

气相色谱-质谱联用法测定茶叶和辣椒粉中的 乙烯菌核利及其代谢物 3,5-二氯苯胺残留量

侯颖焯, 李 菊, 曾广丰, 王 璐, 谢建军*

(广州海关技术中心, 广州 510623)

摘要: **目的** 建立气相色谱-质谱联用法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)测定茶叶和辣椒粉中的乙烯菌核利及其代谢物 3,5-二氯苯胺残留量的分析方法。**方法** 茶叶和辣椒粉样品用乙腈振荡提取, 提取液过复杂基质(multiplug filtration clean-up, m-PFC)快速滤过型固相萃取(solid phase extraction, SPE)柱净化, 滤液氮吹至近干, 用乙酸乙酯定容后用 GC-MS 进行测定, 外标法定量。**结果** 乙烯菌核利及其代谢物 3,5-二氯苯胺的质量浓度在 20~200 ng/mL 范围内与其峰面积呈良好的线性关系。乙烯菌核利和 3,5-二氯苯胺的定量限(limit of quantification, LOQ)在茶叶中为 0.33 mg/kg, 在辣椒粉中为 0.07 mg/kg, 加标回收率为 83.3%~93.5%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 1.12%~8.11%。**结论** 该方法操作简单、准确, 可应用于茶叶和辣椒粉中的乙烯菌核利及其代谢物 3,5-二氯苯胺残留量的检测。

关键词: 气相色谱-质谱联用法; 复杂基质; 茶叶; 辣椒粉; 乙烯菌核利; 3,5-二氯苯胺

Determination of vinclozolin and its metabolite 3,5-dichloroaniline residues in tea and paprika by gas chromatography-mass spectrometry

HOU Ying-Ye, LI Ju, ZENG Guang-Feng, WANG Lu, XIE Jian-Jun*

(Technology Center of Guangzhou Customs, Guangzhou 510623, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of vinclozolin and 3,5-dichloroaniline residues in tea and paprika by gas chromatography-mass spectrometry(GC-MS). **Methods** Samples were extracted by vibration ultrasonic with acetonitrile, then the extracts were purified by multiplug filtration clean-up solid phase extraction cartridges. The filtrate was evaporated to dryness by nitrogen evaporator and the residues were diluted with ethyl acetate, which was used for GC-MS analysis, and quantified by external standard method. **Results** Linear relationship between values of peak area and mass concentration of vinclozolin and 3,5-dichloroaniline were good in the range of 20–200 ng/mL. The limits of quantification(LOQ) of vinclozolin and 3,5-dichloroaniline in tea and paprika were 0.33 mg/kg and 0.07 mg/kg, the recoveries rate were 83.3%–93.5% and relative standard deviations were 1.12%–8.11%. **Conclusion** This method is accurate and easy, and it can be used for the determination of vinclozolin and 3,5-dichloroaniline residues in tea and paprika.

KEY WORDS: gas chromatography-mass spectrometry; complex matrix; tea; paprika; vinclozolin;

基金项目: 海关总署技术规范研制项目(2019B112)

Fund: Supported by the Standard Setting Program of the General Administration of Customs, PRC. (2019B112)

*通信作者: 谢建军, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品安全与质量检测。E-mail: jianjunxj@126.com

*Corresponding author: XIE Jian-Jun, Ph.D, Professor, Technology Center of Guangzhou Customs, No.66, Huacheng Road, Tianhe District, Guangzhou 510623, China. E-mail: jianjunxj@126.com

3,5-dichloroaniline

0 引言

乙烯菌核利(vinclozolin)是一种广谱、保护性和触杀型杀菌剂。乙烯菌核利能与植物体中的葡萄糖和胶质形成结合或结合残留物,其中主要是该代谢物 3,5-二氯苯胺(3,5-dichloroaniline)对人体健康存在威胁。动物毒理实验表明,乙烯菌核利是一种环境抗雄激素,能够导致雄性生殖器官异常或雄性雌性化^[1-8]。

目前,在有关乙烯菌核利检测的标准方法方面,农业标准 NY/T 761—2008《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》提到了蔬菜和水果中乙烯菌核利的测定,国家标准 GB 23200.9—2016《食品安全国家标准 粮谷中 475 种农药及相关化学品残留量测定 气相色谱-质谱法》建立了粮谷中乙烯菌核利的测定方法。这两个标准方法都只适用于乙烯菌核利的检测,并未涉及其代谢物 3,5-二氯苯胺的测定分析。其他文献中,在仪器分析方法方面有报道气相色谱法^[9-12]、气相色谱-质谱联用法^[13-16]、液相色谱法^[17-19]和液相色谱-质谱联用法^[20];在前处理方法方面,主要以固相萃取(solid phase extraction, SPE)和 QuEChERS(Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe)前处理技术为主。以上标准和文献只针对乙烯菌核利进行分析检测,均未对其代谢物 3,5-二氯苯胺残留量检测进行研究。

本研究选用茶叶和辣椒粉这两类复杂的植物源食品为研究对象,乙腈作为提取试剂,提取液通过复杂基质(multiplug filtration clean-up, m-PFC)快速滤过型 SPE 柱净化,采用气相色谱-质谱联用法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)进行测定,以期可为乙烯菌核利及其代谢物 3,5-二氯苯胺残留量的检测提供方法参考。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Agilent 6890N-5973N 气相色谱-质谱联用仪(美国 Agilent 公司); Heidolph promax 2020 水平振荡仪(德国 Heidolph 公司); Turbovap LV 氮气吹干浓缩仪(瑞典 Zymark 公司); SIGMA 3-18K 高速离心机(转速 ≥ 10000 r/min, 德国 Sigma 公司); MS303TS/02 电子天平(梅特勒-托利多仪器上海有限公司); Milli-Q 超纯水仪(美国 Millipore 公司); m-PFC 快速滤过型固相萃取柱(210 mg/3 mL, 北京绿绵科技有限公司); 有机相滤膜(0.22 μm , 天津市津腾实验设备有限公司)。

乙烯菌核利标准品(纯度 99.5%)、3,5-二氯苯胺标准品(纯度 99.9%, 德国 Dr Ehrenstorfer 公司); 乙腈、乙酸乙酯

(色谱纯, 中国 CNW Technologies GmbH 公司); 氯化钠(分析纯, 广州化学试剂厂)。

乙烯菌核利标准储备液(1000 mg/L): 准确称取适量的乙烯菌核利标准物质(精确到 0.001 g), 用乙酸乙酯配制成浓度为 1000 mg/L 的标准储备液, 棕色瓶中置于 -18 °C 冰箱中保存, 3,5-二氯苯胺标准品储备液的配制同乙烯菌核利。

1.2 实验方法

1.2.1 提取

称取 2 g 试样于 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 水, 涡旋 1 min 混匀后, 加入 10 mL 乙腈和 10 g 氯化钠, 混合均匀后置于水平振荡器中振荡 15 min, 以 10000 r/min 离心 5 min, 茶叶取 2 mL 上清液浓缩至约 1 mL, 辣椒粉取 5 mL 上清液浓缩至约 1 mL, 待净化。

1.2.2 净化

将 1.2.1 中待净化液过 m-PFC 快速滤过型 SPE 柱, 缓慢推动塞杆(1~1.5 s/滴流速), 收集过滤液, 于 35 °C 水浴下氮吹至近干, 用乙酸乙酯定容至 1.0 mL, 充分涡旋混合后过 0.22 μm 滤膜于进样瓶中, 注入气相色谱-质谱联用仪进行分析。

1.2.3 气相色谱条件

色谱柱: Agilent DB-5MS 毛细管柱(0.25 mm \times 0.25 μm , 30 m)或性能相当者; 柱温度程序: 初始温度 70 °C 保持 1.5 min, 以 10 °C/min 速率升至 160 °C, 再以 20 °C/min 升至 280 °C, 保持 5.0 min, 总运行时间 30.0 min; 进样口温度: 270 °C; 载气: 氦气(纯度 99.999%), 流量 1.2 mL/min; 进样模式: 不分流进样; 进样量: 1.0 μL ; 溶剂延迟时间: 5 min。

1.2.4 质谱条件

离子源: 电子轰击源(electron impact ion source, EI); 离子源温度: 230 °C; 电离能量: 70 eV; 扫描方式: 选择离子监测(single ion monitoring, SIM), 选择离子(*为定量离子): 212*/198/285(乙烯菌核利), 161*/163/134(3,5-二氯苯胺)。

2 结果与分析

2.1 复杂基质的净化柱选择

本研究选择了石墨化炭黑(graphitized carbon black, GCB)柱(250 mg/3 mL)、中性氧化铝柱(Al_2O_3 , 1 g/3 mL)、PSA(primary secondary amine, PSA)柱(200 mg/3 mL)和 m-PFC 快速滤过型柱这 4 种 SPE 柱进行吸附实验对比。其中 GCB 柱、中性氧化铝柱和 PSA 柱分别用 4 mL 乙腈活化之后, 加入 100 μL 的 1.00 mg/L 的乙烯菌核利和 3,5-二氯苯胺混合标准溶液, 分别用 1、2、3、4、5 mL 乙腈洗脱,

收集洗脱液, 将洗脱液氮吹至近干, 用乙酸乙酯定容至 1 mL, 过 0.22 μL 有机微孔滤膜, 上机测定。m-PFC 柱不需要活化和洗脱, 直接在 m-PFC 柱上加入 1 mL 的 100 ng/mL 的乙烯菌核利和 3,5-二氯苯胺混合标准溶液, 缓慢推动柱塞杆(1~1.5 s/滴流速), 收集滤液, 将滤液氮吹至近干, 用乙酸乙酯定容至 1 mL, 过 0.22 μL 有机微孔滤膜, 上机测定。GCB 柱、中性氧化铝柱和 PSA 柱实验结果的淋洗曲线如图 1、2。

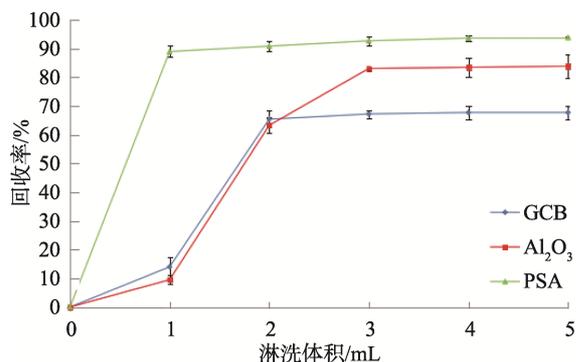


图 1 3,5-二氯苯胺标准溶液的 SPE 淋洗曲线($n=3$)

Fig.1 SPE elution curve of 3,5-dichloroaniline($n=3$)

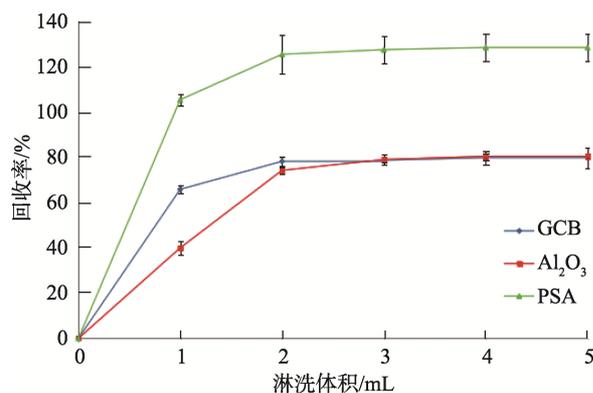


图 2 乙烯菌核利标准溶液的 SPE 淋洗曲线($n=3$)

Fig.2 SPE elution curve of vinclozolin($n=3$)

通过标准溶液的 SPE 柱吸附实验可见, 混合标准溶液经以上 3 种 SPE 小柱吸附后, 洗脱溶剂为 2 mL 时已完成洗脱, 经氧化铝柱净化的样品中乙烯菌核利和 3,5-二氯苯胺混合标准溶液的回收率分别为 83.8%和 80.2%; 而经 GCB 柱净化的样品回收率偏低, 只有 67.7%和 79.5%; 经 PSA 柱净化的样品中乙烯菌核利回收率则偏高为 127.8%。而经 m-PFC 柱净化的乙烯菌核利和 3,5-二氯苯胺混合标准溶液回收率分别达到 108.8%和 92.3%。对比以上数据, 只有中性氧化铝柱和 m-PFC 柱的回收率达到 GB/T 27404—2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》对实验的要求。由于 m-PFC SPE 柱不用活化和洗脱, 直接过滤提取液得到即为净化液, 大大节约前处理的时间和步骤,

提高前处理的效率, 且 m-PFC SPE 柱对茶叶和辣椒粉这两类复杂基质具有明显的净化效果。综合考虑, 本方法采用 m-PFC SPE 柱作为复杂基质的净化小柱。

2.2 复杂基质添加回收实验

本研究比较了中性氧化铝和 m-PFC SPE 柱对于茶叶和辣椒粉这两种复杂基质的净化效果。称取 2 g(精确至 0.01 g)茶叶和辣椒粉空白试样于 50 mL 离心管中, 加入浓度为 1 mg/L 的标准溶液 100 μL , 提取步骤同 1.2.1, 提取液分别用中性氧化铝和 m-PFC SPE 柱进行净化对比分析。经中性氧化铝柱净化步骤按以下操作: 取 1 mL 上清液于已活化好的中性氧化铝柱, 用 4 mL 乙腈洗脱, 收集洗脱液, 35 $^{\circ}\text{C}$ 水浴氮吹至近干, 用乙酸乙酯溶解定容至 1 mL, 过 0.22 μm 滤膜于进样瓶中, 注入 GC-MS 进行分析; 另取 1 mL 上清液于 m-PFC 柱中, 操作同 1.2.2。

实验结果表明添加水平为 100 ng/mL 的茶叶样品, 经中性氧化铝柱净化, 茶叶中 3,5-二氯苯胺的回收率为 92.2%, 辣椒粉中 3,5-二氯苯胺和乙烯菌核利的回收率为 115.1%和 118.3%, 符合 GB/T 27404—2008 实验要求; 但茶叶中乙烯菌核利的回收率却只有 49.9%, 不符合实验要求。而经 m-PFC SPE 柱净化, 茶叶中的 3,5-二氯苯胺和乙烯菌核利的回收率分别为 98.0%和 107.0%, 辣椒粉中的 3,5-二氯苯胺和乙烯菌核利的回收率为 103.2%和 111.3%, 均符合实验要求。且分析谱图发现经 m-PFC SPE 柱处理后的样品杂峰明显减少, 综合考虑, 本方法实验选择 m-PFC SPE 柱作为茶叶和辣椒粉两类复杂基质的净化 SPE 柱, 茶叶的净化结果见图 3 和 4。

2.3 基质效应的消除

由于茶叶和辣椒粉这两种样品基质比较复杂, 在前处理中会带入许多物质干扰分析, 导致出现基质效应。用乙酸乙酯试剂配制标准工作曲线进行添加回收实验进行定量时, 发现乙烯菌核利和 3,5-二氯苯胺残留测定值明显偏高, 而用空白样品净化后基质配制标准工作曲线进行定量, 回收率在正常范围之内。因此, 为了消除基质效应的干扰, 本方法用净化后空白样品基体加入标准溶液配制标准工作曲线进行定量。

2.4 线性关系与定量限

在 1.2.3 和 1.2.4 的仪器条件下, 用空白基质溶液配制系列浓度为 20、50、100、150、200 ng/mL 的乙烯菌核利和 3,5-二氯苯胺的混合标准工作液进行上机测定, 以质量浓度(X , ng/mL)为横坐标, 峰面积 Y 为纵坐标绘制标准曲线, 得到线性回归方程。结果见表 1, 发现这两种农药在 20~200 ng/mL 范围内线性关系良好, 相关系数 r^2 分别为 0.9997 和 0.9998, 符合分析方法要求。定量限(the limit of quantification, LOQ)以 10 倍信号和噪音比(S/N)为计算, 乙烯菌核利和 3,5-二氯苯胺在茶叶中的定量限为 0.33 mg/kg, 在辣椒粉中的定量限为 0.07 mg/kg。

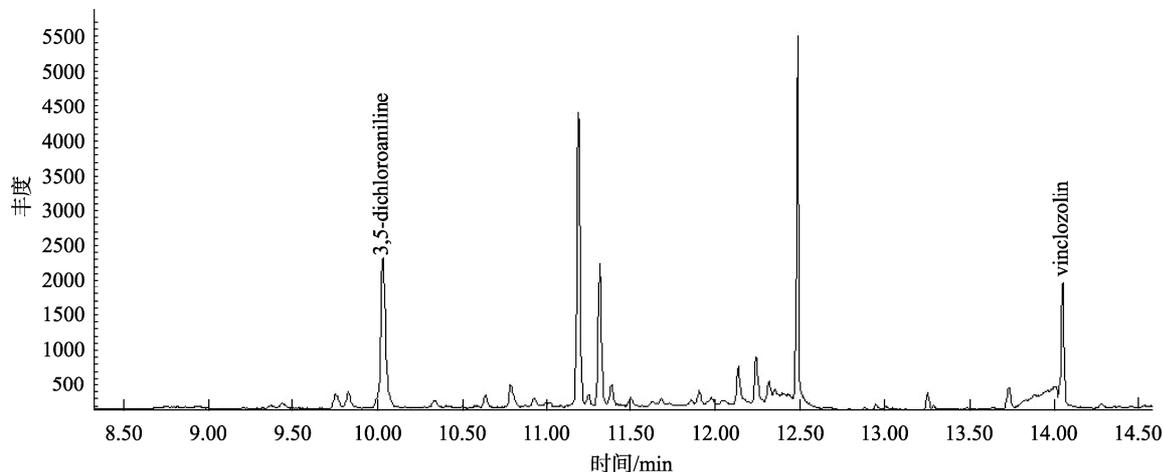


图3 加标茶叶基质过中性氧化铝小柱净化的色谱图

Fig.3 Chromatogram of tea spiked with standards by using neutral alumina SPE column

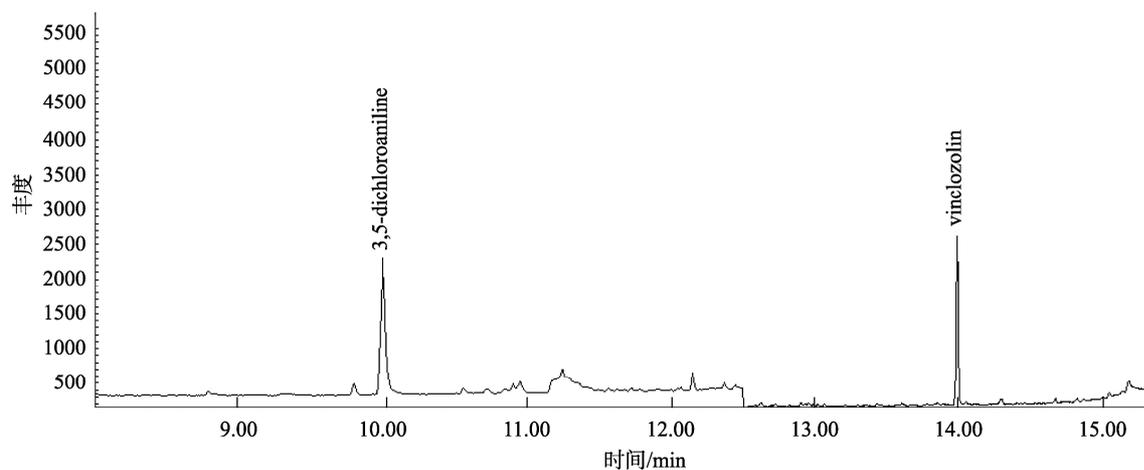


图4 加标茶叶基质过 m-PFC SPE 柱净化的色谱图

Fig.4 Chromatogram of tea spiked with standards by using m-PFC SPE column

表1 乙烯菌核利及其代谢物 3,5-二氯苯胺标准溶液的线性关系
Table 1 Linear relationship between vinclozolin and 3,5-dichloroaniline

标准溶液	线性方程	线性关系 r^2
3,5-二氯苯胺	$Y=36.63X+245.5$	0.9997
乙烯菌核利	$Y=12.25X+62.00$	0.9998

2.5 回收率与精密度

采取茶叶和辣椒粉样品按 1.2.1 制备,称取 2 g(精确至 0.01 g)两种样品,分别添加 3 个不同水平的乙烯菌核利和 3,5-二氯苯胺混合标准溶液,其中茶叶的添加水平为 0.1、0.5、1 mg/kg,辣椒粉的添加水平为 0.02、0.5、1 mg/kg。按本方法确定的条件进行提取和净化,上机测定各个样品中乙烯菌核利和 3,5-二氯苯胺的含量,每个添加浓度重复测定 6 次,计算加标回收率和精密度(relative standard deviation, RSD),测定结果见表 2。在茶叶和辣椒粉这两种

样品中添加表 2 中不同 3 种浓度,得出茶叶中乙烯菌核利和 3,5-二氯苯胺的加标回收率为 83.3%~90.8%,RSD 为 1.12%~8.11%,辣椒粉中乙烯菌核利和 3,5-二氯苯胺的加标回收率为 86.5%~93.5%,RSD 为 1.90%~4.16%,符合 GB/T 27404—2008 的要求。

2.6 实际样品的测定

用本方法检测了在广州市农贸市场随机购买的茶叶和辣椒粉的样品各 6 个,结果显示这 12 个样品中乙烯菌核利和 3,5-二氯苯胺均未检出。

3 结论与讨论

本研究建立了 GC/MS 测定茶叶和辣椒粉中的乙烯菌核利及其代谢物 3,5-二氯苯胺残留量的分析方法。乙烯菌核利和 3,5-二氯苯胺在茶叶中的定量限为 0.33 mg/kg,在辣椒粉中的定量限为 0.07 mg/kg。本方法使用 m-PFC 快速

滤过型 SPE 柱进行净化, 比其他常用的 SPE 柱净化效果更好, 且操作更加简单方便, 结果准确可靠, 回收率和精密度好, 减少了对仪器的污染, 符合农药残留分析要求, 对

于茶叶和辣椒粉这两类复杂基质中烯菌核利及其代谢物 3,5-二氯苯胺残留量的分析测定具有明显优势, 可为同类样品检测提供参考。

表 2 乙烯菌核利和 3,5-二氯苯胺的回收率和精密度($n=6$)
Table 2 Recoveries and RSDs of vinclozolin and 3,5-dichloroaniline($n=6$)

基质	添加浓度/(mg/kg)	乙烯菌核利		3,5-二氯苯胺	
		平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
茶叶	0.1	83.5	8.11	84.6	4.67
	0.5	83.3	3.19	85.9	1.12
	1	90.8	4.14	89.6	5.00
	0.02	86.5	2.71	87.2	1.90
辣椒粉	0.5	88.9	3.83	87.9	4.16
	1	90.3	3.52	93.5	2.44

参考文献

- JULIAN B, LAURENT D, ELISABETH P. Biotransformation of vinclozolin in rat precision-cut liver slices: Comparison with *in vivo* metabolic pattern [J]. *J Agric Food Chem*, 2008, 56: 4832–4839.
- PAPIS E, BERNARDINI G, GORNATI R, *et al.* Triadimefon causes branchial arch malformations in *Xenopus laevis* embryos [J]. *Environ Sci Pollut Res*, 2006, 13(4): 251–255.
- WARD WO, DELKER DA, HESTER SD, *et al.* Transcriptional profiles in liver from mice treated with hepatotumorigenic and nonhepatotumorigenic triazole conazole fungicides: Propiconazole, triadimefon, and myclobutanil [J]. *Toxicol Pathol*, 2006, 34(7): 863–878.
- 张国军. 环境抗雄激素影响及机制[J]. 国外医学卫生学分册, 2003, 30(2): 79–83.
ZHANG GJ. Effect and mechanism of environmental anti-androgen [J]. *Fore Med Hyg Vol*, 2003, 30(2): 79–83.
- 王惠萍, 徐斯凡. 环境抗雄激素乙烯菌核利的生殖毒性研究进展[J]. 环境与健康杂志, 2012, 29(9): 861–863.
WANG HP, XU SF. Environmental antiandrogen: Reproductive toxicity of fungicide vinclozolin [J]. *J Environ Health*, 2012, 29(9): 861–863.
- 张京佶, 王绿平, 张琨. 稀有鮟鮓在鱼类胚胎急性毒性试验中的适用性研究[J]. 环境科学研究, 2019, 32(7): 1162–1169.
ZHANG JJ, WANG LP, ZHANG K. Applicability of *Gobiocypris rarus* in fish embryo acute toxicity Test [J]. *Res Environ Sci*, 2019, 32(7): 1162–1169.
- SMITH S, SESSIONS RB, SHOEMARK D, *et al.* Antiproliferative and antimigratory effects of a novel YAP-TEAD interaction inhibitor identified using *in silico* molecular docking [J]. *J Med Chem*, 2019, 62(3): 1291–1305.
- 杨谨如, 尹洪萍, 张玉静, 等. Hippo 信号通路在乙烯菌核利致小鼠尿道下裂中的作用[J]. 卫生研究, 2019, 48(4): 615–620.
YANG JR, YIN HP, ZHANG YJ, *et al.* Role of Hippo signaling pathway in mice hypospadias induced by vinclozolin [J]. *J Hyg Res*, 2019, 48(4): 615–620.
- 黄何何, 方恩华, 罗佳, 等. 气相色谱法测定果蔬中 3 种噁唑类杀菌剂的残留量[J]. 福建分析测试, 2012, 21(4): 31–36.
HUANG HH, FANG EH, LUO J, *et al.* Determination of residues of three kinds of oxazole in fruits and vegetables using gas chromatography [J]. *Fujian Anal Test*, 2012, 21(4): 31–36.
- 吴南村, 刘春华, 张群, 等. 气相色谱法检测葛笋中的几种农药残留[J]. 中国园艺文摘, 2014, (8): 38–39.
WU NC, LIU CH, ZHANG Q, *et al.* Residue analysis of some pesticides in *Asparagus lettuce* by GC-ECD [J]. *Chin Horticult Abst*, 2014, (8): 38–39.
- 杨玲, 樊仙, 李复琴, 等. 气相色谱法测定果蔗中有机氯农药残留[J]. 中国糖料, 2020, (4): 57–61.
YANG L, FAN X, LI FQ, *et al.* Determination of organochlorine pesticide residues in sugarcane by gas chromatography [J]. *Sugar Crop Chin*, 2020, (4): 57–61.
- 唐加敏, 马荣亮, 熊佳梁, 等. 采用双柱毛细管气相色谱法测定茶叶农药残留量[J]. 农业工程技术, 2018, (2): 15–18.
TANG JM, MA RX, XIONG JL, *et al.* The pesticide residues in tea were determined by double column capillary gas chromatography [J]. *Agric Eng Technol*, 2018, (2): 15–18.
- 杜长春, 方向丽, 钱一华, 等. 气相色谱串联质谱法测定蔬菜水果中的 30 种农药残留[J]. 安徽农学通报, 2018, 24(13): 108–111.
DU CC, FANG XL, QIAN YH, *et al.* Determination of 30 pesticide residues in vegetables and fruits by gas chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Anhui Agric Sci Bull*, 2018, 2(13): 108–111.
- 蒋永祥, 谈金辉, 涂红艳, 等. 气相色谱-质谱法同时测定菠菜中 4 种二缩甲酰胺类杀菌剂的残留量[J]. 理化检验, 2011, (47): 813–815.
JIANG YX, TAN JH, TU HY, *et al.* Simultaneous GC determination of residual amounts of 4 diformylimide bactericides in spinach [J]. *Phy Test Chem Anal*, 2011, (47): 813–815.
- 王倩, 朱艳春, 李婷婷, 等. GC-MS/MS 法同时测定白芍、黄芪、猫爪草和山茱萸中 69 种农药的残留量[J]. 中国药房, 2019, 30(20): 2829–2834.

- WANG Q, ZHU YC, LI TT, *et al.* Determination of 69 kinds of pesticide residues in *Paeonia tactilora*, *Astragalus membranaceus*, *Ranunculus ternatus* and *Cornus officinalis* by GC-MS/MS [J]. *China Pharm*, 2019, 30(20): 2829–2834.
- [16] 吴南村, 张群, 刘春华, 等. QuEChERS-气相色谱串联质谱法检测诺丽酵素原液中 12 种农药残留[J]. *湖北农业学报*, 2019, 58(1): 96–99.
- WU NC, ZHANG Q, LIU CH, *et al.* Simultaneous determination of fermentation broth of *Morinda citrifolia* using QuEChERS-gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Hubei Agric Sci*, 2019, 58(1): 96–99.
- [17] 顾凯, 李增和. 高效液相色谱法测定乙烯菌核利的含量[J]. *农药分析*, 2012, 51(1): 42–43, 59.
- GU K, LI ZH. Determination of active ingredient content in vinclozolin by HPLC [J]. *Agrochemicals*, 2012, 51(1): 42–43, 59.
- [18] 刘俊, 厉晨皓, 钟玉娟, 等. 固相萃取-高效液相色谱法测定蔬菜中三唑酮、百菌清和乙烯菌核利残留量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2017, 8(12): 4798–4803.
- LIU J, LI CH, ZHONG YJ, *et al.* Determination of triadimefon, chlorthalonil and vinclozolin residues in vegetables by solid phase extraction-high performance liquid chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2017, 8(12): 4798–4803.
- [19] 侯雪, 易盛国, 韩梅, 等. QuEChERS 法测定葡萄酒中乙烯菌核利方法研究[J]. *西南农业学报*, 2013, 26(2): 835–837.
- HOU X, YI SG, HAN M, *et al.* Determination of vinclozolin in wine with QuEChERS [J]. *Southwest Chin J Agric Sci*, 2013, 26(2): 835–837.
- [20] 李婧, 高翔宇, 高文旭, 等. 液液萃取-气相色谱-质谱法测定水中 19 种苯胺类化合物[J]. *化学分析计量*, 2021, 30(2): 25–31.
- LI J, GAO XY, GAO WX, *et al.* Determination of 19 aniline compounds in water by liquid-liquid extraction-gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Chem Anal Meter*, 2021, 30(2): 25–31.

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



侯颖辉, 助理工程师, 主要研究方向为农产品质量安全与检测。
E-mail: 781279146@qq.com



谢建军, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品安全与质量检测。
E-mail: jianjunxjj@126.com