi; 气帘气压力: 35 psi; 辅助气压力: 50 psi。

2.2.4 HPLC-ESI-MS-MS 条件:

(1) 液相色谱条件

色谱柱: Agilent ZORBAX SB-C₁₈(3.0 mm×100 mm, 1.8 μm); 柱温: 40 °C; 流速: 0.3 mL/min; 进样量: 10 μL; 流动相: A 0.1% 甲酸水, B 甲醇, 梯度洗脱程序: 0→2.0 min, 10%B; 2.5→10.0 min, 10%B→90%B; 10.0→20.0 min, 90%B; 20.0→25.0 min, 10%B 平衡 3 min。

(2) 质谱条件

电离方式: ESI+; 扫描方式: MRM; 干燥气温度: 350 °C; 干燥气流速: 6 L/min; 喷雾针压力: 105 Pa; 电子倍增器电压: 4000 V; 碰撞气: 高纯氮, 99.999%。

3 结果与分析

3.1 质谱条件优化

分别将 9 种待测物及内标的标准溶液配制成 100 μg/L 浓度的标准溶液, 使用两通连接液相色谱与质谱, 在正离子模式下进行全扫描, 确定化合物的母离子, 在通过子离

子扫描, 选取丰度较强、干扰较小的 2 个子离子分别作为定量及定性离子, 并优化去簇电压和碰撞电压, 9 种待测物及内标质谱参数优化结果见表 1。

3.2 DART 离子源温度的选择

气流温度会影响待测物的离子化效率, 是 DART 源的关键参数, 分别采用 300、350、400、450、500 °C 进行检测。如图 1~5 所示, 从 300 °C 开始, 各化合物的响应值随温度的升高而增加, 当温度达到 450 °C 时, 各化合物信号强度达到最高并趋于下降, 考虑到 DART 源能够设定的最高温度为 550 °C, 以及过高的温度可能导致不耐高温的农药分解等因素, 故选择 450 °C 作为 DART 离子源的温度。

3.3 进样溶剂的选择

定溶液对色质联用的峰型和响应值有较大影响, 同样对 DART-MS/MS 的响应值也有一定影响。我们分别比较了乙腈和水 2 种常用溶剂作为上样液对响应值的影响, 其中啶虫脒、噻虫嗪、吡虫啉等 3 种化合物的影响较大, 乙腈作为上样液的响应值高于水作为上样液, 见图 6~7。乙腈作为 QuEChERS 的提取剂可以直接上样, 无需转溶, 即减少了操作步骤, 节省了时间, 同时降低了氮吹对回收率的影响, 因此选择 QuEChERS 净化后直接上样检测。

表 1 9 种待测物及内标的质谱参数
Table 1 MS parameters of 9 analytes and their isotope labeled standards

编号	化合物	前体离子(<i>m/z</i>)	子离子(<i>m/z</i>)	去簇电压/V	碰撞能量/eV	内标物
1	烯酰吗啉(dimethomorph)	388.1	301.0*	115	29	10
		388.1	165.0	115	43	
2	噻虫嗪(thiamethoxam)	292.0	194.0*	60	18	10
		292.0	163.0	60	32	
3	吡唑醚菌酯(pyraclostrobin)	388.1	239.0*	50	13	10
		388.1	358.1	50	16	
4	吡虫啉(imidacloprid)	256.1	175.0*	60	26	10
		256.1	201.1	60	13	
5	灭多威(methomyl)	163.0	106.0*	18	13	10
		163.0	88.0	18	13	
6	吡蚜酮(pymetrozine)	218.0	105.0*	91	27	10
		218.0	78.0	91	47	
7	杀线威(oxamyl)	237.1	72.0*,	43	25	10
		237.1	90.1	43	11	
8	仲丁威(fenobucarb)	208.1	95.0*	65	21	10
		208.1	152.0	65	13	
9	啶虫脒(acetamiprid)	223.0	126.0*	70	27	10
		223.0	99.0	70	47	
10	磷酸三苯酯(Tpp)	327.1	152.1	45	14	

注: *为定量离子。

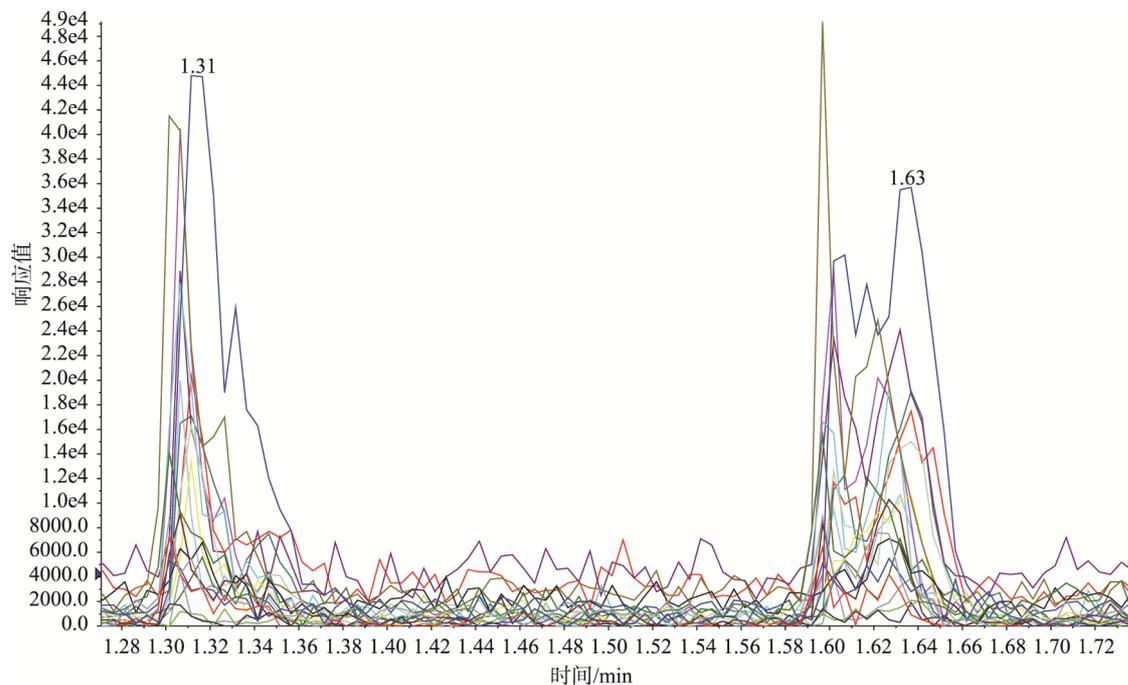


图 1 300 °C温度下 10 种化合物的 DART-MS/MS 的响应值
Fig.1 DART-MS/MS responses of 10 compounds at the temperature of 300 °C

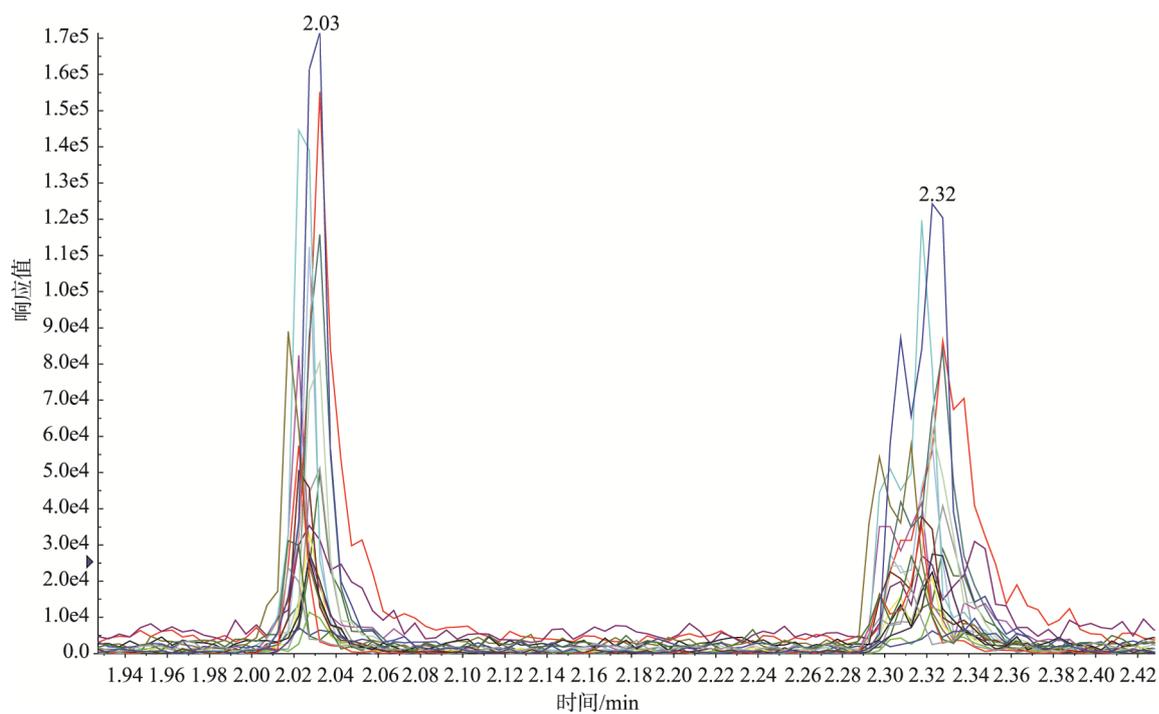


图 2 350 °C温度下 10 种化合物的 DART-MS/MS 的响应值
Fig.2 DART-MS/MS responses of 10 compounds at the temperature of 350 °C

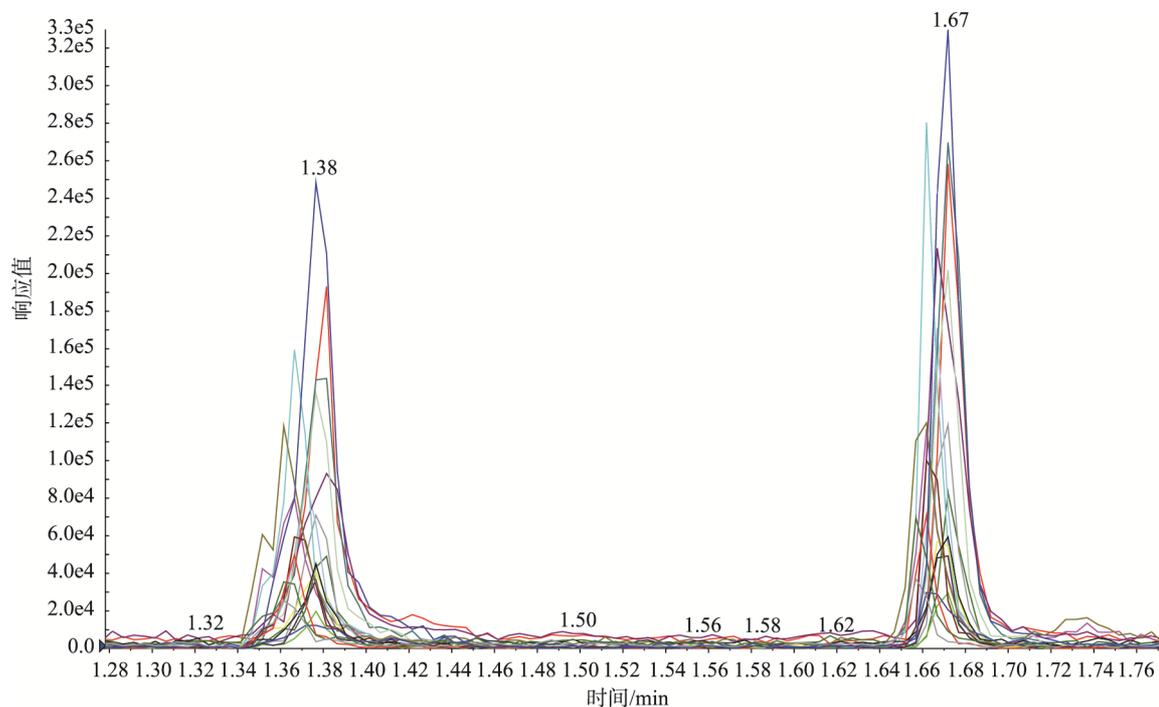


图 3 400 °C温度下 10 种化合物的 DART-MS/MS 的响应值
Fig.3 DART-MS/MS responses of 10 compounds at the temperature of 400 °C

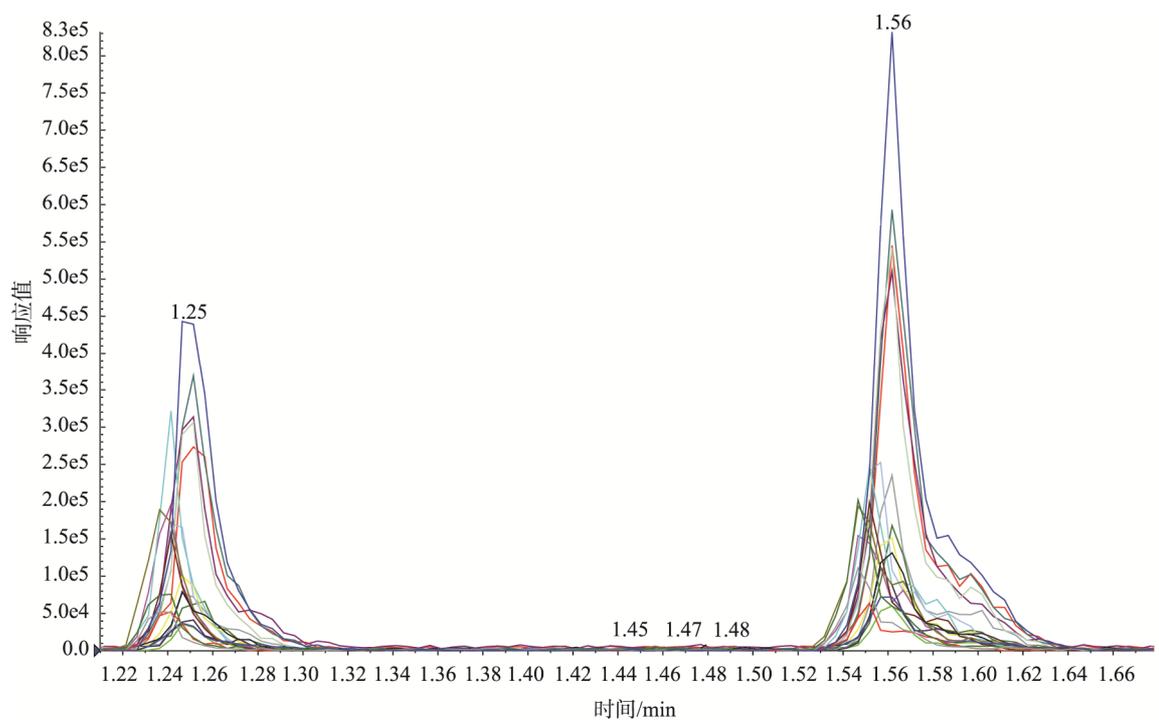


图 4 450 °C温度下 10 种化合物的 DART-MS/MS 的响应值
Fig.4 DART-MS/MS responses of 10 compounds at the temperature of 450 °C

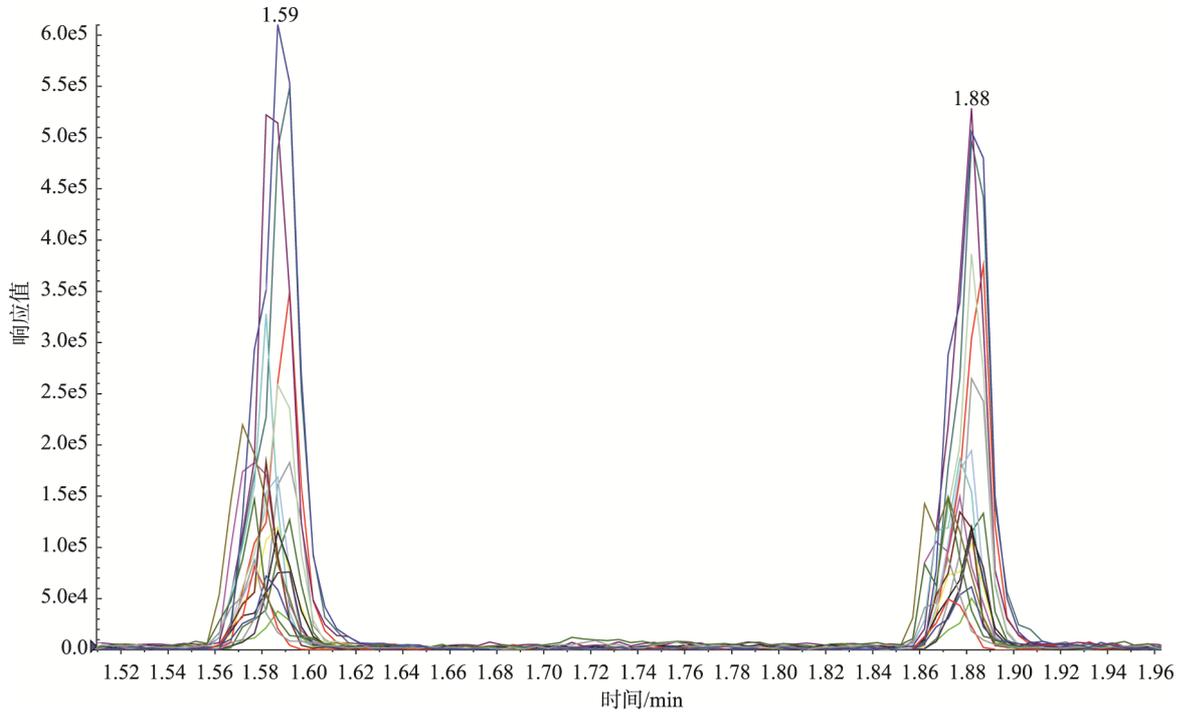
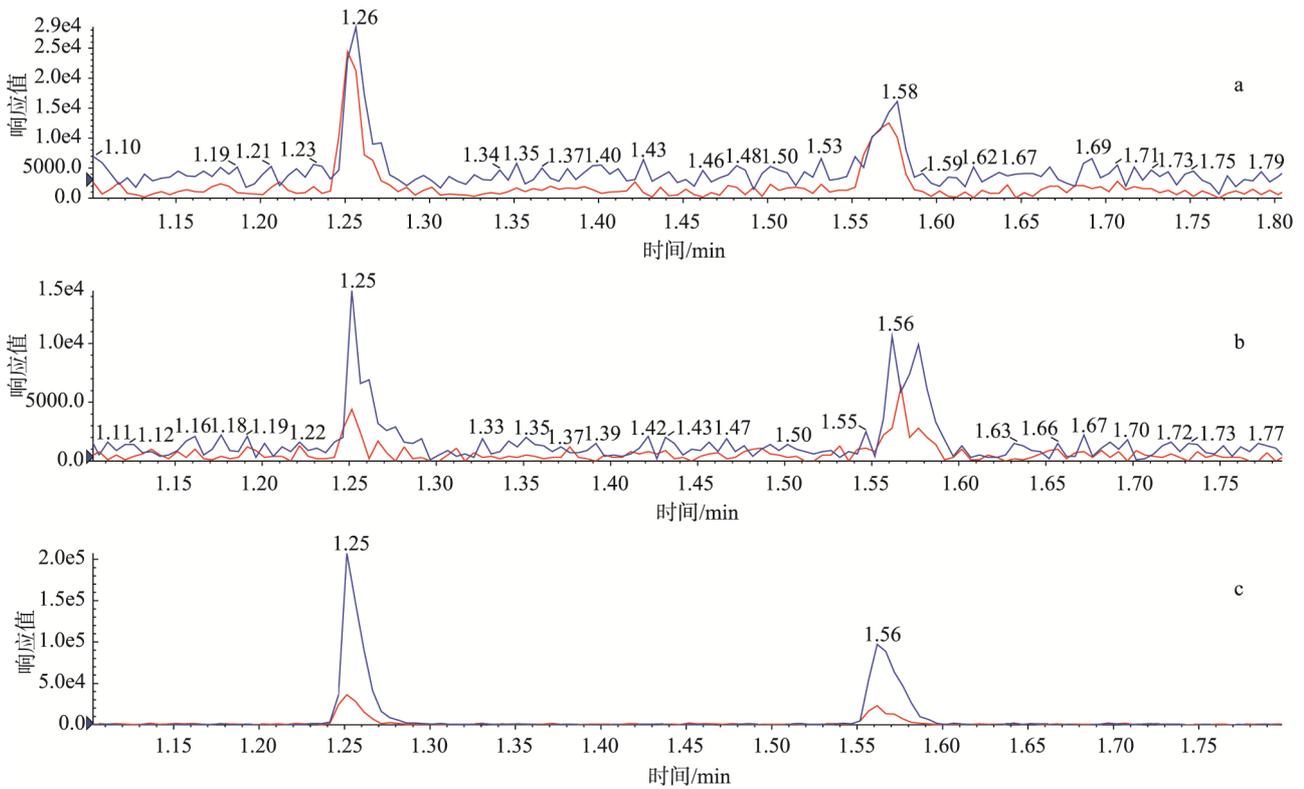
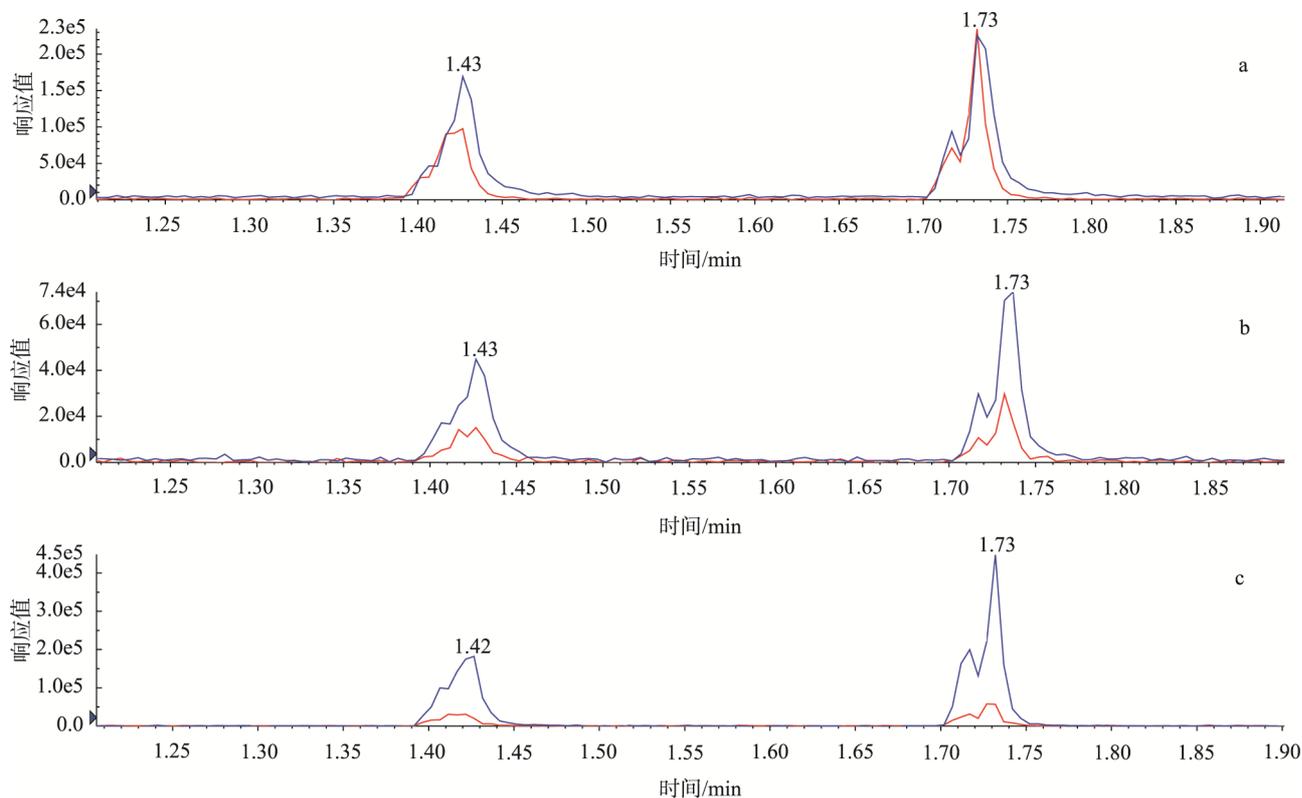


图 5 500 °C温度下 10 种化合物的 DART-MS/MS 的响应值
Fig.5 DART-MS/MS responses of 10 compounds at the temperature of 500 °C



注: a. 吡虫啉; b. 噻虫嗪; c. 啉虫脒。

图 6 水作为上样液时 3 种化合物的 DART-MS/MS 响应值
Fig.6 Response of 3 compounds under the solvent of water at DART-MS/MS mode



注: a. 吡虫啉; b. 噻虫嗪; c. 啶虫脒。

图 7 乙腈作为上样液时 3 种化合物的 DART-MS/MS 响应值

Fig.7 Response of 3 compounds under the solvent of acetonitrile at DART-MS/MS mode

3.4 方法的线性范围与检出限

以待测化合物和内标的峰面积比值为纵坐标、待测化合物的标示浓度为横坐标进行线性回归分析, 得到线性回归方程、相关系数。在 0.5 ~ 50 $\mu\text{g/L}$ 范围内, 各化合物的线性关系良好, 相关系数 r^2 均大于 0.9。检测限(limit of detection, LOD)和定量限(limit of quantitation, LOQ)分别根据 3 倍信噪比和 10 倍信噪比计算得出, 结果见表 2。方法检测限为 1.8~2.6 $\mu\text{g/kg}$, 定量限为 5 $\mu\text{g/kg}$, 方法灵敏度高。

3.5 方法的回收率与精密度

用空白样品加标方法进行回收率和精密度实验。分别对茶叶进行 5、10、50 $\mu\text{g/kg}$ 加标水平的回收率测定, 每个水平平行测定 7 次, 计算平均回收率和相对标准偏差。平均回收率为 70.1% ~ 109.8%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 15.5% ~ 22.4%, 结果见表 2, 方法的准确度和精密度都符合分析要求。

3.6 实际样品的检测

前处理方法参照 2.2.2, 分别采用 HPLC-ESI-MS/MS

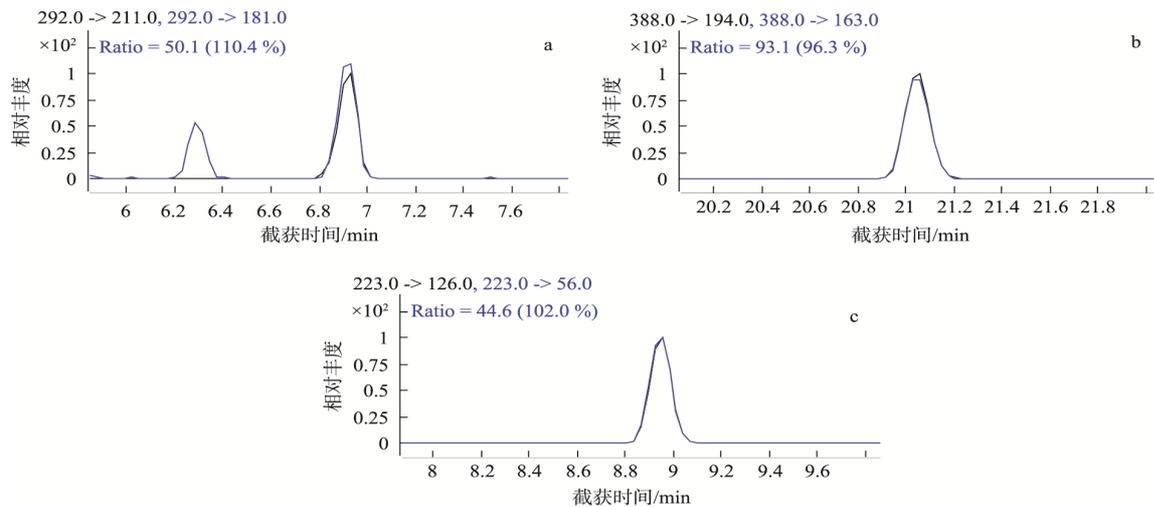
法和 DART-MS/MS 法对从青岛崂山当地购买的 6 份崂山绿茶进行实际样品检测, 其中 1 份样品检出噻虫嗪、烯酰吗啉、啶虫脒 3 种农药, 结果见图 8 和图 9。HPLC-ESI-MS/MS 法得到的结果结果分别为 16.7、84.1、45.8 $\mu\text{g/kg}$, DART-MS/MS 法得到的结果分别为 14.3、98.4、52.7 $\mu\text{g/kg}$, 2 种检测方式的结果基本吻合, 可以满足实际样品的定量检测。

4 结论

本研究利用 QuEChERS 技术对样品进行前处理, DART-MS/MS 法进行检测, 建立了茶叶中多种农药残留的检测方法。该方法仅需要简单的前处理, 实时直接进样分析, 无需色谱分离, 节省了时间, 减少了试剂的耗费, 非常适用于茶叶中多种农药残留的快速大批量的检测, 由于是初次尝试, 该方法检测的只是 9 种常见农药残留, 但是考虑到 DART-MS/MS 检测的原理和 QuEChERS 样品前处理技术的包容性, 只需多加改进, 更多的农药残留可以纳入该检测方法, 是现有标准检测方法的有效补充。

表 2 9 种化合物的线性方程、相关系数、检测限、定量限、平均回收率与相对标准偏差($n=7$)
Table 2 Linear equations, correlation coefficients(r^2), LODs, LOQs, mean recoveries and RSDs of 9 compounds ($n=7$)

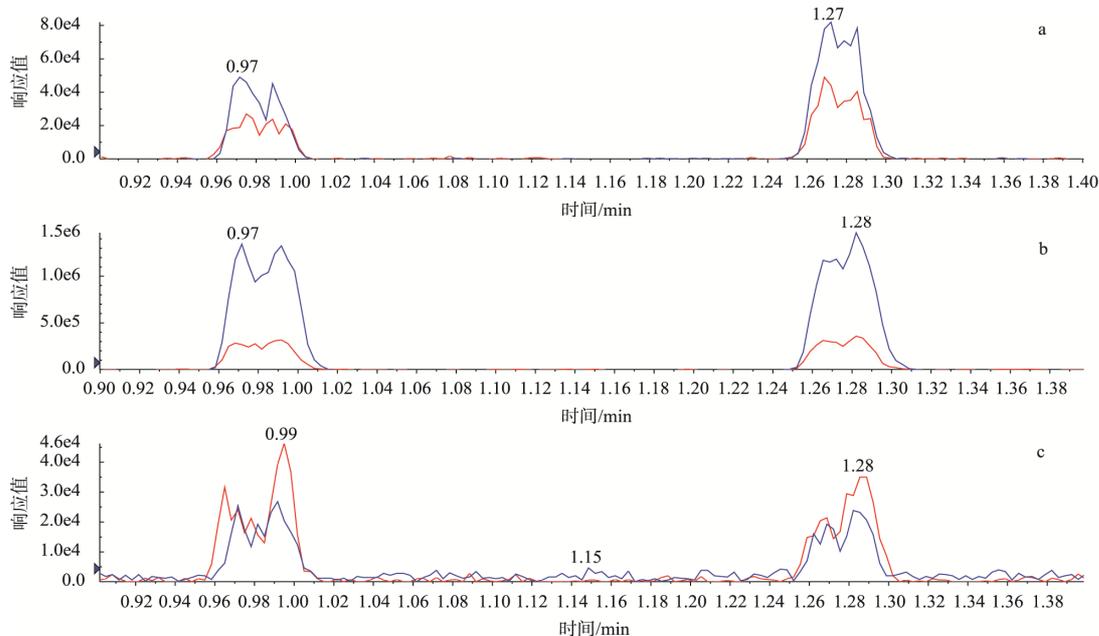
化合物	线性方程	相关系数	检测限/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	定量限/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	添加浓度/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	平均回收率/%	相对标准偏差/%
烯酰吗啉(dimethomorph)	$Y=0.977X+0.019$	0.95	2.1	5	5、10、50	84.1、84.4、85.0	16.1、17.5、18.4
噻虫嗪(thiamethoxam)	$Y=0.193X+0.021$	0.96	2.3	5	5、10、50	78.6、79.5、81.4	15.5、16.6、17.7
吡唑醚菌酯(pyraclostrobin)	$Y=1.517X+0.115$	0.94	2.6	5	5、10、50	83.4、84.2、83.6	16.1、17.4、17.5
吡虫啉(imidacloprid)	$Y=0.259X+0.003$	0.98	1.9	5	5、10、50	90.8、93.2、91.6	16.9、18.1、18.8
灭多威(methomyl)	$Y=0.312X-0.039$	0.98	2.1	5	5、10、50	70.1、72.1、73.5	16.4、15.8、18.4
吡蚜酮(pymetrozine)	$Y=0.445X+0.009$	0.99	2.0	5	5、10、50	109.8、96.6、107.6	18.6、22.4、17.8
杀线威(oxamyl)	$Y=1.856X-0.267$	0.95	1.8	5	5、10、50	78.2、79.5、71.9	17.4、16.6、15.9
仲丁威(fenobucarb)	$Y=2.781X+0.037$	0.91	2.4	5	5、10、50	78.5、79.8、80.5	17.3、18.5、17.4
啶虫脒(acetamiprid)	$Y=0.463X+0.013$	0.97	2.1	5	5、10、50	86.4、86.9、87.8	18.1、17.5、17.9



注: a. 噻虫嗪; b. 烯酰吗啉; c. 啶虫脒。

图 8 HPLC-ESI-MS/MS 方式下阳性样品的 MRM 谱图

Fig.8 MRM chromatograms of a positive sample using HPLC-ESI-MS/MS



注: a. 噻虫嗪; b. 烯酰吗啉; c. 啶虫脒。

图 9 DART-MS/MS 方式下阳性样品的 MRM 谱图

Fig.9 MRM chromatograms of a positive sample using DART-MS/MS

参考文献

- [1] 刘嘉琪. 福建省茶叶出口贸易现状及问题分析[J]. 现代商贸工业, 2019, 40(3): 43-45.
Liu JQ. Analysis on the current situation and problems of Fujian tea export trade [J]. Mod Bus Trade Ind, 2019, 40(3): 43-45.
- [2] 王金鑫. 基于欧盟官网通报不合格茶叶信息分析茶叶农残现状及应对措施[J]. 中国茶叶, 2018, 40(1): 37-39.
Wang JX. Analysis of the status quo of tea pesticide residues and countermeasures based on the information of unqualified tea published on the EU website [J]. China Tea, 2018, 40(1): 37-39.
- [3] 陈瑶. 茶树主要病虫害绿色防控技术[J]. 农业与技术, 2018, 38(21): 96-97.
Chen Y. Green control technology of main diseases and insect pests in tea plant [J]. Agric Technol, 2018, 38(21): 96-97.
- [4] European Union. Informal coordination of MRLs established in directives 76/895/EEC, 86/362/EEC, 86/363/EEC and 90/642/EEC [DB/OL]. [2009-05-25]. <http://europa.eu.Int/comm/food/plant/protection/pesticides/index.en.html>.
- [5] The Japan Food Chemical Research Foundation. Maximum residue limits(mRLs)list of agricultural chemicals in foods [DB/OL]. [2019-02-01]. <http://www.m5.ws001.squarestart.ne.jp/foundation/search.html>.
- [6] Anastassiades M, Lehotay SJ, Stajnbaher D, *et al.* Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and "dispersive solid-phase extraction" for the determination of pesticide residues in produce [J]. J AOAC Int, 2003, 86(2): 412-431.
- [7] 胡晓钟, 储晓刚, 余建新, 等. 气相色谱-质谱法快速筛选测定浓缩苹果汁中 105 种农药残留量[J]. 分析测试学报, 2003, 22(6): 26-31.
Hu XZ, Chu XG, Yu JX, *et al.* Rapid determination of 105 pesticide residues in concentrated apple juice by gas chromatography-mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2003, 22(6): 26-31.
- [8] 杨玉萍, 涂林, 金蝉, 等. 液相色谱串联质谱法同时检测蔬菜中 28 种农药残留[J]. 食品研究与开发, 2018, 39(24): 149-154.
Yang YP, Tu L, Jin C, *et al.* Simultaneous determination of 28 pesticide in vegetables by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Res Dev, 2018, 39(24): 149-154.
- [9] 周利, 罗逢健, 张新忠, 等. 纳米竹炭分散固相萃取/超高效液相色谱-串联质谱法测定绿茶中的农药多残留[J]. 分析测试学报, 2014, 33(6): 642-647.
Zhou L, Luo FJ, Zhang XZ, *et al.* Determination of multi-pesticide residues in green tea by nano bamboo charcoal-dSPE/ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2014, 33(6): 642-647.
- [10] 高帅, 陈辉, 胡雪艳, 等. 改进的 QuEChERS 方法结合液相色谱-四极杆-飞行时间质谱快速筛查与确证调味茶中 52 种农药残留[J]. 色谱, 2019, 37(9): 955-963.
Gao S, Chen H, Hu XY, *et al.* Rapid screening and identification of 52 pesticide residues in flavored tea by improved QuEChERS combined with liquid chromatography-quadrupole-time-of-flight mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2019, 37(9): 955-963.
- [11] GB 23200.13-2016 食品安全国家标准 茶叶中 448 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-质谱法[S].
GB 23200.13-2016 National food safety standard-Determination of 448 pesticides residues in tea-Liquid chromatography-mass spectrometry [S].
- [12] Robert BC, James A. Laramée H, *et al.* Versatile new ion source for the analysis of materials in open air under ambient conditions [J]. Anal Chem, 2005, 77(8): 2297-2302.
- [13] Elena SC, Gertrud EM. Determination of drugs and drug-like compounds in different samples with direct analysis in real time mass spectrometry [J]. Mass Spectr Rev, 2011, 30(5): 875-883.
- [14] Gross JH. Direct analysis in real time mass spectrometry [J]. Anal Bioanal Chem, 2014, 406(1): 63-80.
- [15] Paul NN, Facundo MF, Aline P, *et al.* A collaborative epidemiological investigation into the criminal fake artesunate trade in south east Asia [J]. PLoS Med, 2008, 5(2): 209-219.
- [16] Chen GQ, Cao PY, Liu RJ. A multi-residue method for fast determination of pesticides in tea by ultra performance liquid chromatography-electrospray tandem mass spectrometry combined with modified QuEChERS sample preparation procedure [J]. Food Chem, 2011, 125(4): 1406-1411.

(责任编辑: 李磅礴)

作者简介

宫小明, 研究员, 主要研究方向为农兽残留、真菌毒素及添加剂分析。
E-mail: 9647125@qq.com.