

超高效液相色谱-串联质谱法测定蔬菜中 4种氨基甲酸酯类农药残留量

陈俊秀, 马晓年, 李文廷, 梁志坚, 梁孟军, 张瑞雨*

(昆明市疾病预防控制中心, 昆明 650228)

摘要: **目的** 建立超高效液相色谱-串联质谱法测定蔬菜中4种氨基甲酸酯类农药残留量。**方法** 蔬菜样品经切碎, 乙腈提取, 分别用固相萃取柱及 QuEChERS 净化后, 以乙腈-0.1%甲酸水溶液为流动相梯度洗脱, 经 CAPCELL PAK C₁₈ 色谱柱分离, 采用多反应监测正离子模式(multireaction monitoring in positive ion mode, MRM)对异丙威、仲丁威、残杀威、克百威4种氨基甲酸酯类农药进行定性和定量分析。**结果** 4种氨基甲酸酯类农药在给定标准溶液浓度范围内峰面积与浓度呈良好线性关系, 相关系数均大于0.999, 检出限为0.001~0.005 mg/kg, 平均回收率为70%~130%, 相对标准偏差均小于20%。**结论** 本方法灵敏度高、检出限低、回收率好、操作可行, 可实现蔬菜中多种氨基甲酸酯类农药的同时测定。

关键词: 超高效液相色谱-串联质谱法; QuEChERS; 蔬菜; 氨基甲酸酯类农药

Determination of 4 kinds of carbamates pesticide in vegetables by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

CHEN Jun-Xiu, MA Xiao-Nian, LI Wen-Ting, LIANG Zhi-Jian, LIANG Meng-Jun, ZHANG Rui-Yu*

(Kunming Center for Disease Control and Prevention, Kunming 650228, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of 4 kinds of carbamates pesticide in vegetables by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** Vegetable samples were chopped, extracted by acetonitrile, purified by solid phase extraction column and QuEChERS, respectively, eluted by acetonitrile-0.1% formic acid aqueous solution as mobile phase gradient, and separated by CAPCELL PAK C₁₈ chromatographic column. Multireaction monitoring in positive ion mode (MRM) was used for qualitative and quantitative analysis for carbamate pesticides, isopropoxur, secobutycarb, and carboxycarb. **Results** The 4 kinds of carbamates in the range of a given standard solution concentration peak area and concentration had good linear relationship, the correlation coefficients were greater than 0.999, the limits of detection were 0.001–0.005 mg/kg, the recoveries were 70%–130%, and the relative standard deviations were less than 20%. **Conclusion** This method has the advantages of high sensitivity, low limit of detection, good recoveries, and feasible operation, which can realize multiple carbamates in vegetable products at the same time.

KEY WORDS: ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; QuEChERS; vegetables;

基金项目: 昆明市卫生科技人才培养项目暨“十百千”工程培养计划[2019-sw(后备)-50]

Fund: Supported by the Kunming Health Science and Technology Talents Training Project [2019-sw(reserve)-50]

*通信作者: 张瑞雨, 主要研究方向为食品质量与安全理化检验。E-mail: 87150479@qq.com

*Corresponding author: ZHANG Rui-Yu, Kunming Center for Disease Control and Prevention, Ziyun Road, Kunming 650228, China. E-mail: 87150479@qq.com

carbamates pesticide

0 引言

氨基甲酸酯类农药是继有机磷农药和有机氯农药之后发展起来的一种新型高效广谱农药,因其具有对人畜低毒、选择性好、容易分解和残毒少的特点而被广泛应用于农业、林业、牧业,氨基甲酸酯类农药的作用机制同有机磷一样,是抑制胆碱酯酶的活性,经动物实验研究,氨基甲酸酯类农药以不同方式处理动物均可引起癌变和致突变性,随着氨基甲酸酯类农药使用量的增加,对人畜的危害也显著增加。GB 2763—2019《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量标准》^[1]中规定部分氨基甲酸酯类农药残留限量,其中克百威每日允许摄入量(acceptable daily intake, ADI)为 0.001 mg/kg·bw,异丙威每日允许摄入量为 0.002 mg/kg·bw,仲丁威每日允许摄入量为 0.06 mg/kg·bw。克百威因与胆碱酯酶结合后不可逆,所以毒性较高,异丙威也具有抑制胆碱酯酶的作用,仲丁威中毒症状为明显毒蕈碱样症状,血液胆碱酯酶活性轻度受到抑制,残杀威对红细胞胆碱酯酶活性也有抑制作用,还会引起接触性皮炎。因此建立高效、快速、灵敏的检测方法尤为重要。目前,有关蔬菜中氨基甲酸酯类农药检测方法的报道主要有分光光度法^[2]、气相色谱法^[3-4]、高效液相色谱法^[5-7]、气相色谱-串联质谱法^[8-12]、液相色谱-串联质谱法^[13-16],对于超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)的研究较少。本研究建立超高效液相色谱-串联质谱法测定蔬菜中 4 种氨基甲酸酯类农药异丙威、仲丁威、残杀威、克百威的残留量,以期使该方法能用于日常监测,达到快速、简便的需求。

1 材料与方法

1.1 仪器、试剂与材料

QTRAP 4500 质谱分析仪(美国 AB SCIEX 公司); ULtiMate3000 超高效液相色谱仪(美国 Thermo 公司); QL-866 震荡器(美国 QILINBEIER 公司); XS205DU 型分析天平(十万分之一,瑞士 Mettler Toledo 公司); 3H16121 高速冷冻离心机(湖南赫西仪器装备有限公司); arium oproD1 纯水终端处理器(美国 Sartorius 公司); Auto EVA-30 氮吹仪(美国 Reeko 公司); KQ-500DE 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

无水硫酸钠、氯化钠(分析纯,天津市风船化学试剂科技有限公司); 甲酸(分析纯,天津市光复科技发展有限公司); 乙腈、甲醇(色谱纯,美国 Sigma-Aldrich 公司);

QuEChERS 净化粉末 Cleanert PSA(规格: 40~60 μm)、固相萃取柱 Cleanert S C₁₈-SPE(规格: 500 mg/3 mL)(天津博纳艾杰尔科技公司); 4 种氨基甲酸酯类农药混合标准溶液[异丙威(40 $\mu\text{g/mL}$), 仲丁威(40 $\mu\text{g/mL}$), 残杀威(40 $\mu\text{g/mL}$), 克百威(80 $\mu\text{g/mL}$)](SB05-070-2008, 农业部环境保护科研监测所)。

样品为市售豌豆、苦瓜、茄子、山药、洋葱、萝卜、白菜。

1.2 标准曲线的绘制

精确量取 0.80 mL 农药混合标准溶液于 10 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,该溶液浓度为异丙威、仲丁威、残杀威 3.2 $\mu\text{g/mL}$,克百威 6.4 $\mu\text{g/mL}$ 的混标母液。从母液中精确量取 2.50 mL 于 10 mL 的容量瓶中,用甲醇定容至刻度,配制成异丙威、仲丁威、残杀威浓度为 0.8 $\mu\text{g/mL}$,克百威为 1.6 $\mu\text{g/mL}$ 的标准使用液。以异丙威、仲丁威、残杀威浓度为 40、100、200、400、800 ng/mL,克百威 80、200、400、800、1600 ng/mL 绘制标准曲线。

1.3 样品前处理

样品制备:市售豌豆、苦瓜、茄子、山药、洋葱、萝卜、白菜试样可食部分切碎混匀四分法取样称取 10.00 g 装于具塞聚丙烯离心管中,制成待测样品。

样品提取:称取的样品中加入乙腈 10 mL,涡旋混匀后超声提取 20 min,加入 8.0 g 无水硫酸钠和 2.0 g 氯化钠,涡旋后,5000 r/min 离心 5 min,取上清液于离心管中。再用 10 mL 乙腈重复提取 1 次,合并上层有机相。

QuEChERS 净化:于合并的有机相中取 1 mL 加入 0.3 g 无水硫酸钠和 0.5 g PSA 粉末,涡旋混匀后 5000 r/min 离心 2 min,取 0.5 mL 上清液加入 0.1%甲酸:乙腈(1:1, V:V)溶液混匀,过 0.22 μm 有机相滤膜后供 UPLC-MS/MS 分析。

SPE 净化:合并的有机相氮吹至近干,用 5 mL 甲苯:乙腈(1:3, V:V)溶液复溶。C₁₈ 柱用 5 mL 甲苯:乙腈(1:3, V:V)活化,将复溶液上柱并收集流出液,用 15 mL 甲苯:乙腈(1:3, V:V)多次淋洗柱子,收集的流出液氮吹至近干。加入 1.0 mL 0.1%甲酸:乙腈(1:1, V:V)溶液溶解,过 0.22 μm 有机相滤膜后供 UPLC-MS/MS 分析。

1.4 仪器条件

1.4.1 液相色谱条件

色谱柱:CAPCELL PAK C₁₈ 柱(CR-02, 100 mm×2.0 mm, 5 μm); 柱温 35 $^{\circ}\text{C}$; 流速 0.2 mL/min; 进样量 10 μL ; 样品池温度 4 $^{\circ}\text{C}$; 流动相 A:乙腈; 流动相 B:0.1% 甲酸水; 流动相梯度洗脱程序见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱表
Table 1 Gradient elution mode of mobile phases

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.00	5.0	95.0
15.00	25.0	75.0
23.00	95.0	5.0
25.00	95.0	5.0
25.01	5.0	95.0
30.00	5.0	95.0

1.4.2 质谱条件

大气压电喷雾离子源(electrospray ionization, ESI)电离; 正离子扫描; 多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM); 雾化气、气帘气、碰撞气由氮气发生器产生, 使用调节各气流量以使质谱灵敏度达到检测要求; 锥孔电压、碰撞能量等电压值优化至最优灵敏度; 检测离子对、锥孔电压及碰撞能量见表 2。

表 2 各化合物质谱参数
Table 2 MS parameters of the compounds

化合物名称	母离子	子离子	锥孔电压/V	碰撞电压/eV
异丙威	194.1	137.1*	43.11	13.09
		95	42.8	21.07
仲丁威	208.2	95.1*	42.2	21.01
		152	43.09	12.38
残杀威	210.1	168.1*	16.08	9.76
		111.1	12.97	18.19
克百威	222	165.1*	61.16	15.62
		137.1	61.32	27.87

注: *定量离子。

2 结果与分析

2.1 样品前处理优化

2.1.1 提取溶剂的选择

植物源性样品中氨基甲酸酯类农药的提取溶剂有丙酮、石油醚、甲醇、乙腈等。GB 23200.112—2018《食品安全国家标准 植物源性食品中 9 种氨基甲酸酯类农药及

其代谢物残留量的测定 液相色谱柱后衍生法》^[17]一般采用乙腈进行提取, 乙腈为中等极性溶剂, 不仅与水互溶, 更能有效地提取农药, 并且干扰物少。提取方法一般有索式提取法、超声波提取法、加速溶剂萃取法, 本研究用乙腈为提取溶剂、超声波提取方法提取目标物, 操作方便, 成本较低。

2.1.2 净化

回收率实验同时选择 SPE 净化和 QuChERS 净化, SPE 净化是样品提取后使用 C₁₈ 固相萃取小柱进行净化, C₁₈ 固相萃取小柱适用于一般的农残样品前处理分析, 本研究在满足实验条件的情况下采用 C₁₈ 固相萃取小柱进行净化。QuChERS 净化, 是样品粉碎提取后加入无水硫酸钠除去水分, 加入乙二胺-N-丙基硅烷吸附除杂, 结果表明 2 种净化方法均具有较高的回收率, 均可适用于该方法净化样品, 但 SPE 净化方法相对 QuChERS 方法步骤繁多, 柱子活化以及需要多次淋洗不仅耗时多, 且试剂用量较大, 而 QuChERS 方法操作简单、耗时少、试剂用量少, 直接净化后浓缩进样, 对环境更为友好。故本研究选择 QuChERS 净化方法。

2.2 质谱条件的优化

将 4 种化合物分别进行正离子扫描, 确定各个物质的母离子和子离子, 优化得到去簇电压和碰撞电压, 并在多反应监测模式下优化了气帘气、离子源温度、喷雾气、辅助加热气, 提高分析的灵敏度和准确性, 得到 4 种标准物质质谱图见图 1。

2.3 方法研究及结果分析

2.3.1 标准曲线与检出限

以目标组分的峰面积(Y)对质量浓度(X)做标准曲线, 以 3 倍信噪比确定 4 种氨基甲酸酯农药的检出限, 在给定浓度范围内峰面积与浓度呈良好线性关系, 相关系数均大于 0.999, 4 种氨基甲酸酯农药标准物质的回归方程、相关系数、方法检出限等见表 3; 4 种标准物质 MRM 色谱图如图 2。

2.3.2 加标回收率

随机选取一件未检出的萝卜样品作为空白样品, 准确称取 10.00 g 空白样品 9 份, 以 3 份样品为一个平行样, 每个平行样品中分别加入混合标准母液 20、50、125 μ L, 则样品中加入的氨基甲酸酯农药的含量为异丙威、仲丁威、残杀威 6.4、16、40 μ g/kg, 克百威 12.8、32、80 μ g/kg, 按照样品前处理方法制备样品溶液后测定, 计算 2 种前处理方法的加标回收率, 由表 4 及表 5 中结果可知, 2 种前处理方法的回收率均符合实验要求, 但 QuChERS 方法回收率数据要优于 SPE 净化方法。4 种氨基甲酸酯类农药的标准样品、空白样品及空白样品加标总离子流图见图 3。

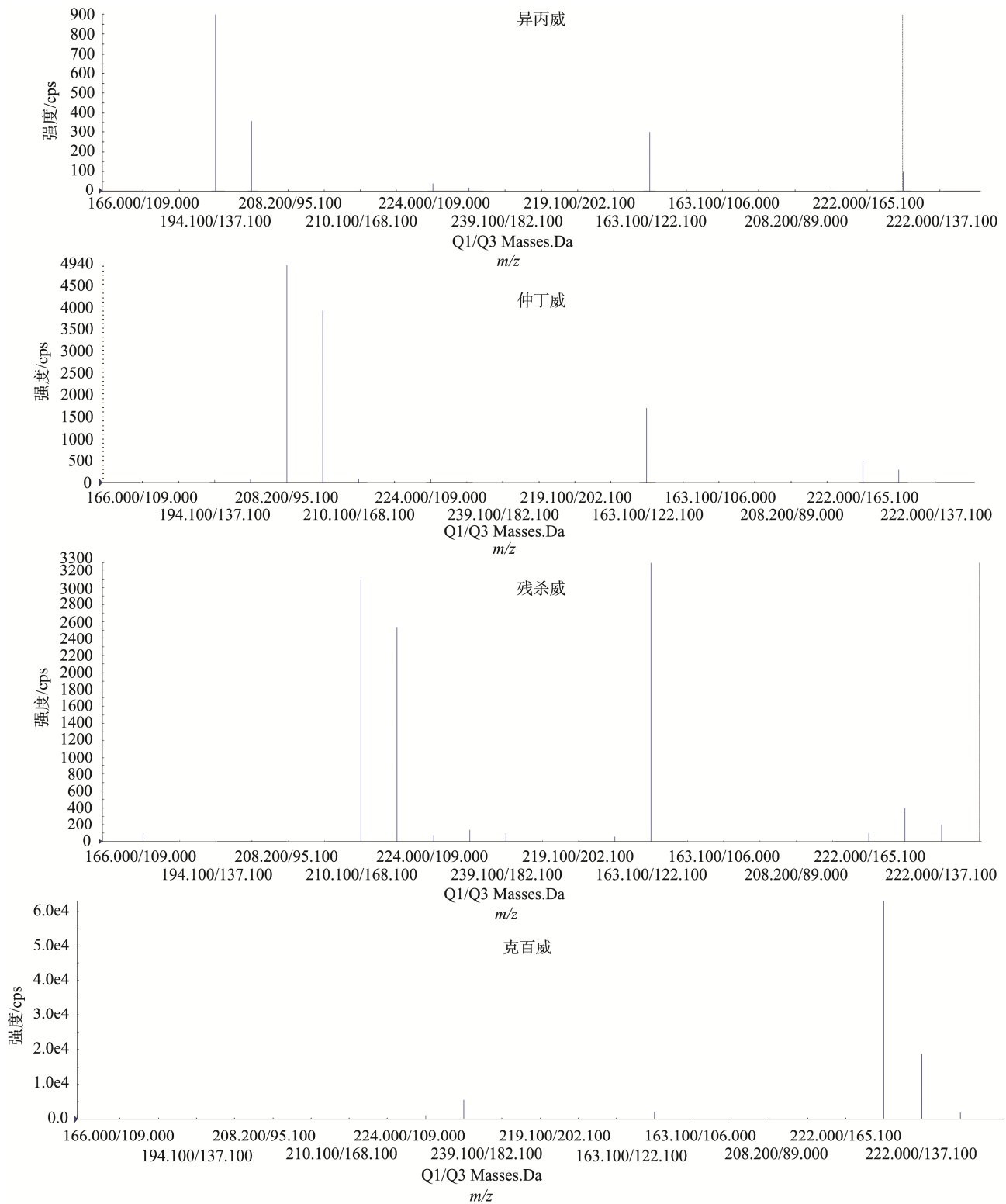


图1 4种标准物质质谱图

Fig.1 Mass spectrograms of 4 standard compounds

表 3 目标物的回归方程、相关系数、检出限
Table 3 Regression equations, correlation coefficients, and limits of detection of target compounds

化合物	工作曲线	相关系数 r	检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)
异丙威	$Y=38.74018X-421.64866$	0.9994	0.005	0.015
仲丁威	$Y=109.03527X-2974.51136$	0.9992	0.002	0.006
残杀威	$Y=27.88360X-555.69258$	0.9995	0.005	0.016
克百威	$Y=1288.11932X-286.53928$	0.9996	0.001	0.003

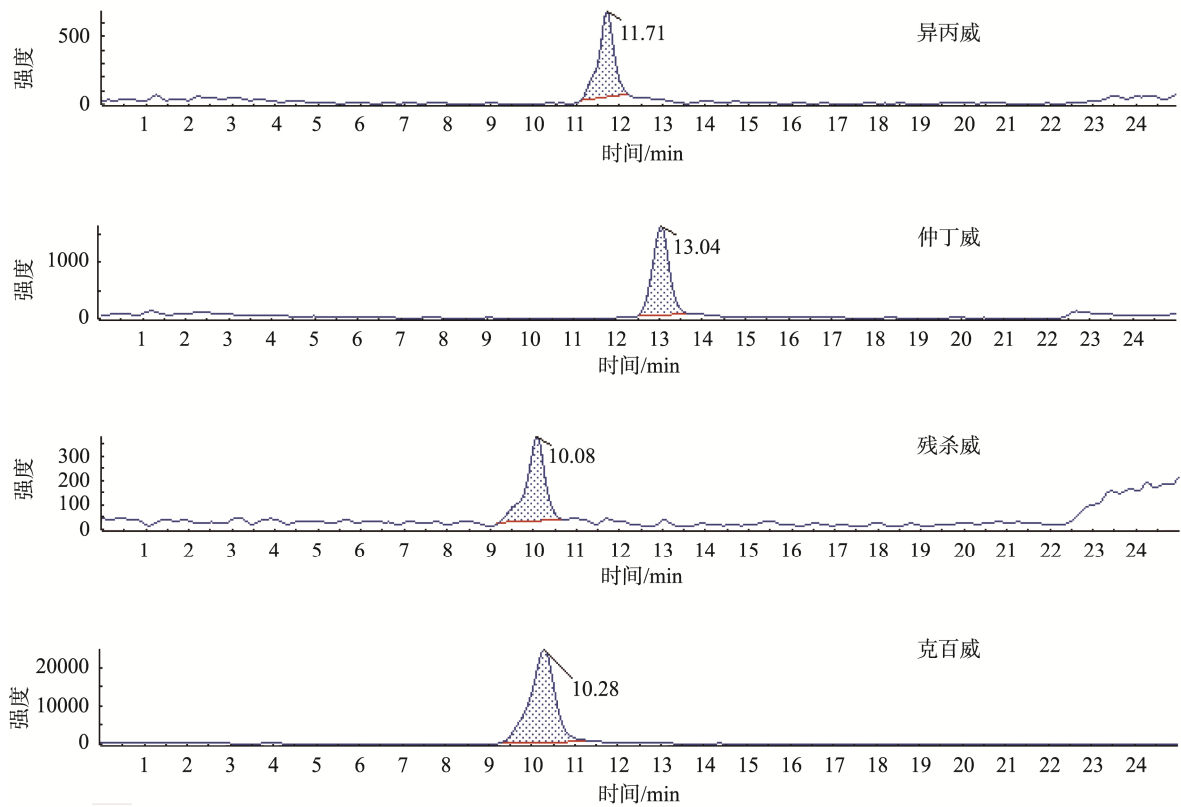


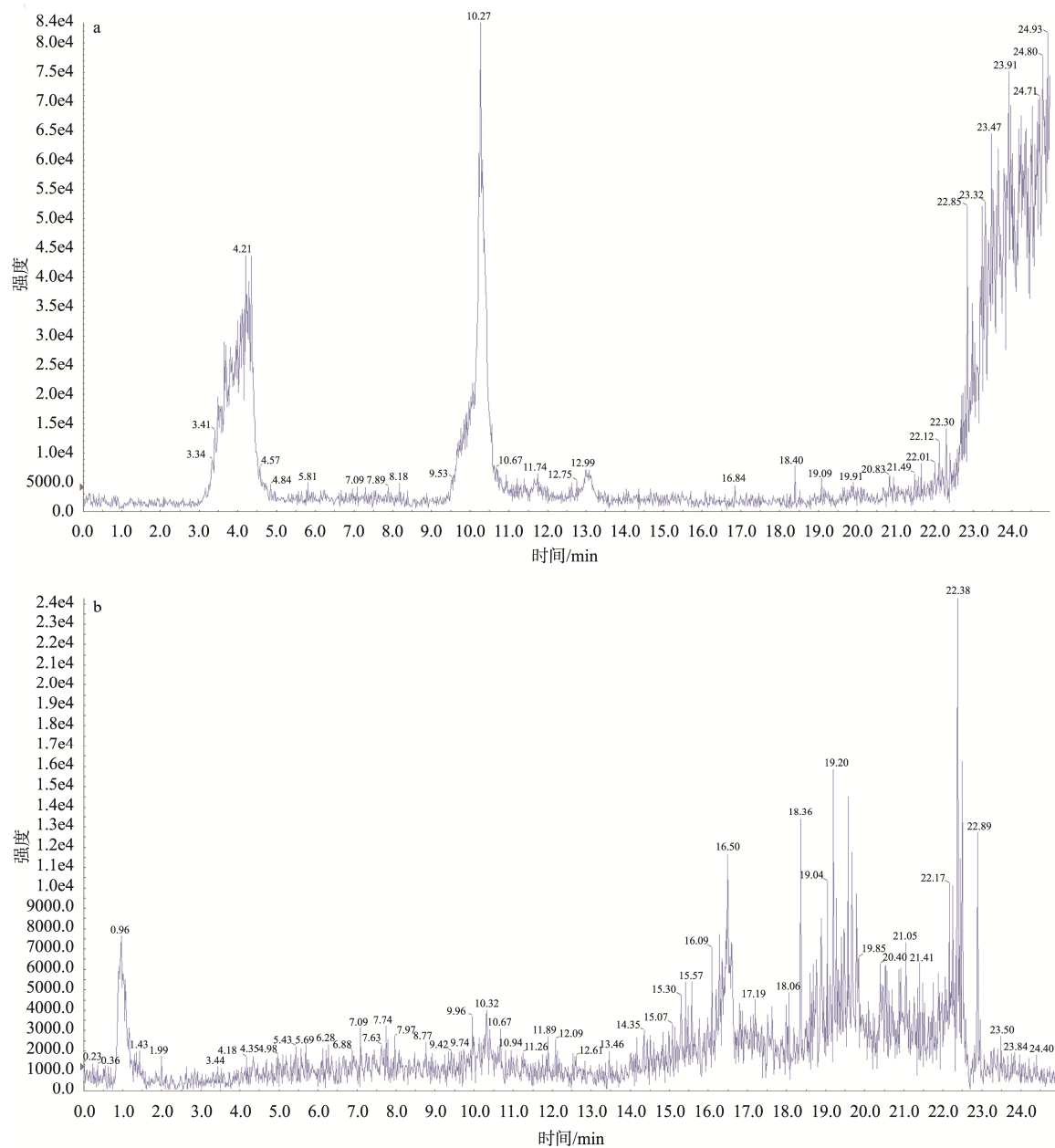
图 2 4 种氨基甲酸酯农药的 MRM 色谱图
Fig.2 MRM chromatograms of 4 standard compounds

表 4 QuEChERS 加标回收率($n=3$)
Table 4 Recoveries of target compounds by QuEChERS ($n=3$)

化合物	6.4 $\mu\text{g/kg}$ (克百威 12.8 $\mu\text{g/kg}$)		16 $\mu\text{g/kg}$ (克百威 32 $\mu\text{g/kg}$)		40 $\mu\text{g/kg}$ (克百威 80 $\mu\text{g/kg}$)	
	回收率/%	平均回收率/%	回收率/%	平均回收率/%	回收率/%	平均回收率/%
异丙威	93.44~104.69	97.55	90.44~113.31	105.40	79.18~109.20	98.38
仲丁威	90.31~108.44	97.29	90.69~100.25	96.64	84.30~115.00	103.37
残杀威	93.28~108.59	101.93	94.56~111.56	102.52	78.85~105.03	90.68
克百威	98.12~105.94	100.85	103.03~109.28	105.83	86.24~115.44	104.48

表 5 SPE 加标回收率($n=3$)
Table 5 Recoveries of target compounds by SPE ($n=3$)

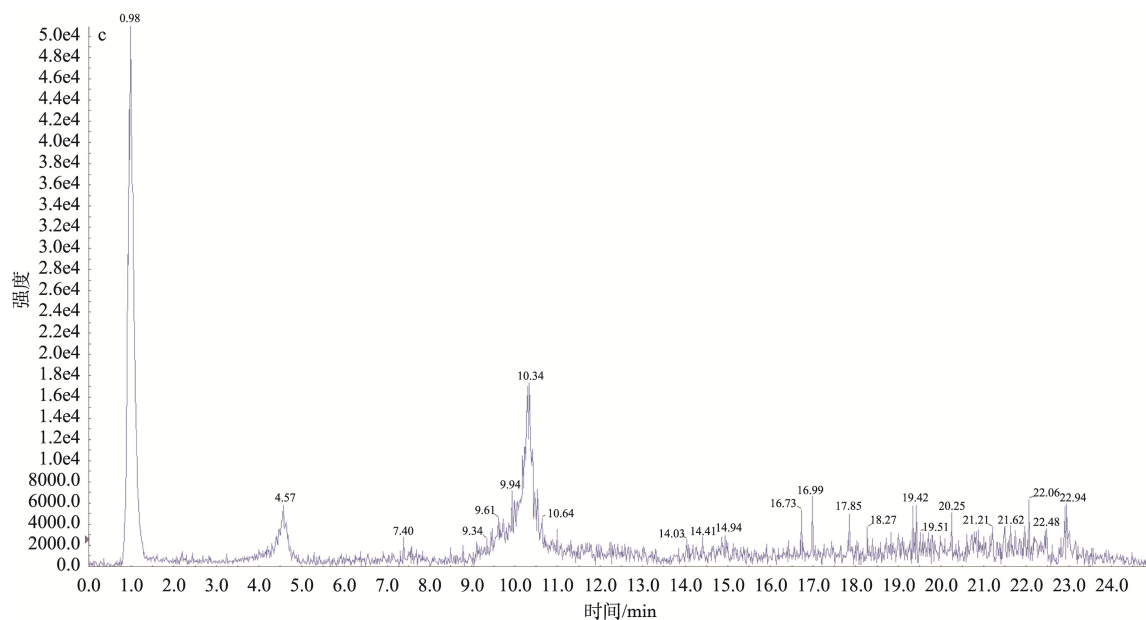
化合物	6.4 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (克百威 12.8 $\mu\text{g}/\text{kg}$)		16 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (克百威 32 $\mu\text{g}/\text{kg}$)		40 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (克百威 80 $\mu\text{g}/\text{kg}$)	
	回收率/%	平均回收率/%	回收率/%	平均回收率/%	回收率/%	平均回收率/%
异丙威	83.28~114.84	101.72	78.75~121.88	100.32	109.80~128.83	119.32
仲丁威	94.38~108.44	101.43	101.94~105.44	103.69	124.11~128.91	126.51
残杀威	82.97~118.12	102.73	81.50~128.38	104.94	80.15~111.85	96.00
克百威	105.86~115.47	111.80	107.23~129.38	118.31	100.27~120.38	110.33



注: a: 标准样品; b: 空白样品。

图 3 标准样品、空白样品及空白加标样品总离子流图

Fig.3 Total ion flow diagram of standard sample, blank sample and blank standard addition sample



注: c: 空白加标样品。

图 3(续) 标准样品、空白样品及空白加标样品总离子流图

Fig.3 Total ion flow diagram of standard sample, blank sample and blank standard addition sample

2.3.3 精密度

随机选取 1 件未检出的萝卜样品作为空白样品, 准确称取 10.00 g 未检出的空白样品 6 份, 分别加入混合标准溶液 125 μL , 按样品预处理方法制备样品溶液, 重复测定, 计算精密度, 相对标准偏差(RSD)均小于 20%, 见表 6。

2.4 实际样品监测

用所建立的方法对市售蔬菜进行分析, 以各化合物的特征碎片离子丰度及保留时间进行定性分析, 峰面积外标法进行定量, 根据实验结果, 被检测样品中 4 种氨基甲酸酯类农药均为未检出。

3 结 论

本研究通过加入乙腈对蔬菜样品中的农药残留进行萃取, 分别使用 QuChERS 和 SPE 净化方法, QuChERS 净化方法较为简单易操作且所用试剂消耗少, 作为一种快速前处理技术, 步骤简洁, 省时高效, 近年来也得到了广泛应用。采用超高效液相色谱-串联质谱外标法进行测定, 建立蔬菜中氨基甲酸酯类农药的测定方法, 该方法提取时间短, 有机溶剂用量少, 专属性好, 重现性好, 操作可行, 具有良好的线性关系、较好的回收率和精密度。质谱扫描采用 MRM 扫描模式, 从而显著地提高灵敏度, 实现多种物质同时测定, 适合植物源性食品中氨基甲酸酯类农药残留的筛查和确证。

表 6 QuEChERS 与 SPE 重复测定的精密度(n=6)

Table 6 Average relative standards deviations of target compounds by QuEChERS and SPE (n=6)

目标物	浓度/($\mu\text{g}/\text{kg}$)		平均值/($\mu\text{g}/\text{kg}$)		标准偏差/%		相对标准偏差/%	
	QuEChERS	SPE	QuEChERS	SPE	QuEChERS	SPE	QuEChERS	SPE
异丙威	31.67	41.23	41.18	47.05	5.12	4.24	12.43	9.02
	42.70	44.01						
	43.68	48.46						
	44.56	45.34						
	45.27	51.69						
	39.21	51.58						

表 6(续)

	浓度/($\mu\text{g}/\text{kg}$)		平均值/($\mu\text{g}/\text{kg}$)		标准偏差/%		相对标准偏差/%	
仲丁威	33.72	23.14	40.12	34.98	4.81	6.31	12.01	18.03
	44.32	35.75						
	46.00	35.91						
	39.72	37.51						
	41.43	35.49						
	35.54	42.09						
残杀威	31.50	43.47	37.76	46.86	4.71	5.05	12.61	10.77
	42.01	48.34						
	35.31	51.14						
	33.98	49.92						
	37.75	50.13						
	43.62	38.18						
克百威	68.99	102.90	76.40	96.16	11.47	6.66	15.02	6.93
	92.35	87.01						
	89.40	101.10						
	70.11	95.62						
	65.32	100.90						
	72.21	89.42						

参考文献

- [1] GB 2763—2019 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量标准[S].
GB 2763—2019 National food safety standard-Maximum residue limits for pesticides in food [S].
- [2] 李萍, 王绪卿. 氨基甲酸酯农药残留分析方法[J]. 国外医学卫生学分册, 1999, 26(6): 367-370.
LI P, WANG XQ. Analysis of carbamate pesticide residues [J]. Foreign Med Sci (Sec Hyg), 1999, 26(6): 367-370.
- [3] 江虹. 气相色谱法测定果蔬中 6 种氨基甲酸酯类农药残留[J]. 海峡预防医学杂志, 2015, 21(6): 66-67.
JIANG H. Determination of 6 kinds of carbamate pesticide residues in fruits and vegetables by gas chromatography [J]. Strait J Prev Med, 2015, 21(6): 66-67.
- [4] 赵亚华, 何学芳, 李勇, 等. 食品中 40 种有机磷和氨基甲酸酯农药多残留快速检测技术研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2007, 17(11): 1938-1940, 1967.
ZHAO YH, HE XF, LI Y, *et al.* A study on rapid determination of 40 organophosphorus and carbamate pesticide multi-residues in food [J]. Chin J Health Lab Technol, 2007, 17(11): 1938-1940, 1967.
- [5] 郭新颖, 顾俊, 陈峰, 等. 高效液相色谱法测定中药材氨基甲酸酯类农药残留[J]. 农药, 2019, 58(5): 353-355.
GUO XY, GU J, CHEN F, *et al.* Determination of N-methyl carbamate pesticides in traditional Chinese herbal medicines by HPLC [J]. Agrochemicals, 2019, 58(5): 353-355.
- [6] 魏良胜. 高效液相色谱-柱后衍生荧光光谱法测定蔬菜和水果中 6 种 N-甲基氨基甲酸酯类农药[J]. 现代农业科技, 2018, (14): 121-128.
WEI LS. Determination of 6 n-methyl carbamate pesticides in vegetables and fruits by high performance liquid chromatography-post-column derivatization fluorescence spectrometry [J]. Mod Agric Technol, 2018, (14): 121-128.
- [7] 王敏, 李广益, 宋丰江, 等. 高效液相色谱法测定蔬菜中氨基甲酸酯类农药[J]. 食品研究与开发, 2018, 39(1): 122-125.
WANG M, LI GY, SONG FJ, *et al.* Determination of carbamate pesticides in vegetables by high performance liquid chromatography [J]. Food Res Dev, 2018, 39(1): 122-125.
- [8] 聂荣荣, 沈洁, 何啸峰, 等. 气相色谱-质谱法测定食品中有机磷、有机氯和氨基甲酸酯类等农药及相关化学品的残留[J]. 食品安全导刊, 2018, (36): 152-154.
NIE RR, SHEN J, HE XF, *et al.* Determination of residues of pesticides and related chemicals such as organophosphorus, organochlorine and carbamate in food by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin Food Saf Magaz, 2018, (36): 152-154.
- [9] 丁润梅, 吴冰, 田大年. QuEChERS-气相色谱-质谱联用法测定温棚蔬菜中 7 种氨基甲酸酯及 5 种拟除虫菊酯农药残留[J]. 现代预防医学, 2018, 45(17): 3160-3164.
DING RM, WU B, TIAN DN. Determination of 7 carbamates and 5 pyrethroids pesticide residues in greenhouse vegetables by

- QuEChERS-GC-MS [J]. *Mod Prev Med*, 2018, 45(17): 3160-3164.
- [10] 贾薇, 王磊石, 赵雷, 等. 气相色谱-质谱法同时检测七种氨基甲酸酯类杀虫剂[J]. *中国卫生检验杂志*, 2003, (2): 205-206.
- JIA W, WANG LS, ZHAO L, *et al.* Detection of seven carbamate insecticides by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2003, 13(2): 205-206.
- [11] 朱宝平, 叶雅真, 冷建荣, 等. 气质联用仪在鼠药、有机磷及氨基甲酸酯类农药中毒事件中的检测应用[J]. *实用预防医学*, 2008, 15(5): 1579-1581.
- ZHU BP, YE YZ, LENG JR, *et al.* Rapid identification and determination of tetramine, organophosphorous and carbamates pesticides intoxication patients by GC/MS [J]. *Pra Prev Med*, 2008, 15(5): 1579-1581.
- [12] 安可. GC-MS 法同时测定蔬菜中 7 种氨基甲酸酯类农药残留[J]. *中国卫生检验杂志*, 2009, 19(7): 1531-1532.
- AN K. Determination of residues of 7 kind of carbamate pesticides in vegetables by gas chromatography mass spectrometry [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2009, 19(7): 1531-1532.
- [13] 王敬, 陈瑞春, 郭春海, 等. 液相色谱-串联质谱法测定植物源性食品中 16 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物[J]. *食品安全质量检测学报*, 2013, 4(5): 1458-1466.
- WANG J, CHEN RC, GUO CH, *et al.* Determination of 16 carbamate pesticides and metabolite residues in plant-derived foodstuffs by high liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2013, 4(5): 1458-1466.
- [14] 李凌云, 许晓敏, 林桓, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测谷物、油料和植物油中氨基甲酸酯类农药残留[J]. *农产品质量与安全*, 2018, (5): 44-48, 63.
- LI LY, XU XM, LIN H, *et al.* Determination of carbamate pesticide residues in cereals, oilseeds and vegetable oils by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Qual Saf Agro-prod*, 2018, (5): 44-48, 63.
- [15] 马合勤, 岑嘉茵. 超高效液相色谱-串联质谱法测定蔬菜中 4 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留[J]. *现代农药*, 2019, 18(1): 37-39, 43.
- MA HQ, CENG JY. Determination of four kinds of carbamate pesticides and its metabolites residues by UPLC-MS/MS [J]. *Mod Pest*, 2019, 18(1): 37-39, 43.
- [16] 冯婉莹, 罗浩, 黄泽涛. QuEChERS 结合 UPLC-MS/MS 测定菠菜中 5 种氨基甲酸酯类农药残留[J]. *食品科学技术学报*, 2019, 37(3): 100-104.
- FENG WY, LUO H, HUANG ZT. Determination of residues of five carbamate pesticides in spinach by QuEChERS coupled with UPLC-MS/MS [J]. *Food Sci Tec*, 2019, 37(3): 100-104.
- [17] GB 23200.112—2018 食品安全国家标准 植物源性食品中 9 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱柱后衍生法[S]. GB 23200.112—2018 National food safety standard-Determination of 9 carbamate pesticides and metabolites residues in food of plant origin-liquid chromatography-post-column derivatization method [S].

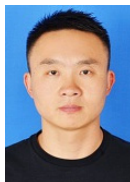
(责任编辑: 王 欣)

作者简介



陈俊秀, 主要研究方向为食品和水质的质量与安全。

E-mail: 752110643@qq.com



张瑞雨, 主要研究方向为食品和水质的质量与安全。

E-mail: 87150479@qq.com