

QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定8种农产品中的丙硫唑残留

张盈, 魏进, 龙家寰, 高迪, 段婷婷*

(贵州省农业科学院植物保护研究所, 贵阳 550006)

摘要: **目的** 建立超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)快速测定8种农产品中丙硫唑残留的方法。**方法** 以经典 QuEChERS 技术为基础, 优化前处理方法的提取剂和净化剂, 1%乙酸-乙腈(V:V)提取, C₁₈ 净化, 外标法定量。**结果** 在 0.00025~0.50 mg/L 的质量浓度范围内, 对应质量浓度与峰面积之间具有良好的相关性, 相关系数均大于 0.99; 在 0.001、0.01 和 0.1 mg/kg 3 个添加水平下的平均回收率在 70%~110%之间, 相对标准偏差为 0.83%~10.65%, 定量限(limit of quantitation, LOQ)和检出限(limit of detection, LOD)均为 0.001 mg/kg。**结论** 该方法具有快速、简便、成本低廉和准确度高优点, 适用于大米、烟草、辣椒、西瓜、白菜、小麦、葡萄和香蕉 8 种农产品中丙硫唑的残留分析。

关键词: QuEChERS; 超高效液相色谱-串联质谱法; 丙硫唑; 残留

Determination of albendazole residues in 8 kinds of agriculture products by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ZHANG Ying, WEI Jin, LONG Jia-Huan, GAO Di, DUAN Ting-Ting*

(Institute of Plant Protection, Guizhou Academy of Agricultural Sciences, Guiyang 550006, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determination of albendazole residues in 8 kinds of agriculture products by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** Based on the classical QuEChERS technique, the extraction agent and purifying agent of the pretreatment method were optimized. The samples were extracted with acetonitrile containing 1% (V:V) acetic acid and purified with octadecylsilane, and external standard method was used for quantification. **Results** The concentration of albendazole had good linear relationships with the peak area in the range of 0.00025–0.50 mg/L with the correlation coefficients all greater than 0.99. The average recoveries were in the range of 70%–110% and the relative standard deviations were in the range of 0.83%–10.65% at 0.001, 0.01 and 0.1 mg/kg supplemental levels, the limits of quantitation (LOQ) and limits of detection (LOD) of albendazole in 8 kinds of agriculture products samples were 0.001 mg/kg. **Conclusion** The method has the advantages of rapid, simple, low cost and high accuracy, etc. It is

基金项目: 贵州省科技支撑计划项目([2018]2350)

Fund: Supported by the Guizhou Science and Technology Support Project ([2018]2350)

*通信作者: 段婷婷, 高级实验师, 主要研究方向为农产品质量安全。E-mail: gzdt@126.com

*Corresponding author: DUAN Ting-Ting, Senior Engineer, Institute of Plant Protection, Guizhou Academy of Agricultural Sciences, Jinnong Road, Huaxi District, Guiyang 550006, China. E-mail: gzdt@126.com

suitable for the determination of albendazole residues in 8 kinds of agricultural products of rice, tobacco, pepper, watermelon, cabbage, wheat, grape and banana.

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

0 引言

丙硫唑(albendazole)也称阿苯达唑、施宝灵、丙硫咪唑和肠虫清等,因其结构仅比多菌灵多 1 个丙硫基而又称丙硫多菌灵,是一种低毒、广谱杀菌剂^[1-3],被广泛应用于水稻^[4]、烟草^[5]、西瓜^[6]、香蕉^[7]、小麦^[8-9]、大白菜、葡萄、辣椒^[10]等作物。已有研究表明,丙硫唑会引起蚯蚓精子畸形率增加,基质颗粒、核膜、染色质及线粒体等细胞超微结构发生病变,对蚯蚓产茧、孵化及其幼虫产生不利^[11]。丙硫唑会造成皮肤及其附件损害,引起人体消化系统、神经系统、血液系统的不良反应,如脑炎/脱髓鞘脑病、肝脏损害、贫血、白细胞减少等^[12]。到目前为止,我国对于丙硫唑仅在稻谷、糙米、香蕉和西瓜上制定了临时最大残留限量(maximum residues limits, MRL),在其他登记作物上均未制定 MRL 值。

目前丙硫唑在动物组织及动物产品等动物源农产品中的残留检测的报道较多^[13-15],关于丙硫唑在水稻、烟草、玉米、香蕉和苹果等少数植物源农产品中的检测方法主要有高效液相色谱法^[16-17]、高效液相色谱-串联三重四极杆质谱法^[18]和反相高效液相色谱法^[19]等,在其他登记及使用的农产品中的残留检测分析方法鲜有报道。鉴于其应用的广泛性和残留的危害性,建立其在农产品中残留检测方法,为制定其在农产品中正式限量标准和保障食品安全提供技术支撑尤为迫切。QuEChERS 前处理方法因其快速、简单、可靠、有效、廉价、安全等特点而在国际上被广泛应用^[20-22],实际应用中可尝试不同的提取溶剂、净化剂,以获得更理想的回收率^[23-24]。本研究通过尝试不同提取剂、净化剂优化前处理方法,建立 QuEChERS 前处理结合超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)快速测定大米、烟草、辣椒、西瓜、白菜、小麦、葡萄和香蕉 8 种农产品中丙硫唑残留的分析方法。以期建立一种简便快速、准确高效、价格低廉的前处理技术和更加灵敏准确的检测技术相结合的农药残留检测方法,更贴切地满足丙硫唑残留检测的实际需要。

1 材料与方 法

1.1 仪器与试剂

UltiMate 3000/TSQ VANTGE 超高效液相色谱串联质

谱仪(美国 Thermo Fisher Scientific 公司); TG 16-II 离心机(湖南平凡科技有限公司); TG 16 离心机(长沙迈佳森仪器设备有限公司); ID5002C 电子天平(天津天马衡基仪器有限公司); XW-80A 涡旋仪(海门市其林贝尔仪器制造有限公司); CK2000 高通量组织研磨器(北京托摩根生物科技有限公司); 600A 粉碎机(浙江荣浩工贸有限公司); Sartorius BSA224S-CW 型十万分之一分析天平[赛多利斯科学仪器(北京)有限公司]。

丙硫唑标准品(99.0%, 贵州道元科技有限公司); 冰乙酸(分析纯, 99.8%, 天津市光复科技发展有限公司); 无水硫酸镁、氯化钠、乙腈(分析纯, 天津科密欧化学试剂有限公司); 甲酸[88%, 赛默飞世尔科技(中国)有限公司]; 乙腈(色谱纯, 德国默克公司); 0.22 μm 有机滤膜、乙二胺-N-丙基硅烷(primary secondary amine, PSA, 40~60 μm)、C₁₈ 固相分散剂(40~60 μm)、石墨化炭黑(graphitized carbon black, GCB)(天津博纳艾杰尔科技有限公司)。

1.2 标准溶液配制

准确称取丙硫唑标准品 0.0101 g \pm 0.0001 g, 以色谱纯乙腈配制成 1000 mg/L 的标准储备液 100 mL, 密封, -20 $^{\circ}\text{C}$ 保存。将标准储备液用色谱纯乙腈稀释为 100 mg/L 备用标准溶液, 密封, 4 $^{\circ}\text{C}$ 保存, 根据实际需要进行稀释。

1.3 前处理方法优化

因丙硫唑在乙酸中溶解较好^[1], 本研究以 1%乙酸-乙腈(V:V)作为提取剂, 与纯乙腈提取对比, 以 PSA 作为净化剂, 优化提取剂; 以优化后的提取剂结合 PSA、PSA+GCB、C₁₈ 和 C₁₈+GCB 净化剂, 进行净化剂筛选。通过比较不同提取剂和净化剂对应的提取率, 获得最优前处理方法。

1.4 样品前处理

准确称取粉碎后的样品 5.0 g (精确至 0.01 g)于 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 1%乙酸-乙腈, 以 1000 r/min 振荡提取 10 min, 加入 1 g NaCl 和 4 g 无水 MgSO₄, 振荡 5 min, 5000 r/min 离心 5 min, 移取 1.5 mL 上清液于装有 50 mg C₁₈ 的 2 mL 离心管中, 涡旋 2 min, 5000 r/min 离心 5 min, 过 0.22 μm 有机滤膜至进样瓶中, 待测。

1.5 仪器条件

1.5.1 色谱条件

色谱柱: Hypersil GOLD C₁₈ 柱(100 mm \times 2.1 mm, 1.9 μm , 美国 Thermo Fisher Scientific 公司); 采用二元梯度洗脱分离, 以甲醇(A)和含体积分数 0.1% (V:V)甲酸的

水溶液(B)为流动相进行梯度洗脱, 0~0.75 min, 80% B; 0.75~1.5 min, 80%~5% B; 1.5~4.5 min, 5% B; 4.5~5.0 min, 5%~80% B; 5.0~5.5min, 80% B, 流速 0.25 mL/min, 进样体积 5 μ L。

1.5.2 质谱条件

电喷雾正离子源(electronic spray ion, ESI⁺), 扫描模式为选择反应监测(selected reaction monitoring, SRM), 毛细管温度 350 $^{\circ}$ C; 电喷雾电压 3200 V; 离子传输管温度 320 $^{\circ}$ C; 鞘气和辅助气均为氮气, 鞘气流速 30 arb, 辅助气流速 10 arb。本研究选择丰度强且干扰少的 2 对子离子作为特征离子对, 丙硫唑特征离子对为 m/z 265.995>233.908, 碰撞电压 19 V, S-leans 射频电压 109 V; m/z 265.995>190.885 (定量离子对), 碰撞电压 31 V, S-leans 射频电压 109 V。

2 结果与分析

2.1 前处理方法的优化

2 种提取剂对 0.01 mg/kg 添加水平的回收率结果如表 1 所示, 以乙腈为提取剂、PSA 为净化剂时, 8 种农产品中丙硫唑回收率在 83%~105%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 1.81%~3.85%; 以 1%乙酸-乙腈为提取剂时, 丙硫唑在 8 种农产品中回收率在 85%~96%, RSD 为 1.29%~3.38%。丙硫唑的 MRM 色谱图如图 1。结果显示, 2 种提取剂提取率均符合农药残留检测要求, 但对比发现, 1%乙酸-乙腈提取液峰型更好、干扰较小, 相关色

谱图见图 1, 故采用 1%乙酸-乙腈为后续实验前处理的提取剂。

表 1 2 种提取剂对 8 种农产品中丙硫唑回收率和相对标准偏差的影响($n=5$)

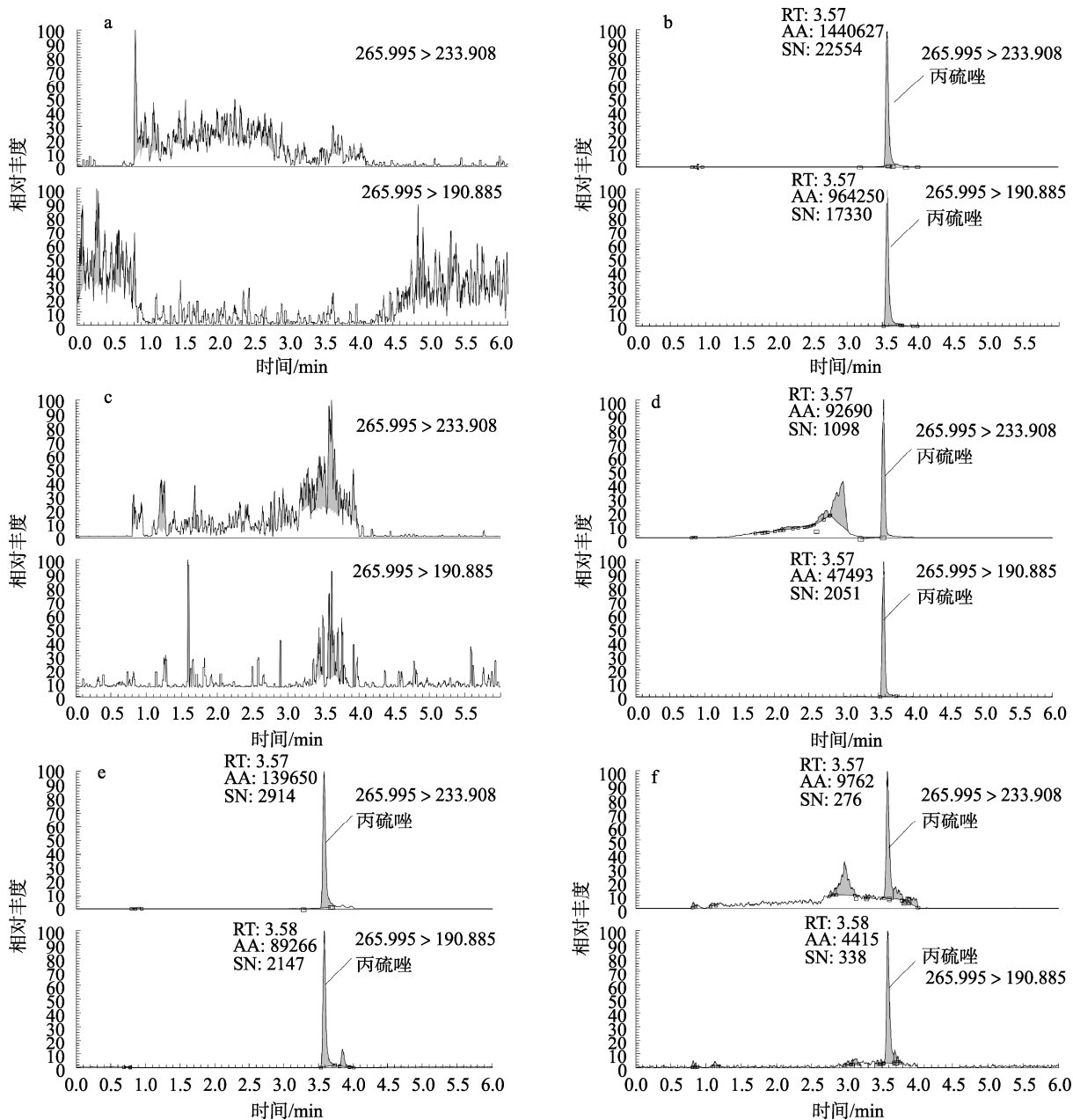
基质	乙腈		1%乙酸-乙腈	
	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
大米	104	2.48	92	2.99
烟草	95	3.85	95	1.97
辣椒	85	1.81	85	1.56
西瓜	86	2.97	88	1.80
白菜	105	2.29	91	3.38
小麦	93	3.54	96	1.29
葡萄	83	2.65	86	1.56
香蕉	85	2.64	87	2.02

1%乙酸-乙腈提取处理后, 不同净化剂净化处理后的 8 种农产品中丙硫唑提取率结果如表 2, 结果表明, 使用 PSA 和 C₁₈ 作为净化剂的提取率和相对标准偏差均可达到农残分析要求, 为降低成本, 本研究采用 C₁₈ 作为净化剂。

表 2 4 种净化剂对 8 种农产品中丙硫唑回收率和相对标准偏差的影响($n=5$)
Table 2 Effect of 4 kinds of purification agents on the recoveries and RSDs of albendazole in 8 kinds of matrices ($n=5$)

基质	PSA		PSA+GCB		C ₁₈		C ₁₈ +GCB	
	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
大米	95	5.51	79	20.99	95	1.23	66	2.46
烟草	101	1.57	95	6.87	99	1.94	94	6.89
辣椒	86	3.86	82	1.45	88	2.95	59	4.26
西瓜	91	2.06	75	11.30	90	3.01	36	6.39
白菜	85	3.86	33	12.34	83	2.97	21	19.33
小麦	99	2.61	95	3.70	97	0.69	79	3.35
葡萄	81	7.37	70	8.65	87	4.91	35	22.15
香蕉	90	3.30	31	31.90	90	0.90	15	12.09

注: PSA 表示 150 mg 无水硫酸镁+50 mg 乙二胺-N-丙基硅烷; PSA+GCB 表示 150 mg 无水硫酸镁+50 mg 乙二胺-N-丙基硅烷+50 mg 石墨化炭黑; C₁₈ 表示 150 mg 无水硫酸镁+50 mg C₁₈ 固相分散剂; C₁₈+GCB 表示 150 mg 无水硫酸镁+50 mg C₁₈ 固相分散剂+50 mg 石墨化炭黑。



注: a: 溶剂空白色谱图; b: 溶剂配制标准品(0.1 mg/kg)色谱图; c: 空白基质(白菜)色谱图; d: 0.1 mg/kg 水平(白菜)乙腈提取添加回收色谱图; e: 0.1 mg/kg 水平(白菜)1%乙酸-乙腈提取添加回收色谱图; f: 实际样品(白菜)检测色谱图。

图1 丙硫唑的MRM色谱图

Fig.1 MRM chromatograms of albendazole

2.2 方法的线性范围和基质效应

参考丙硫唑的限量标准及仪器的灵敏度,以空白样品经前处理得基质溶液,用备用标准溶液分别配制0.00025、0.0005、0.0025、0.005、0.025、0.05、0.25和0.5 mg/L的溶剂标准溶液和基质匹配标准溶液。用UPLC-MS/MS测定并绘制标准曲线,以峰面积为纵坐标(Y),浓度为横坐标(X, mg/L)拟合标准工作曲线,得到表3线性回归方程。结果表明,在0.00025~0.50 mg/L线性范围

内,丙硫唑在溶剂乙腈和8种作物基质匹配标准溶液中线性关系良好,相关系数均大于0.99,满足分析要求。

采用基质匹配标准曲线斜率与溶剂标准曲线斜率的比值来评价基质效应^[24],丙硫唑在8种基质中的基质效应如表3,在大米、西瓜、白菜、葡萄和香蕉基质中其基质效应在0.8~1.2,表现为弱基质效应;在烟草、辣椒和小麦基质中基质效应均大于1.2,表现为基质增强效应。由此可见,在丙硫唑残留分析实际应用中,基质为大米、西瓜、白菜、葡萄和香蕉时,可采用溶剂标准曲线或者基质

匹配标准曲线进行定量分析, 在烟草、辣椒和小麦 3 种作物的丙硫唑残留分析中则应采用基质匹配标准曲线进行定量分析。

表 3 线性方程
Table 3 Linear equations

基质	线性回归方程	基质效应	欧盟 MRL/(mg/kg)
溶剂	$Y=24365320X-16164$	—	—
大米	$Y=25154966X+38879$	1.03	0.01*
烟草	$Y=29694926X+1036$	1.21	—
辣椒	$Y=36669350X+138427$	1.50	0.01*
西瓜	$Y=26999994X+4467.7$	1.11	0.01*
白菜	$Y=23193273X+5852.8$	0.95	0.01*
小麦	$Y=35098973X+24031$	1.44	0.1
葡萄	$Y=22359231X-2061.3$	0.92	0.01*
香蕉	$Y=26686178X+2666.4$	1.10	0.01*

注: *临时限量; MRL: 最大残留限量(maximum residue limit)。

2.3 方法的准确度和精密度

GB 2763—2019《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》中丙硫唑 MRL 仅规定稻谷、糙米为 0.1 mg/kg, 香蕉为 0.2 mg/kg, 本研究参照欧盟规定 MRL 值: 小麦为 0.1 mg/kg, 烟草未规定, 涉及的其他作物 MRL 值均为 0.01 mg/kg, 属临时限量。基于此, 按照 0.001、0.01 和 0.1 mg/kg 的 3 个添加水平在不含丙硫唑残留的 8 种农产品的空白样品中做添加回收实验, 考察前处理方法的准确度和精密度。结果如表 4 所示, 在 0.001、0.01 和 0.1 mg/kg 添加水平下, 丙硫唑在 8 种农产品中平均回收率在 70%~110%之间, 相对标准偏差为 0.83%~10.65% (表 4), 回收率和 RSD 均满足农药残留分析要求。采用欧盟 (SANTE/12628/2019 European Commission. Analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed)规定的以具备合格回收率和 RSD 的最低添加水平为定量限(limit of quantitation, LOQ)和检出限(limit of detection, LOD), 丙硫唑在 8 种农产品中的 LOQ 和 LOD 均为 0.001 mg/kg, 远低于我国及欧盟规定的丙硫唑在所涉及的 8 种农产品中的 MRL 值。

表 4 平均添加回收率和相对标准偏差(n=5)
Table 4 Average added recoveries and relative standard deviations (n=5)

作物	0.001 mg/kg		0.01 mg/kg		0.1 mg/kg	
	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
大米	100	6.13	98	3.62	101	1.94
烟草	91	10.65	101	1.98	99	1.94
辣椒	93	7.24	87	4.06	70	4.19
西瓜	98	4.60	89	1.60	87	6.47
白菜	78	4.20	86	3.50	78	5.48
小麦	110	0.83	99	3.17	96	1.41
葡萄	97	4.62	97	3.50	85	4.97
香蕉	91	4.04	101	1.60	95	2.18

2.4 实际样品的分析

采用本研究建立的丙硫唑残留分析检测方法, 在贵阳市市场上随机抽取辣椒、西瓜、白菜和葡萄的各 8 份样品进行检测丙硫唑的残留情况。检测结果显示所抽取的样品中辣椒检出 2 份, 分别为 0.006、0.004 mg/kg; 西瓜检出 1 份, 为 0.003 mg/kg; 白菜检出 1 份, 为 0.007 mg/kg; 葡萄检出 3 份, 为 0.002、0.004、0.007 mg/kg, 所检样品中丙硫唑的残留量均低于我国及欧盟规定的 MRL 值。

3 结论与讨论

基于前处理方法的优化, 本研究建立了超高效液相色

谱-串联质谱法测定大米、烟草、辣椒、西瓜、白菜、小麦、葡萄和香蕉 8 种农产品中丙硫唑农药残留的分析检测方法。该方法基于 QuEChERS 前处理方法进行优化, 具备前处理操作便捷、简单、安全、耗材少等特点; 方法的线性关系、添加回收率及其相对标准偏差等均满足 NY/T 788—2018《农作物中农药残留试验准则》要求, 方法确定的 LOQ 为 0.001 mg/kg, 远低于已报道中丙硫唑在水稻、孙糙米、面粉、玉米、白菜、苹果、香蕉等农产品样品中所建立方法确定的定量下限^[16-17,24], 且 LOQ 和 LOD 均远低于我国及欧盟规定的 MRL 值, 适用于 8 种农产品中的丙硫唑残留的准确度和定量分析。将本方法用于辣椒、西瓜、白菜和葡萄实际样品检测, 结果显示残留量均低于我国及欧盟规定的 MRL 值。

参考文献

- [1] 农药名网. 农药基本信息数据库 [DB/OL]. [2021-02-20]. <http://www.nyfzx.com/showPDBI.aspx?id=244&keyWords=:> [2021-02-20].
Pesticide Ming Network. Pesticide basic information database [EB/OL]. [2021-02-20]. <http://www.nyfzx.com/showPDBI.aspx?id=244&keyWords=:> [2021-02-20].
- [2] MA S, MA S. The development of FtsZ inhibitors as potential antibacterial agents [J]. *Chemmedchem*, 2012, 7(7): 1161–1172.
- [3] 石娅琼. 丙硫唑抗菌谱及其增效减量应用技术研究[D]. 南京: 南京农业大学, 2015.
SHI YQ. Research on the antifungal spectrum of albendazole and its decrement and synergism [D]. Nanjing: Nanjing Agricultural University, 2015.
- [4] 王斌, 赵杰, 司乃国, 等. 烯丙菌酯与丙硫唑混配在防治禾谷类作物病害上的应用[J]. *农药*, 2017, 56(3): 231–234.
WANG B, ZHAO J, SI NG, *et al.* Study of the mixture of enestroburin and prothioconazole against disease of cereal [J]. *Agrochemicals*, 2017, 56(3): 231–234.
- [5] 王潮钟, 黄璐, 董雪, 等. 防治烟草靶斑病药剂的筛选[J]. *河南农业科学*, 2016, 45(1): 92–95.
WANG CZ, HUANG H, DONG X, *et al.* Screening of fungicides for control of tobacco target spot [J]. *J Henan Agric Sci*, 2016, 45(1): 92–95.
- [6] 王加齐. 2种瓜菜细菌病害病原鉴定及种子处理技术研究[D]. 长春: 吉林农业大学, 2020.
WANG JQ. Pathogen identification and seed treatment technology of bacterial disease on 2 kind of melon [D]. Jilin: Jilin Agricultural University, 2020.
- [7] 凌斌, 肖敏, 严婉荣, 等. 4种杀菌剂对香蕉叶斑病的田间防效评价[J]. *中国植保导刊*, 2020, 40(12): 76–77, 64.
LIN B, XIAO M, YAN WR, *et al.* Field efficacy evaluation of four fungicides on banana leaf spot disease [J]. *China Plant Prot*, 2020, 40(12): 76–77, 64.
- [8] 伏进, 朱洁琦, 蒋晴, 等. 江苏垦区小麦赤霉病菌对多菌灵的抗性监测及其替代杀菌剂的防病效果[J]. *植物保护*, 2017, 43(6): 196–201.
FU J, ZHU JQ, JIANG Q, *et al.* Resistance monitoring of *Fusarium asiaticum* to carbendazim in Jiangsu state farms and the efficacy of alternative fungicides to wheat scab [J]. *Plant Prot*, 2017, 43(6): 196–201.
- [9] 王斌, 司乃国, 孙芹, 等. 几种药剂防治黄瓜霜霉病和小麦白粉病的防治效果[J]. *农药*, 2018, 57(12): 918–920.
WANG B, SI NG, SUN Q, *et al.* The efficacy of several Fungicides against cucumber downy mildew and wheat powdery mildew [J]. *Agrochemicals*, 2018, 57(12): 918–920.
- [10] 中国农药信息网. 农药登记数据 [DB/OL]. [2021-02-20]. <http://www.chinapesticide.org.cn/hysj/index.jhtml> [2021-02-20].
China pesticide information network. Pesticide registration data [DB/OL]. <http://www.chinapesticide.org.cn/hysj/index.jhtml> [2021-02-20].
- [11] 高玉红, 郭建军, 孙振钧, 等. 兽药阿苯达唑的蚯蚓繁殖毒性研究[J]. *环境科学学报*, 2015, 35(4): 1212–1216.
GAO YH, GUO JJ, SUN ZJ, *et al.* Study on earthworm reproductive toxicity of albendazole [J]. *Acta Sci Circum*, 2015, 35(4): 1212–1216.
- [12] 赵世丹, 王慧, 刘翠丽. 阿苯达唑不良反应的文献分析[J]. *中国药物警戒*, 2013, 10(5): 299–302, 305.
ZHAO SD, WANG H, LIU CL. Literature analysis of adverse reactions of albendazole [J]. *Chin J Pharmacovigil*, 2013, 10(5): 299–302, 305.
- [13] 张海波, 黄琼, 卢帅, 等. UPLC-Q-TOF-MS法测定绵羊血浆中阿苯达唑及其3种代谢产物的浓度及药代动力学研究[J]. *新疆医科大学学报*, 2018, 41(12): 1543–1548.
ZHANG HB, HUANG Q, LU S, *et al.* Determination and pharmacokinetics of albendazole and its three metabolites in sheep plasma by UPLC-Q-TOF-MS [J]. *J Xinjiang Med Univ*, 2018, 41(12): 1543–1548.
- [14] SU SH, CHANG CL, CHANG PC, *et al.* Simultaneous determination of albendazole, thiabendazole, mebendazole and their metabolites in livestock by high performance liquid chromatography [J]. *J Food Drug Anal*, 2003, 11(4): 307–319.
- [15] 黑真真, 李莉, 李硕, 等. 超高效液相色谱-单四极杆质谱联用法检测奶粉与酸奶中33种兽药残留[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(10): 3054–3064.
HEI ZZ, LI L, LI S, *et al.* Determination of 33 kinds of veterinary drugs residues in milk powder and yogurt by ultra performance liquid chromatography-quadrupole mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(10): 3054–3064.
- [16] 杨森, 杨金川, 王卉, 等. 高效液相色谱法测定水稻中丙硫多菌灵的残留检测方法及其降解动态研究[J]. *农药科学与管理*, 2012, 33(9): 29–36.
YANG S, YANG JC, WANG H, *et al.* Residue detection and decline dynamics study of albendazole in rice by high performance liquid chromatography [J]. *Pest Sci Admin*, 2012, 33(9): 29–36.
- [17] 张月, 乐渊, 苏冰霞, 等. 高效液相色谱法测定香蕉中丙硫多菌灵[J]. *农药*, 2012, 51(9): 669–671.
ZHANG Y, YUE Y, SU BX, *et al.* Determination of albendazole in bananas by HPLC [J]. *Agrochemicals*, 2012, 51(9): 669–671.
- [18] 孙明娜, 余璐, 王雯雯, 等. QuEChERS-液质联用法同时测定农产品中3种农药及其代谢物残留[J]. *安徽农业科学*, 2019, 47(18): 211–214.
SUN MN, YU L, WANG WW, *et al.* Simultaneous determination of three pesticides and their metabolite residues in agricultural products by-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2019, 47(18): 211–214.
- [19] 杨敏, 胡德禹, 黄荣茂, 等. 烟草土壤中丙硫多菌灵残留量的测定[J]. *农药*, 2006, (11): 764–767.
YANG M, HU DY, HUANG RM, *et al.* Determination of albendazole in soil using ultrasonic-assisted solvent extraction [J]. *Agrochemicals*, 2006, (11): 764–767.
- [20] 刘亚伟, 董一威, 孙宝利, 等. QuEChERS在食品中农药多残留检测的应用研究进展[J]. *食品科学*, 2009, 30(9): 285–289.
LIU YW, DONG YW, SUN BL, *et al.* Summary of application of QuEChERS method in multi-residue determination of pesticides in food [J]. *Food Sci*, 2009, 30(9): 285–289.
- [21] 易江华, 段振娟, 方国臻, 等. QuEChERS方法在食品农兽药残留检测

中的应用[J]. 中国食品学报, 2013, 13(2): 153–158.

YI JH, DUAN ZJ, FANG GZ, *et al.* Study of QuEChERS method for the detection of pesticide and veterinary drug residues in foods [J]. *J Chin Inst Food Sci Technol*, 2013, 13(2): 153–158.

[22] 郑永权. 农药残留研究进展与展望[J]. 植物保护, 2013, 39(5): 90–98.

ZHENG YQ. Development and prospects of the research on pesticide residues [J]. *Plant Prot*, 2013, 39(5): 90–98.

[23] 黄文源, 董丰收, 吴小毛, 等. 检测葡萄和土壤中 2 种甲氧基丙烯酸酯类杀菌剂残留[J]. 分析实验室, 2020, 39(5): 512–515.

HUANG WY, DONG FS, WU XM, *et al.* PLC-MS/MS simultaneous determination of two strobilurin fungicide residues in grape and soil [J]. *Chin J Anal Lab*, 2020, 39(5): 512–515.

[24] 徐江艳, 施瑛, 高贝贝, 等. QuEChERS-高效液相色谱-串联四极杆飞行时间质谱法同时测定大米中 7 种除草剂残留[J]. 农药学学报, 2019, 21(4): 468–474.

XU JY, SHI Y, GAO BB, *et al.* Simultaneous determination of seven herbicide residues in rice using QuEChERS-high performance liquid

chromatography-tandem mass spectrometry triple TOF [J]. *Chin J Pestic Sci*, 2019, 21(4): 468–474.

(责任编辑: 郑 丽 张晓寒)

作者简介



张 盈, 博士, 助理研究员, 主要研究方向为农药残留与环境毒理。

E-mail: zhangying201201@126.com



段婷婷, 高级实验师, 主要研究方向为农产品质量安全。

E-mail: gzdt@126.com