

QuEChERS-液相色谱-串联质谱法测定葵花籽中 30种农药残留

吴远高^{1*}, 房芳², 韩慧¹, 朱侠², 张珊珊¹

(1. 乌鲁木齐海关技术中心塔城分中心, 塔城 834700; 2. 乌鲁木齐海关技术中心, 乌鲁木齐 830063)

摘要: **目的** 建立 QuEChERS-液相色谱-串联质谱法测定葵花籽中 30 种农药残留的分析方法。**方法** 葵花籽用 1% 乙酸-乙腈溶液提取, QuEChERS 试剂净化, 液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)测定, 多反应监测模式(multiple reaction monitoring, MRM)分析, 外标法定量。**结果** 30 种农药分为 2 组, 第 1 组 23 种农药在 10~100 $\mu\text{g/L}$ 范围内, 第 2 组 7 种农药在 1~10 $\mu\text{g/L}$ 范围内, 这 2 组的峰面积与对应的质量浓度间都呈良好的线性关系, 相关系数大于 0.9970。各组在 3 个添加水平的平均回收率为 70%~120%(第 1 组 10.20 和 100 $\mu\text{g/kg}$, 第 2 组 1.0、2.0 和 10 $\mu\text{g/kg}$ 各 3 个添加水平), 相对标准偏差 1.50%~9.57%($n=6$), 定量限 0.01~0.20 $\mu\text{g/kg}$ 。**结论** 该方法操作灵敏、准确、可靠, 能满足葵花籽中多种农药残留量的检测。

关键词: QuEChERS; 液相色谱-串联质谱法; 葵花籽; 农药残留

Determination of 30 pesticide residues in sunflower seeds by QuEChERS-liquid chromatography-tandem mass spectrometry

WU Yuan-Gao^{1*}, FANG Fang², HAN Hui¹, ZHU Xia², ZHANG Shan-Shan¹

(1. Tacheng Technical Center of Urumqi Customs, Tacheng 834700, China;
2. Technical Center of Urumqi Customs, Urumqi, 830063, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for rapid determination of 30 pesticide residues in sunflower seeds by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). **Methods** Sunflower seeds were extracted with 1% acetic acid-acetonitrile solution, purified with QuEChERS reagent, and determined by LC-MS/MS, then analyzed by multi-reaction monitoring mode (MRM), and quantified by external standard method. **Results** The thirty pesticides were divided into two groups, the two groups showed a good linear relationship between the peak area and the corresponding mass concentration of the first group in the range of 10–100 $\mu\text{g/kg}$, and the second group in the range of 1.0–10 $\mu\text{g/kg}$, the correlation coefficients were greater than 0.997. The average recoveries in the spiked level of 10, 20 and 100 $\mu\text{g/kg}$, and the second group at 1.0, 2.0 and 10 $\mu\text{g/kg}$ were between 70% to 120%, the relative standard deviations (RSD) were between 1.50% to 9.57% ($n=6$), and the quantitative limit were between 0.01–

基金项目: 海关总署科研项目(2019HK119)

Fund: Supported by the Scientific research projects of the General Administration of Customs (2019HK119)

*通信作者: 吴远高, 工程师, 主要研究方向为果蔬农药残留检测。E-mail: wuyuangao2010@sina.com

*Corresponding author: WU Yuan-Gao, Engineer, Technical Center of Urumqi Customs, No.19, Yingbin Road, Tacheng 834700, China. E-mail: wuyuangao2010@sina.com

0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$. **Conclusion** The method is sensitive, accurate and reliable, which is suitable for monitoring pesticide residues in sunflower seeds.

KEY WORDS: QuEChERS; liquid chromatography-tandem mass spectrometry; sunflower seeds; pesticide residues

0 引言

葵花籽由于其具有较高的食用、药用和经济价值而进口逐年递增。葵花油富含不饱和脂肪酸、多种维生素和微量元素,成为发达国家的首选食用油^[1-2]。随着种植面积的扩大,农药广泛应用,农药残留风险也相应增加^[3]。而关于油料作物液相色谱-串联质谱法检测的报道较少^[4]。韩梅等^[5]采用乙腈提取,凝胶色谱及固相萃取净化,气相色谱-质谱法测定葵花籽中28种农药,李南等^[6]用乙腈(含1%乙酸)提取,固相萃取净化,气相色谱-质谱法测定坚果中185种农药残留,二者前处理采用凝胶色谱-固相萃取净化或直接用固相萃取净化传统方法,这些前处理方法都具有高效性和准确性等优点,但是前处理步骤繁琐、耗时较长、需要大量的人员来进行样品前处理操作,且处理过程中所用试剂和耗材价格昂贵、具有耗时耗力的缺点。近年来 QuEChERS 被应用于食品农产品中农药快速检测中,从而提高检测效率。由于其操作简单、快速、准确度高特点被广泛应用于水果、蔬菜中高质量的农药残留检测^[7-11]。但是目前 QuEChERS 法在油料农药残留检测中报道较少。

本研究以葵花籽为样品,探索采用 QuEChERS 法提取净化葵花籽中农药残留,液相色谱-串联质谱法测定葵花籽中30种农药残留,与 SN/T 4428—2016《出口油料和植物油中多种农药残留的测定 液相色谱-质谱/质谱法》^[12]相比,本研究采用1%乙酸-乙腈溶液提取,无水硫酸镁盐析,同时在净化中加入 PSA、C₁₈、炭黑作为净化试剂,以消除样品中其他成分对检测结果影响。经大量反复实验证明该方法在葵花籽农药残留检测中具有操作简单、快速、准确、可靠的特点,能满足葵花籽中农药残留检测,以期对葵花籽中农药残留监测提供参考。

1 材料与方 法

1.1 仪器与试剂

L30 液相色谱仪(日本岛津公司); API4000+串联质谱(美国 AB 公司); CF16R 离心机(日本日立公司); IKAMS3 旋涡混合器(德国 IKA 公司); N-EVAP 24 氮吹仪(美国 Organon Associates 公司); GM200 刀式研磨仪(德国莱池公司); Mill-Q 超纯水机(美国密理博公司); ML104 万分之一天平(瑞士梅特勒公司); 0.2 μm 微孔过滤膜(美国

Agilent 公司)。

乙二胺-N-丙基硅烷 PSA、C₁₈(美国 Agilent 公司); 乙腈(色谱纯,美国 Merck 公司); 甲醇(色谱纯,美国 Sigma 公司)、乙酸、乙酸铵、无水乙酸钠、甲酸、石墨化炭黑(graphitized carbon black, GCB)、无水硫酸镁(分析纯); 实验用水由 Mill-Q 净化。

30 种农药标准品:

辛硫磷(97.77%)、恶霜灵(97.69%)、多菌灵(99.0%)、噁霜灵(97.6%)、腈苯唑(99.1%)、氟硅唑(99.5%)、苯霜灵(99.5%)、烯草酮(99.7%)、氟吡甲禾灵(99.0%)(德国 Dr. Ehrenstorfer 公司)。

苯线磷、吡虫啉、杀虫脒、啉虫脒、氯唑磷、三唑磷、克百威、倍硫磷(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 天津农业部)。

灭多威、噻虫胺、马拉硫磷、甲霜灵、蝇毒磷、抗蚜威、氧化乐果、丙溴磷、二嗪磷、联胺、甲硫威、乙酰甲胺磷、啶硫磷(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 天津农业部)。

本研究所用样品均为哈萨克斯坦进口葵花籽。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液的配制

农药标准储备液的配制: 分别取 5~10 mg (精确至 0.1 mg)30 种农药标准品分别置于 10 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并定容至刻度。标准储备溶液置于-18 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱避光储存。

混合标准工作溶液配制: 分别移取适量混合标准储备液,用甲醇-水溶液(1:1, V:V)分别配制第 1 组 100、75、50、20、10 $\mu\text{g}/\text{L}$, 第 2 组 10、7.5、5.0、2.0、1.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的系列浓度混合标准溶液,现配现用。

1.2.2 样品前处理

用 GM200 刀式研磨仪将葵花籽研磨成粉末状(粒度小于 300 μm),称取 4.0 g 样品于 50 mL 离心管中,加纯水 8 mL 浸泡 10 min,加 20 mL 1%乙酸-乙腈溶液(1:99, V:V),涡旋 2 min,加入 6.0 g 无水硫酸镁,1.5 g 乙酸钠,涡旋 5 min,以 8000 r/min 转速离心 5 min,取上清液 10 mL 加入到含有 1.5 g 无水硫酸镁、400 mg PAS、400 mg C₁₈、25 mg GCB 的离心管中,涡旋 2 min,以 4000 r/min 转速离心 5 min,取 5 mL 上清液氮吹至近干,加 2 mL 甲醇-水溶液(1:1, V:V),涡旋 2 min 混匀,过 0.2 μm 滤膜,供 LC-MS/MS 测定。

1.2.3 色谱条件

色谱柱: Waters T3 柱(2.1 mm \times 100 mm, 1.8 μm); 柱温

度: 40 °C; 样品温度 20 °C; 进样量体积: 2 μ L, 流速: 0.25 mL/min。流动相 A 为 0.1%甲酸-10 mmol/L 乙酸铵水溶液, 流动相 B 为乙腈(含 0.1%甲酸)溶液, 流速及梯度洗脱程序见表 1。

表 1 流动相、流速及梯度洗脱程序

Table 1 Mobile phase, flow rate and gradient elution procedures

时间/min	A/%	B/%
1	90	10
2	15	85
5	15	85
6	90	10

1.2.4 质谱条件

碰撞气: 氮气; 电喷雾离子源正离子(electron spray ionization, ESI+); 锥孔电压: 5000 V; 离子源雾化气 G1、G2: 50 psi; 气帘气: 15 psi; 碰撞气: 10 psi; 离子源温度: 500 °C; 质谱扫描方式: 多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM), 各化合物参数见表 2。

2 结果与分析

2.1 净化试剂的选择

葵花籽中含有大量的油脂、蛋白质、色素等大分子化合物, 如净化不好会对检测结果造成影响甚至污染检测设备。PSA、C₁₈、石墨化炭黑(graphitized carbon black, GCB)

表 2 30 种化合物
Table 2 Parameters of 30 compounds

第 1 组						
化合物名称	保留时间/min	母离子(<i>m/z</i>)	检测离子(<i>m/z</i>)	驻留时间/ms	去簇电压/V	碰撞电压/eV
多菌灵	3.20	192.1	160.1*	50	61	23
			132.1	50		49
氯唑磷	4.25	314.1	162.1*	50	47	21
			120.0	50		41
联胺	3.42	300.1	127.1*	50	27	31
			174.1	50		18
杀虫脒	3.18	197.2	117.1*	50	39	39
			125.1	50		45
苯线磷	3.90	304.1	217.1*	50	30	29
			202.0	50		46
辛硫磷	4.50	299.0	97.0*	50	45	27
			129.0	50		15
甲硫威	3.87	226.1	169.1*	50	53	13
			121.1	50		25
噻虫胺	3.24	250.1	132.1*	50	49	19.8
			169.1	50		18.9
灭多威	3.15	163.1	88.1*	50	31	13.1
			106.1	50		15.7
腈苯唑	3.95	337.1	125.1*	50	81	36
			70.0	50		70
氧化乐果	3.58	214.0	143.1*	50	52	23
			155.0	50		21
乙酰甲胺磷	2.13	184.0	143.0*	50	47	10
			113.0	50		31
啶虫脒	3.28	223.2	126.0*	50	65	28
			90.0	50		47
氟硅唑	3.93	316.1	165.1*	50	85	37
			247.1	50		26

表 2(续)

第 1 组						
化合物名称	保留时间/min	母离子(<i>m/z</i>)	检测离子(<i>m/z</i>)	驻留时间/ms	去簇电压/V	碰撞电压/eV
吡虫啉	3.30	256.1	175.1*	50	71	21
			209.1	50		25
三唑磷	4.06	314.1	162.1*	50	47	21
			119.1	50		41
克百威	3.60	222.3	165.1*	50	58	17
			123.1	50		28
甲霜灵	3.72	280.1	220.2*	50	26	19
			192.2	50		25
啶硫磷	4.38	299.1	163.1*	50	67	28
			147.1	50		29
烯草酮	5.10	360.1	164.1*	50	68	28
			240.0	50		24
蝇毒磷	4.43	363.3	227.2*	50	77	34
			307.0	50		25
倍硫磷	4.35	279.0	169.1*	50	68	24
			105.1	50		36
氟吡甲禾灵	4.53	376.1	316.2*	50	76	23
			288.2	50		35
第 2 组						
二嗪磷	4.72	305.1	169.1*	50	70	25
			153.2	50		28
抗蚜威	3.73	239.2	72.0*	50	65	35
			182.2	50		23
马拉硫磷	4.03	331.0	127.1*	50	65	16
			99.0	50		30
乐果	3.31	230.2	199.0*	50	50	13
			125.1	50		28
丙溴磷	4.97	373.0	303.0*	50	80	24
			345.0	50		18
苯霜灵	4.42	326.2	208.2*	50	96	23
			148.1	50		32
噁霜灵	3.46	279.2	219.2*	50	101	15
			102.1	50		14

注: *为定量离子。

是 QuEChERS 法净化中常用吸附剂。PSA 可去除小部分色素和大量的糖和酸, C₁₈ 对去除脂肪类等非极性化合物效果比较好^[13-14]。GCB 有非常好的净化效果, 但是其对含有平面芳香环结构的农药分子较强的吸附作用如多菌灵、蝇毒磷等, 大大降低此类农残的回收率^[15], 基于上述原因, 在大量的实验分析中发现加入 400 mg PSA、400 mg C₁₈、25 mg GCB 净化样品时, 对多菌灵、蝇毒磷回收率影响较小, 从下表 3 中看出两者回收率均在 84% 以上。综上分析: 本实验选择 1.5 g 无水硫酸镁吸附样品中水分, 400 mg PSA、400 mg C₁₈、25 mg GCB 净化提取液, 回收率明显提高, 平行性较好。

2.2 基质效应的抑制

在 LC-MS/MS 定量分析过程中基质效应是影响定量准确性的重要因素。目前抑制基质效应的方法主要有: 基质加标工作曲线法、同位素内标法、减少进样量样品和稀释样品等^[16]。由于同位素内标法昂贵且不易得, 本研究采用基质加标工作曲线法、减少进样量和稀释样品抑制基质效应。研究发现 30 种农药都存在不同程度的基质效应。通过对在溶剂中及在空白基质中标准品(第 1 组浓度 0.05 mg/L、第 2 组浓

度 0.005 mg/L)标准溶液分别进行测定, 比较峰面积来判断其基质效应强弱。结果表明: 空白基质中标准品峰面积与在溶剂中标准品峰面积相差小于 30% 有 21 种, 大于 30% 的有多菌灵、杀虫脒、啉虫脒、吡虫啉、克百威 5 种, 超过 50% 的有灭多威、马拉硫磷、乐果、噁霜灵 4 种。可以看出这些农药基质效应比较明显, 采用空白基质配置标准曲线进行校正, 能在一定程度上抑制基质效应。

2.3 标准曲线绘制

经研究发现, 30 种农药混标在绘制标准曲线时, 部分农药线性较差, 可能是由于部分农药碎片离子存在相互干扰。为了消除相互干扰、根据标准品在仪器中的响应值及相关农药在我国食品中的限量范围, 把 30 只农药分为 2 组: 第 1 组 23 种, 曲线范围 10~100 μg/L 按 10、20、50、75、100 μg/L 用空白基质配置标准曲线, 第 2 组 7 种, 曲线范围 1~10 μg/L 按 1.0、2.0、5.0、7.5、10 μg/L 用空白基质配置标准曲线, 空白基质按 1.2.2 方法提取。结果表明: 30 种农药在各组的浓度范围内线性关系明显改善, 都有良好的线性关系, 相关系数大部分均在 0.9970 以上详见表 3。

表 3 30 种农药残留的回归方程、相关系数、定量限、回收率及相对标准偏差
Table 3 Regression equation, correlation coefficient, quantitative limits, recovery rate and relative standard deviation of pesticide residues

名称	回归方程	相关系数 <i>r</i>	定量限/(μg/kg)	回收率/%			RSD/%		
				加 标 量/(μg/kg)			加 标 量/(μg/kg)		
				10	20	100	10	20	100
多菌灵	$Y=3.26 \times 10^4 X - 2.95 \times 10^4$	0.9985	0.02	98	84	97	7.09	8.07	4.01
氯唑磷	$Y=3.66 \times 10^4 X - 4.81 \times 10^4$	0.9996	0.01	84	88	90	3.44	4.97	3.87
联胺	$Y=3.75 \times 10^4 X - 9.43 \times 10^4$	0.9986	0.01	94	88	81	5.34	4.57	5.76
杀虫脒	$Y=1.28 \times 10^3 X - 3.47 \times 10^3$	0.9995	0.14	98	84	89	7.02	5.53	3.98
苯线磷	$Y=5.13 \times 10^4 X + 5.82 \times 10^4$	0.9997	0.04	90	80	99	8.80	2.59	4.61
辛硫磷	$Y=6.6 \times 10^3 X - 2.46 \times 10^4$	0.9982	0.14	95	87	93	9.57	5.34	4.94
甲硫威	$Y=1.56 \times 10^4 X + 2.45 \times 10^4$	0.9979	0.02	82	78	84	5.59	3.87	5.69
噻虫胺	$Y=2.63 \times 10^3 X - 5.47 \times 10^3$	0.9977	0.07	95	88	100	8.27	4.68	5.92
灭多威	$Y=3.25 \times 10^4 X - 1.79 \times 10^4$	0.9994	0.02	111	92	87	3.82	5.22	5.67
腈苯唑	$Y=1.03 \times 10^4 X + 1.16 \times 10^4$	0.9983	0.06	96	82	89	3.78	5.11	1.96
氧化乐果	$Y=4.02 \times 10^3 X - 1.02 \times 10^4$	0.9999	0.20	96	98	89	5.60	1.50	2.16
乙酰甲胺磷	$Y=2.09 \times 10^3 X - 2.7 \times 10^3$	0.9996	0.19	94	95	93	9.36	1.53	4.08

表3(续)

名称	回归方程	相关系数 r	定量限/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率/%			RSD/%		
				量/($\mu\text{g}/\text{kg}$)			量/($\mu\text{g}/\text{kg}$)		
				加	标	量/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	加	标	量/($\mu\text{g}/\text{kg}$)
10	20	100	10	20	100				
啶虫脒	$Y=2.02*10^4X-1.04*10^4$	0.9991	0.03	73	101	94	8.41	6.36	2.80
氟硅唑	$Y=2.37*10^4X-6.83*10^4$	0.9987	0.02	72	77	89	5.60	6.44	2.78
吡虫啉	$Y=2.81*10^3X-5.89*10^3$	0.9985	0.15	77	90	99	6.76	3.79	2.78
三唑磷	$Y=8.37*10^4X+1.76*10^5$	0.9999	0.01	92	92	98	4.85	4.38	4.74
克百威	$Y=6.13*10^4X+2.42*10^5$	0.9995	0.01	76	97	98	6.84	4.22	3.02
甲霜灵	$Y=4.77*10^4X-9.01*10^4$	0.9985	0.01	79	85	92	8.46	1.64	3.83
啶硫磷	$Y=1.57*10^4X-6.41*10^4$	0.9988	0.05	76	91	96	4.65	6.62	3.36
烯草酮	$Y=9.15*10^3X-4.36*10^4$	0.9981	0.10	93	88	90	6.77	2.79	2.88
蝇毒磷	$Y=9.65*10^3X-5.31*10^4$	0.9980	0.07	98	100	97	6.80	5.99	4.50
倍硫磷	$Y=2.29*10^3X-7.88*10^3$	0.9979	0.20	95	96	96	8.76	5.20	2.17
氟吡甲禾灵	$Y=4.11*10^4X-1.52*10^4$	0.9979	0.04	91	98	91	5.65	5.50	5.07
二嗪磷	$Y=3.5*10^4X-5.03*10^4$	0.9993	0.04	74	94	87	6.74	5.10	3.76
抗蚜威	$Y=9.71*10^4X-1.12*10^4$	0.9992	0.01	90	98	88	5.92	3.12	6.36
马拉硫磷	$Y=2.6*10^4X+1.18*10^4$	0.9982	0.04	96	93	97	7.60	6.61	6.77
乐果	$Y=4.49*10^4X-8.24*10^3$	0.9980	0.01	86	88	93	4.16	5.83	3.87
丙溴磷	$Y=8.88*10^3X-3.38*10^3$	0.9979	0.11	79	93	87	4.54	5.40	5.45
苯霜灵	$Y=4.72*10^5X+2.48*10^5$	0.9986	0.01	77	99	94	8.11	5.14	4.97
噁霜灵	$Y=1.01*10^5X-4.84*10^4$	0.9992	0.02	86	97	92	8.63	3.91	7.30

2.4 定量限、回收率和精密度

在本研究中以 10 倍信噪比($S/N=10$)所对应浓度作为方法定量限,各农药方法定量限见表 3。从表 3 中可以看出本方法定量限均小于 0.01 mg/kg。我国食品安全标准 GB 2763—2014《食品中农药最大残留限量》^[17]中规定葵花籽中农药的最高残留限量(maximum residue limit, MRL)值:氟硅唑(0.1 mg/kg)、甲霜灵(0.05 mg/kg)、抗蚜威(0.1 mg/kg)、甲硫威(0.05 mg/kg)、腈苯唑(0.05 mg/kg)均高于本法定量限。本实验采用在空白样品(经检测不含

目标化合物)中加标的方法进行回收率和方法精密度测试。第 1 组添加混合标准物使样品中目标化合物含量分别为 10、20、100 $\mu\text{g}/\text{kg}$,第 2 组含量为 1.0、2.0、10 $\mu\text{g}/\text{kg}$,各 3 个水平浓度,6 个平行样品。结果显示,各目标化合物回收率均在 70%~120%之间,相对标准偏差 1.50%~9.57%($n=6$),回收率和相对标准偏差符合实验室质量控制要求。

2.5 实际样品分析

本研究的样品均来自哈萨克斯坦进口葵花籽(10 批

次), 均未检出这 30 中农药残留。

3 结 论

建立了 QuEChERS 前处理方法结合液相色谱-串联质谱法测定葵花籽中 30 种农药残留。样品经 1%乙酸-乙腈溶液提取, 无水硫酸镁、PSA、C₁₈ 及石墨化炭黑净化, 有效消除样品背景干扰, 通过基质配置标准曲线检测灵敏度明显提高, 方法定量限均小于 0.01 mg/kg, 满足葵花籽中农药残留检测最大要求。通过反复实验验证该方法操作灵敏、准确、可靠, 能满足油料中多农药残留检测, 对进口油料中其他农药残留检测提供了可行的参考价值。

参考文献

- 张莹, 张雯丽. 世界葵花籽生产、贸易结构变迁及趋势分析[J]. 世界农业, 2018, 55(9): 119–126.
ZHANG Y, ZHANG WL. Analysis on the changes and trends of world sunflower seed production and trade structure [J]. World Agric, 2018, 55(9): 119–126.
- 赵贵兴, 钟鹏, 陈霞, 等. 我国向日葵产业发展现状及对策[J]. 食品工业, 2011, 32(10): 76–78
ZHAO GX, ZHONG P, CHEN X, *et al.* Current situation and countermeasures of China's development towards Rikui industry [J]. Food Ind, 2011, 32(10): 76–78.
- 刘洋, 段文锋, 赵敏. 我国坚果炒货食品质量安全管理现状与建议[J]. 食品工业科技, 2013, 34(9): 272–276.
LIU Y, DUAN WF, ZHAO M. Present situation and suggestion for the management of roasted seeds and nuts quality and safety in China [J]. Sci Tech Food Ind, 2013, 34(9): 272–276.
- 贺敏, 贾春虹, 余平中, 等. 土壤和葵花籽中精异丙甲草胺的残留分析[J]. 农药, 2009, 48(12): 902–903.
HE M, JIA CH, YU PZ, *et al.* Residue analysis method of S-metolachlor in sunflower seed and soil [J]. Pesticides, 2009, 48(12): 902–903.
- 韩梅, 侯雪, 郭灵安, 等. 气相色谱-串联质谱法测定葵花籽中 28 种农药残留[J]. 农药学报, 2016, 18(1): 93–100.
HAN M, HOU X, GUO LA, *et al.* Determination of 28 pesticide residues in sunflower seeds by gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Pesti Sci, 2016, 18(1): 93–100.
- 李南, 石志红, 庞国芳, 等. 坚果中 185 种农药残留的气相色谱-串联质谱法测定[J]. 分析测试学报, 2011, 30(5): 513–521.
LI N, SHI ZH, PANG GF, *et al.* Determination of 185 pesticide residues in nuts by gas- chromatography tandem mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2011, 30(5): 513–521.
- 刘佳, 蔡滔, 庞宏宇, 等. QuEChERS-超高效液相色谱三重四级杆线性离子阱串联质谱法测定果蔬中 64 种农药残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(12): 3936–3945.
LIU J, CAI T, PANG HY, *et al.* Determination of 64 pesticide residues in fruits and vegetables by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography triple four-stage linear ion trap tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(12): 3936–3945.
- 孙志高, 盛冉, 郝静梅, 等. QuEChERS—高效液相色谱法检测柑桔中毒死蜱、吡虫啉和残杀威农残[J]. 食品与机械, 2017, 33(6): 68–72.
SUN ZG, SHEN R, HAO JM, *et al.* Detected chlorpyrifos, imidacloprid and propoxur residues in citrus by QuEChERS-high performance liquid chromatography method [J]. Food Mach, 2017, 33 (6): 68–72.
- 常海华, 卢忠魁, 尚轶. QuEChERS-液相色谱-串联质谱法测定蔬菜中 6 种氨基甲酸酯农药及其代谢物的含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(12): 3992–3997.
CHANG HH, LU ZK, SHANG Y. Determination of 6 kinds of carbamate pesticides and their metabolites in vegetables by QuEChERS-liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(12): 3992–3997.
- 吴岩, 姜冰, 徐义刚. QuEChERS – 液相色谱 – 串联质谱法同时测定果蔬中 16 种农药残留[J]. 色谱, 2015, 33(3): 228–234.
WU Y, JIANG B, XU YG. Determination of 16 pesticide residues in fruits and vegetables by QuEChERS-liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2015, 33(3): 228–234.
- 黄松, 刘佳, 陈彦宏, 等. 改良 QuEChERS 法在农药多残留检测中的应用[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(12): 3683–3688.
HUANG S, LIU J, CHEN YH, *et al.* Application of the modified QuEChERS in the multi-class pesticide residues [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(12): 3683–3688.
- SN/T 4428—2016 出口油料和植物油中多种农药残留的测定 液相色谱-质谱/质谱法[S].
SN/T 4428—2016 Determination of pesticide residues in export oilseeds and vegetable oils-Liquid chromatography mass spectrometry/mass spectrometry [S].
- 陈士恒, 史晓梅, 吕岳文, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联四级杆质谱法快速检测番茄酱中 19 种常见农药残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, 4(6): 1128–1136
CHEN SH, SHI XM, LV YW, *et al.* Simultaneous determination of 19 common pesticides residues in tomato paste by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2015, 4(6): 1128–1136.
- 石焱芳, 王 征, 吴丽荣, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定蔬菜中 30 种农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11 (3): 891–901.
SHI YF, WANG Z, WU LR, *et al.* Simultaneous detection of 30 pesticide residues in vegetables by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11 (3): 891–901.
- 花 锦, 张小燕, 杜利君. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定油料和植物油中 77 种农药残留量[J]. 食品安全质量检测学报,

2015, 5(6): 1691-1697.

HUA J, ZHANG XY, DU LJ. Simultaneous determination of 77 pesticides in oil plants and plant oil by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry with QuEChERS [J]. J Food Saf Qual, 2015, 5 (6): 1691-1697.

[16] 王连珠, 周昱, 陈泳, 等. QuEChERS 样品前处理-液相色谱-串联质谱法测定蔬菜中 66 种有机磷农药残留量方法评估[J]. 色谱, 2012, 30(2): 146-153.

WANG LZ, ZHOU Y, CHEN Y, et al. Evaluation of 66 organophosphorus pesticide residues in vegetables by QuEChERS sample pretreatment tliquid chromatography and tandem mass spectrometry [J]. Chin J

Chromatogr, 2012, 30(2): 146-153.

[17] GB 2763—2014 食品中农药最大残留限量[S].

GB 2763—2014 Maximum limit of pesticide residues in food [S].

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介

吴远高, 工程师, 主要研究方向为果蔬农药残留检测。

E-mail: wuyuangao2010@sina.com



“粮油加工与质量安全”专题征稿函

民以食为天, 食以安为先。食品安全的源头在农业, 粮油产品是基础。我国作为粮食生产大国和人口大国, 粮油质量安全受到政府、产业和消费者的高度关注。与此同时, 随着乡村振兴战略和农业高质量发展, 发掘不同产地、不同品种粮油产品特异品质, 促进优质粮油产品开发, 是推动粮油产业高质量发展、满足人民日益增长的消费需要的重要举措。

鉴于此, 本刊特别策划了“粮油加工与质量安全”专题, 主要围绕粮油加工工艺、质量安全检测技术研究、粮油产品特异品质挖掘与评价、粮油产品质量安全风险评估、真实性与产地溯源、检测方法的标准化和分析质量控制技术以及粮油质量安全管理技术等方面展开论述和研究, 本专题计划在 2021 年 4 月出版。

鉴于您在该领域的成就, 本刊主编吴永宁技术总师特别邀请您为本专题撰写稿件, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。综述及研究论文均可, 请在 2021 年 1 月 20 日前通过网站或 E-mail 投稿。我们将快速处理并优先发表。

同时, 希望您能够推荐该领域的相关专家并提供电话和 E-mail。

感谢您的参与和支持!

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.com

E-mail: jfoodsqa@126.com(注明专题)

《食品安全质量检测学报》编辑部