

QuEChERS-气相色谱法测定葡萄酒中6种杀虫剂

方海仙^{1,2}, 毕嘉蕊³, 耿慧春^{1,2}, 梅文泉^{1,2*}

[1. 云南省农业科学院质量标准与检测技术研究所, 昆明 650205; 2. 农业农村部农产品质量监督检验测试中心(昆明), 昆明 650205; 3. 临沧市临翔区农产品质量安全检验检测站, 临沧 677000]

摘要: **目的** 建立 QuEChERS-气相色谱法测定葡萄酒中6种杀虫剂残留的分析方法。**方法** 样品经乙腈提取后, 提取液采用 QuEChERS 前处理后上机测定。优化的色谱条件为: DB-1 石英毛细管柱(0.53 mm×1.50 μm, 30 m), 采用程序升温分离, 火焰光度检测器检测, 采用外标法定量。**结果** 在优化的条件下, 6种杀虫剂在 0.01~1.50 μg/mL 范围内线性良好, 相关系数(*r*)均大于 0.999, 定量限为 0.02~0.025 mg/kg, 6种杀虫剂平均回收率为 81%~115%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)在 0.870%~7.29%(*n*=3)之间。**结论** 该方法具有操作简便、快速、准确的特点, 适用于葡萄酒中6种杀虫剂残留痕量分析。

关键词: QuEChERS; 气相色谱法; 葡萄酒; 杀虫剂

Determination of 6 insecticides in wine by QuEChERS-gas chromatography

FANG Hai-Xian^{1,2}, BI Jia-Rui³, GENG Hui-Chun^{1,2}, MEI Wen-Quan^{1,2*}

[1. *Quality Standardizing and Testing Technology Institute, Yunnan Academy of Agricultural Sciences, Kunming 650205, China*; 2. *Supervision & Testing Center for Farm Products Quality, Ministry of Agriculture and Rural Affairs (Kunming Section), Kunming 650205, China*; 3. *Agricultural Products Quality and Safety Inspection and Monitoring Station of Linxiang District, Lincang 677000, China*]

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of 6 insecticides in wine by gas chromatography combined with QuEChERS. **Methods** After extracted with acetonitrile, the sample extract was pretreated by QuEChERS method. Under the optimized chromatographic conditions, the analysis was carried out with a capillary column (DB-1, 0.53 mm×1.50 μm, 30 m), monitoring with an flame-photometric detector, the 6 insecticides were separated by temperature-programming of the column. External standard method was used for quantitative analysis. **Results** Under the optimized conditions, good linearities were obtained in the range of 0.01–1.50 μg/mL for 6 insecticides with the correlation coefficients greater than 0.999 by external method, the limits of quantification of the method were 0.02 mg/kg to 0.025 mg/kg. The average recoveries of the six kinds of insecticide ranged from 81% to 115% with the relative standard deviations (RSDs) from 0.870% to 7.29%. **Conclusions** The method is simple, rapid and accurate, and can be used for the routine analysis of 6 insecticides residues in wine.

KEY WORDS: QuEChERS; gas chromatography; wine; insecticides

基金项目: 云南省科技计划青年基金(2018FD126)、云南省重点研发计划(2018BC005, 2019ZG001)

Fund: Supported by the Yunnan Science and Technology Project Youth Fund Project (2018FD126) and Yunnan Province Science and Technology Major Project (2018BC005, 2019ZG001)

*通信作者: 梅文泉, 研究员, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: wenquan_mei@hotmail.com

*Corresponding author: MEI Wen-Quan, Professor, Institute of Agriculture Quality Standards & Testing Technique, Yunnan Academy of Agricultural Science, Kunming 650205, China. E-mail: wenquan_mei@hotmail.com

0 引言

葡萄酒是由新鲜葡萄或葡萄汁完全或部分发酵酿制而成的饮料^[1]。葡萄酒香气优雅,有许多功能成分,如含有白藜芦醇、儿茶素、花青素等通过发挥抗氧化和清除自由基等功能,适量饮用葡萄酒可有效预防和减少心脑血管疾病、癌症、炎症、认知功能障碍等的发生,同时对骨质也具有一定的保护作用^[2]。然而,在葡萄的种植过程中,由于会受到虫草害的影响,经常喷施一些农药,包括杀虫剂、杀菌剂和除草剂等,这些农药首先进入葡萄果实,然后通过发酵进入葡萄酒中,导致葡萄酒中可能存在该类农药残留^[3-4]。目前,GB 2763—2019《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》^[5]仅对原料葡萄设定了农药残留限定标准,没有规定葡萄酒中农药残留最大限量。因此需要建立葡萄酒中农药残留分析方法对于评估葡萄酒的安全性具有重要意义。

关于葡萄酒中农药残留的分析已有报道。JEANCARLO 等^[6]采用气相色谱-质谱法检测了葡萄酒和白酒中 18 种农药残留,MOEDER 等^[7]采用液相色谱-串联质谱测定了红葡萄酒中 18 种农药残留,冯建军等^[8]将样品经酸化乙腈提取后,提取液采用 QuEChERS 前处理法,建立了气相色谱-质谱法测定葡萄酒中有机磷类及有机氯类等 16 种农药残留;庄丽丽^[9]将葡萄酒样品加水稀释,过 HLB 小柱和 LC-NH2 小柱净化,建立了气相色谱火焰光度法测定葡萄酒中 16 种有机磷农药残留分析方法。以上文献报道的方法,采用质谱法虽然能测定多种农药,但仪器昂贵,不易普及;采用小柱净化前处理,操作步骤较多,用时较长。基于此,建立一种前处理步骤少,专属性强,满足日常检测需求的方法,对日常检测工作具有重要的意义。此外,由于地域差别等因素,各地区葡萄发生的病虫害不同,施加的农药种类存在很大差别,因此,需要不断扩展葡萄酒中农药残留种类^[10]。有机磷作为广谱杀虫剂,使用范围广,如杀虫剂乐果能防治葡萄上多种刺吸式口器害虫,马拉硫磷能防治多种咀嚼式和刺吸式口器害虫。

综上所述,本研究选取日常检测常用的 6 种杀虫剂为研究对象,采用 QuEChERS^[11-12]前处理法,提取液经 *N*-丙基乙二胺净化,采用不易受干扰、回收率较高的气相色谱-火焰光度法测定,方法简便、快捷,灵敏度和准确度均满足农残分析要求,以期对葡萄酒中 6 种杀虫剂的检测提供技术支持。

1 材料与amp;方法

1.1 仪器与试剂

GC-7890B 气相色谱仪(配有 7683 自动进样器,火焰光度检测器 FPD, 525 nm 磷滤光片,美国安捷伦公司);

TDL-40B 低速大容量离心机(上海安亭科学仪器厂); HY-5A 数显回旋式振荡器(金坛市科析仪器有限公司); Hei-VAP 旋转蒸发仪(德国海道尔夫公司); JD500-2 电子天平(沈阳龙腾电子有限公司); N-EVAP112 水浴氮吹仪(美国 Organomation N-EVAP 公司); QL-861 涡旋振荡器(美国 Thermo Scientific 公司); KQ-500E 型超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

6 种杀虫剂标准品:乙酰甲胺磷[GBW(E)081335]、乐果[GBW(E)081322]、马拉硫磷[GBW(E)081331]、甲基异柳磷[GBW(E)081325]、杀扑磷[GBW(E)081340]、三唑磷[GBW(E)081356][1000 μg/mL,溶剂均为丙酮,农业部环境质量监督检验测试中心(天津)]。

吸附剂: *N*-丙基乙二胺(中国迪马科技有限公司)。

丙酮(色谱纯,美国 J.T.Baker 公司);乙腈、氯化钠、无水硫酸镁(分析纯,国药集团化学试剂有限公司)。

5 种葡萄酒(Wine 1、Wine 2、Wine 3、Wine 4、Wine 5):购自某超市。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液的配制

单一标准储备溶液:分别移取 1.0 mL 质量浓度为 1000 μg/mL 乙酰甲胺磷、乐果、马拉硫磷、甲基异柳磷、杀扑磷、三唑磷标准溶液至 25 mL 容量瓶,用丙酮定容,摇匀,分别倒入棕色储液瓶,贮存在-20 °C 冰箱备用。

混合标准储备液:准确吸取一定体积各单一标准储备液至 25 mL 容量瓶,用丙酮定容,摇匀,倒入棕色储液瓶,即得 6 种农药的混合标准溶液,贮存在 4 °C 冰箱中备用。

空白基质溶液:称取空白阴性葡萄酒样品经提取、净化后,取上清液,置换溶剂为丙酮,置于 4 °C 冰箱保存。

溶剂工作使用溶液:移取适量的 6 种农药混合标准储备液,用丙酮稀释,得到不同质量浓度工作使用溶液。

基质工作使用溶液:移取适量的 6 种农药混合标准储备液,以葡萄酒的空白基质溶液为溶剂稀释,配制相同质量浓度的工作使用溶液。溶剂标曲和基质标曲采用同一个标准储备液进行稀释配制,两者仅配制溶剂不同。

1.2.2 样品前处理

(1) 样品提取

称取葡萄酒样品 10.0 g 于 50 mL 聚四氟乙烯离心管中,加入 10 mL 乙腈,振荡提取 30 min,超声提取 10 min,加入 5 g 氯化钠,涡旋混匀 30 s,以 5000 r/min 转速离心 5 min,使乙腈相与水相完全分层,得到上清液。

(2) 样品净化

吸取 6 mL 上清液于预先加入无水硫酸镁 900 mg, PSA 150 mg 的 15 mL 塑料离心管中,涡旋混匀 1 min,以 5000 r/min 转速离心 5 min,准确吸取上清液 2.0 mL 于 10 mL 试管中,40 °C 水浴中氮气吹干,加入 1.0 mL 丙酮复溶,过 0.22 μm 有机膜,滤液按仪器工作条测定。

1.2.3 气相色谱条件

色谱柱: DB-1 石英毛细管柱(0.53 mm×1.50 μm, 30 m); DB-17 石英毛细管柱(0.53 mm×1.00 μm, 30 m); 载气: 高纯氮气(99.999%), 流速为 10 mL/min; 高纯氢气(99.999%), 流速为 80 mL/min, 无水空气 120 mL/min; 进样量: 1.00 μL, 不分流进样, 进样口温度: 220 °C; 火焰光度检测器(flame photometric detector, FPD)温度: 250 °C; 柱温升温程序: 初始温度 150 °C, 保持 2 min, 以 8 °C/min 升至 250 °C, 保持 10 min。

1.2.4 溶剂标曲与基质标曲

溶剂工作溶液和基质工作溶液按照 1.2.3 节的条件进行测定, 采用外标法定量。以标准溶液的质量浓度(X , μg/mL)为横坐标, 峰面积(Y)为纵坐标, 绘制工作曲线。

1.2.5 添加回收实验

在阴性葡萄酒中添加标准溶液, 采用三水平加标方式, 分别在方法定量限的 1 倍、5 倍和 10 倍水平进行加标。分别称取葡萄酒样品 10 份, 每份 10.00 g(精确至 0.01 g), 其中一份为对照, 另外 9 份样品分为 3 组, 每组 3 份。第 1 组每份均加 6 种杀虫剂混合标准溶液 1.0 mL, 使样品中杀虫剂的含量为 0.2 mg/kg(乙酰甲胺磷和三唑磷为 0.25 mg/kg); 第 2 组添加 6 种杀虫剂混合标准溶液 0.50 mL, 使样品中杀虫剂的含量为 0.1 mg/kg(乙酰甲胺磷和三唑磷为 0.125 mg/kg); 第 3 组 6 种杀虫剂混合标准溶液 0.1 mL, 使样品中杀虫剂的含量为 0.02 mg/kg(乙酰甲胺磷和三唑磷为 0.025 mg/kg), 分别将上述样品充分混匀, 放置 30 min 后按照本研究 1.2.2、1.2.3、1.2.4 节进行前处理和分析测定, 每个添加浓度重复测定 3 次, 计算平均回收率和相对标准偏差。

1.2.6 实际样品测定

在开始对样品进行测定之前, 先测定标准工作液, 至相应组分色谱响应值稳定后开始进溶剂工作使用溶液和基质工作使用溶液, 分别制作校正曲线, 之后进行样品测定。

分别按照 1.2.2、1.2.3 和 1.2.4 节进行前处理和分析测定, 随机测试 5 批次样品。

2 结果与分析

2.1 前处理条件的优化

2.1.1 提取溶剂的优化

采用乙酸乙酯、丙酮、乙腈 3 种溶剂对葡萄酒中的农药进行提取。结果表明, 丙酮提取液颜色较深, 且与水相不易分层, 乙酸乙酯提取回收率较差, 乙腈提取回收率好, 共萃物少, 提取液颜色浅, 因此, 本研究采用乙腈作为提取溶剂。

2.1.2 提取方式的优化

本研究只采用振荡提取时, 回收率低于 70%, 因此, 为了提取充分, 本研究选择振荡提取和超声波提取相结合的提

取方式。振荡提取条件为水平回旋式振荡器在室温条件下以 200 r/min 的速度振荡 30 min。超声波提取条件为室温条件下, 以功率 500 W、频率 40 kHz 超声, 超声时间为 10 min。

2.1.3 净化步骤的优化

葡萄酒为高含水及酒精的样品, 其成分复杂, 除了含有大量糖分、色素外, 提取液中还可能含有一些有机酸、酚类化合物、芳香物质等, 如果不进一步净化处理, 将严重影响目标物质的仪器检测^[13]。因此, 本研究采用 QuEChERS 前处理法对提取步骤进行优化。首先利用饱和盐析效应以氯化钠促进有机相和水相的分层, 然后经过吸附剂和提取液混合, 通过离心作用将固体吸附剂与提取液分离。其中, *N*-丙基乙二胺作吸附剂通过正相键合能够清除色素、有机酸、酚类、金属离子和糖类等极性较强的基质干扰成分; 无水硫酸镁可达到彻底脱水效果, 减少提取液中水分含量, 有利于提高提取效率。

2.2 色谱柱的优化

为了得到 6 种杀虫剂的最佳峰型和分离效果, 从进样口温度、不同程序升温、不同色谱柱、流量、检测器温度等方面对仪器的检测条件进行优化, 比较了 6 种相同质量浓度农药在 DB-1 和 DB-17 两根不同极性的色谱柱上的响应, 结果如图 1 和图 2。实验结果表明: 在 DB-17 上的出峰时间慢, 响应低, 三唑磷峰型有展宽现象, 而在 DB-1 上出峰时间较快, 响应较高, 三唑磷峰型尖锐。因此, 本研究采用 DB-1 色谱柱进行分离。

2.3 基质效应

基质指的是样品中除分析物以外的组分, 常常对分析物的分析过程有显著的干扰, 并影响分析结果的准确性, 这些影响和干扰被称为基质效应^[14]。基质效应 ME 按照公式(1)^[15]进行计算:

$$\text{基质效应}(\%) = \left(\frac{\text{基质标曲斜率}}{\text{溶剂标曲斜率}} - 1 \right) \times 100 \quad (1)$$

注: 当 ME 为正值时为基质增强效应, 当 ME 为负值时为基质减弱效应。基质效应在 -20%~20% 之间为弱基质效应, 在 -50%~20% 和 20%~50% 之间为中等基质效应, 超过 -50% 或 50% 为强基质效应。

分析了葡萄酒中多种化合物基质的影响, 采用基质匹配曲线定量的方式消除了基质效应的影响。

2.4 方法学验证

2.4.1 标准曲线、检出限、定量限

配制质量浓度为 0.01、0.05、0.10、0.20、0.50、1.00 μg/mL 乐果、马拉硫磷、甲基异柳磷、杀扑磷和质量浓度为 0.015、0.075、0.15、0.30、0.75、1.50 μg/mL 乙酰甲胺磷和三唑磷混合标准溶液, 以各农药的峰面积(Y)对其质量浓度(X , μg/mL)绘制标准曲线, 得到 6 种杀虫剂的线性方程和相关系数(r)。

以信噪比(S/N) ≥ 3 确定检出限(limits of detection, LOD), 以信噪比(S/N) ≥ 10 确定定量限(limits of quantification, LOQ), 从表1可以看出, 6种杀虫剂的线性相关性良好, 相关系数大于0.999, 定量限为0.02~0.025 mg/kg。

2.4.2 准确度和精密度

对空白葡萄酒样品添加不同水平的混合标准溶液,

按照本研究 1.2.5 节进行回收率和精密度实验, 每个添加浓度做3个平行样品, 计算平均回收率和相对标准偏差(relative standard deviation, RSD), 从表2可以看出: 6种农药的平均回收率为81%~115%, RSD为0.870%~7.29%, 说明该方法回收率高, 稳定性好, 能达到残留分析的要求。

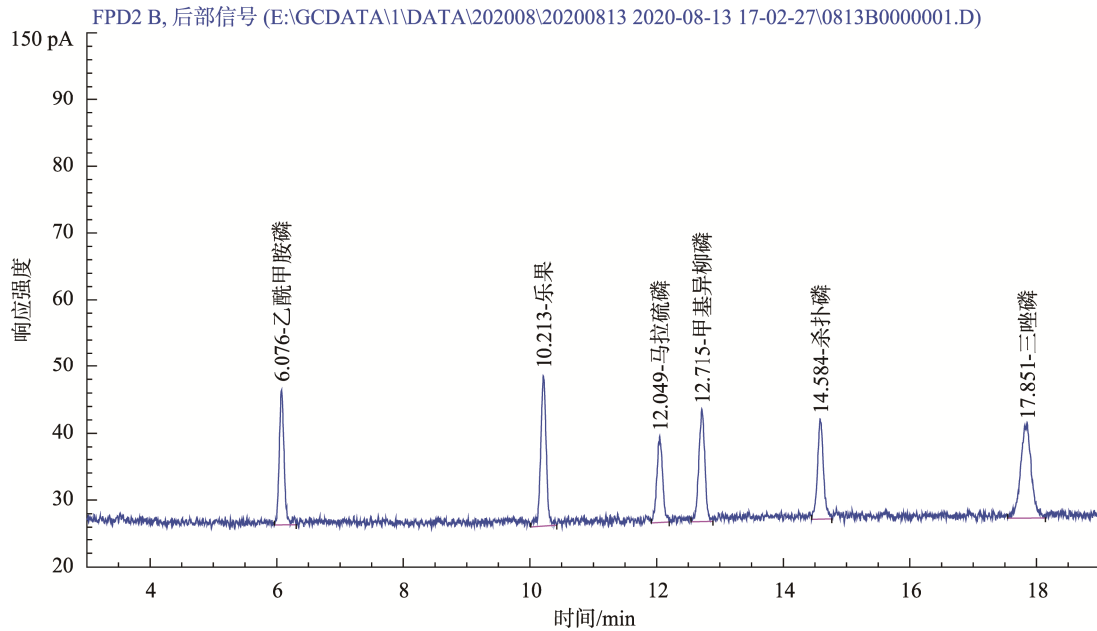


图1 6种杀虫剂在色谱柱 DB-17 的出峰情况

Fig.1 Peaks of 6 insecticides on DB-17 column

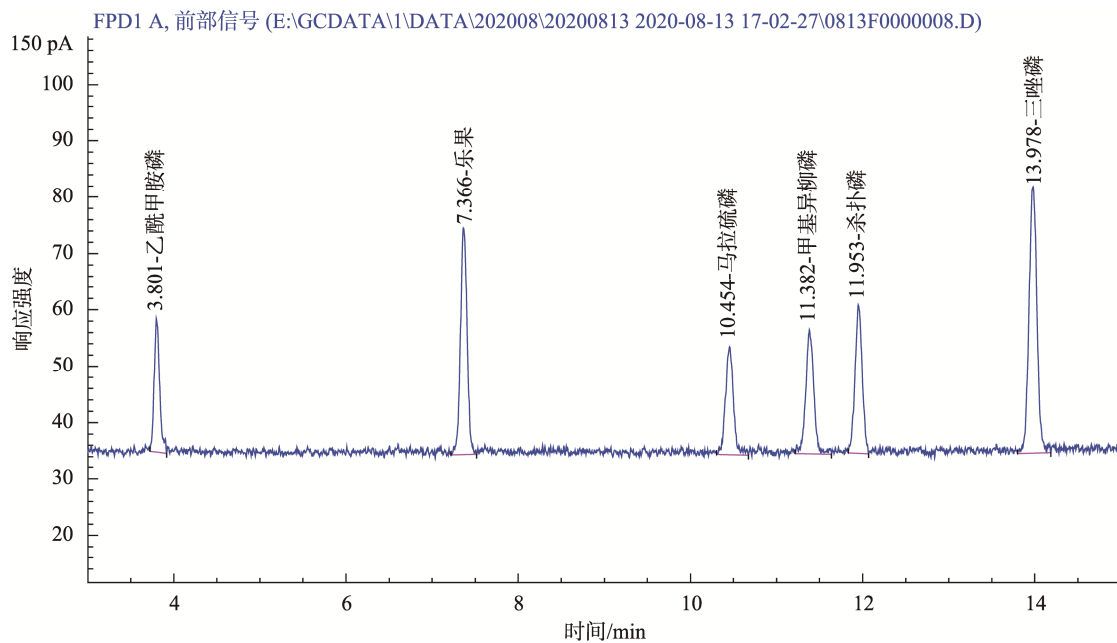


图2 6种杀虫剂在色谱柱 DB-1 的出峰情况

Fig.2 Peaks of 6 insecticides on DB-1 column

表 1 葡萄酒中 6 种杀虫剂的线性方程、相关系数、基质效应、线性范围和定量限
Table 1 Linear equations, correlation coefficients(*r*), matrix effects, linear range, limits of quantification (LOQs, *S/N*=10) of 6 insecticides in wine

杀虫剂	基质	基质效应	线性方程	相关系数 <i>r</i>	线性范围/($\mu\text{g/mL}$)	定量限 LOQ/(mg/kg)
乙酰甲胺磷	溶剂	3.10	$Y=10668.3X-64.0$	0.9994	0.015~1.50	0.025
	葡萄酒		$Y=10999.3X-27.3$	0.9998		
乐果	溶剂	-17.8	$Y=13395.1X-73.7$	0.9997	0.01~1.00	0.02
	葡萄酒		$Y=11013.7X-25.5$	0.9998		
马拉硫磷	溶剂	-12.2	$Y=8099.5X-42.3$	0.9997	0.01~1.00	0.02
	葡萄酒		$Y=7107.9X-21.4$	0.9999		
甲基异柳磷	溶剂	-22.3	$Y=11673.6X-37.2$	0.9999	0.01~1.00	0.02
	葡萄酒		$Y=9084.8X-29.0$	0.9999		
杀扑磷	溶剂	-14.6	$Y=11344.8X-62.4$	0.9997	0.01~1.00	0.02
	葡萄酒		$Y=9684.3X-36.1$	0.9998		
三唑磷	溶剂	-15.5	$Y=11161.3X-85.4$	0.9997	0.015~1.50	0.025
	葡萄酒		$Y=9428.3X-33.3$	0.9999		

表 2 葡萄酒中 6 种杀虫剂的添加回收率和相对标准偏差($n=3$)
Table 2 Recoveries and RSDs of 6 insecticides at three spiked levels in wine ($n=3$)

杀虫剂	添加水平/(mg/kg)	回收率/%	RSD/%	杀虫剂	添加水平/(mg/kg)	回收率/%	RSD/%
乙酰甲胺磷	0.025	81.0	6.79	甲基异柳磷	0.02	98.1	7.29
	0.125	96.3	2.63		0.10	108	1.41
	0.25	101	1.51		0.20	115	0.870
乐果	0.02	105	3.84	杀扑磷	0.02	107	5.68
	0.10	103	5.33		0.10	110	2.61
	0.20	105	3.05		0.20	105	4.76
马拉硫磷	0.02	97.6	5.83	三唑磷	0.025	109	2.81
	0.10	115	3.91		0.125	105	3.81
	0.20	112	1.03		0.25	112	1.03

2.5 实际样品的分析

按照本研究建立的方法, 对随机购买的 5 批次葡萄酒样品进行测定, 均未检出这些农药。

3 结 论

本研究建立了 QuEChERS-气相色谱法测定葡萄酒中 6 种杀虫剂的残留量, 平均回收率为 81%~115%, RSD 小于 10%。本研究建立的方法操作简便、灵敏度高、快速简单, 适合葡萄酒中 6 种杀虫剂残留的分析, 以期葡萄酒中 6 种杀虫剂的检测提供参考依据。

参考文献

[1] 何凤梅, 余睿智, 曹阳, 等. 新型葡萄酒研究开发现状[J]. 安徽农业科学, 2019, 47(1): 10-12.
HE FM, YU RZ, CAO Y, *et al.* Study on development of new-type wine [J]. J Anhui Agric Sci, 2019, 47(1): 10-12.

[2] 张文慧, 李青林, 黄丽辉, 等. 葡萄酒与健康关系的研究新进展[J]. 中国酿造, 2019, 38(2): 11-15.
ZHANG WH, LI QL, HUANG LH, *et al.* New research progress in the relation between wine and health [J]. Chin Brew, 2019, 38(2): 11-15.

[3] 魏晓峰, 杨腊, UWAMAHORO F, 等. 葡萄酒中潜在有害物质研究进展[J]. 中外葡萄与葡萄酒, 2018, 6: 92-96.
WEI XF, YANG L, UWAMAHORO F, *et al.* Discussion of the potentially

- harmful substances in wine [J]. *Sino-Oversas Grap Wine*, 2018, 6: 92–96.
- [4] 郭亚芸, 史红梅, 韩晓梅, 等. 葡萄酒中农药残留检测的前处理方法研究[J]. *中外葡萄与葡萄酒*, 2019, 6: 55–59.
- GUO YY, SHI HM, HAN XM, *et al.* Research progress on the pretreatment methods of wine in pesticide residue determination [J]. *Sino-Oversas Grap Wine*, 2019, 6: 55–59.
- [5] GB 2763—2019 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量[S].
GB 2763—2019 National food safety standard-Maximum residue limits for pesticides in food [S].
- [6] JEANCARLO PA, JAILSON BA. Simultaneous determination of pesticide multiresidues in white wine and rose wine by SDME/GC-MS [J]. *Microchem J*, 2015, 120: 69–76.
- [7] MOEDER M, BAUER C, POPP P, *et al.* Determination of pesticide residues in wine by membrane-assisted solvent extraction and high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Anal Bioanal Chem*, 2012, 403(6): 1731–1741.
- [8] 冯然军, 栗智, 刘俊. QuEChERS 法结合气相色谱-质谱法同时测定葡萄酒中 16 种农药残留[J]. *理化检验*, 2015, 51: 480–484.
- FENG RJ, LI Z, LIU J. Determination of 16 pesticide residues in wine by GC-MS combined with QuEChERS [J]. *Phy Test Chem Anal*, 2015, 51: 480–484.
- [9] 庄丽丽. 固相萃取-气相色谱法测定葡萄酒中 16 种有机磷农药残留[J]. *福建分析测试*, 2012, 21(5): 11–16.
- ZHUANG LL. Determination of 16 organophosphorous pesticide residues in grade wine by SPE-GC-FPD [J]. *Fujian Anal Test*, 2012, 21(5): 11–16.
- [10] 吴帅, 李湘南, 王开宇, 等. 气相色谱-质谱法测定葡萄酒中 33 种农药残留[J]. *食品工业科技*, 2015, 17(36): 305–311.
- WU S, LI XN, WANG KY, *et al.* Determination of 33 kinds of pesticide residues in wine by GC-MS [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2015, 17(36): 305–311.
- [11] 梅文泉, 黎其万, 方海仙, 等. QuEChERS-气相色谱-质谱法测定土壤中 6 种酰胺类除草剂残留[J]. *色谱*, 2017, 35(12): 1317–1321.
- MEI WQ, LI QW, FANG HX, *et al.* Determination of six amide herbicide residues in soil by QuEChERS-gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2017, 35(12): 1317–1321.
- [12] 刘远晓, 关二旗, 卞科, 等. QuEChERS 法在食品有机污染物检测中的研究进展[J]. *食品科学*, 2017, 38(19): 294–300.
- LIU YX, GUAN EQ, BIAN K, *et al.* A review of the application of QuEChERS in the determination of organic contaminants in foods [J]. *Food Sci*, 2017, 38(19): 294–300.
- [13] 赵建晖, 郭菁, 吴文凡, 等. 固相萃取-液相色谱串联质谱法测定葡萄酒中 27 种农药残留[J]. *福建分析测试*, 2015, 24(6): 7–13.
- ZHAO JH, GUO J, WU WF, *et al.* Determination of residual amounts of 27 pesticides in grape wine with SPE pretreatment (LC-MS/MS) [J]. *Fujian Anal Test*, 2015, 24(6): 7–13.
- [14] 林静, 张顺, 蔡挺, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱技术同时测定大蒜中的 10 种农药残留[J]. *浙江农业学报*, 2018, 30(1): 159–166.
- LIN J, ZHANG S, CAI T, *et al.* Determination of 10 pesticide residues in garlic by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Acta Agric Zhejiang*, 2018, 30(1): 159–166.
- [15] 方海仙, 耿慧春, 梅文泉, 等. 气相色谱法测定农产品中农药残留的基质效应研究[J]. *食品安全质量检测学报*, 2018, 9(14): 3770–3779.
- FANG HX, GENG HC, MEI WQ, *et al.* Study on matrix effect of determination of pesticide residues in agricultural products by gas chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2018, 9(14): 3770–3779.

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



方海仙, 助理研究员, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: 1988fhx@163.com。

梅文泉, 研究员, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: wenquan_mei@hotmail.com。