

QuEChERS 结合高效液相色谱-串联质谱法 同时检测蔬菜水果中 10 种农药残留

卫星华^{1#}, 王琳帆^{2#}, 李卓¹, 饶雅琨¹, 李敏¹, 李旻¹, 张亚锋^{1*}

(1. 西安市食品药品检验所, 西安 710054; 2. 富平县检验检测中心, 渭南 711700)

摘要: 目的 建立 QuEChERS 结合高效液相色谱-串联质谱法(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)同时检测蔬菜水果中 10 种农药残留的分析方法。**方法** 称取粉碎后的样品使用乙腈提取, 采用 QuEChERS 法进行前处理, 即加入硫酸镁等盐类及乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(primary secondary amine, PSA)等吸附剂进行除水除杂等净化过程, 得到的净化液过滤膜后经高效液相色谱仪分离, 在多反应监测模式(multiple reaction monitoring, MRM)下进行检测, 外标法定量。**结果** 10 种农药在 0.13~180.00 ng/mL 范围内线性关系良好, 相关系数均大于 0.999, 方法检出限(limits of detection, LODs)为 0.13~3.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。在低、中、高 3 个添加水平(LOQ、3 LOQ、10 LOQ)下, 10 种农药的平均回收率为 69.7%~106.9%, 相对标准偏差在 0.5%~9.0%之间。**结论** 该方法具有操作简便、灵敏度高、速度快、准确可靠、稳定性强、对人员要求低、重现性强、检测成本低等的优点, 适用于蔬菜水果中 10 种农药残留量的同时测定。

关键词: 高效液相色谱-串联质谱法; QuEChERS; 农药残留; 蔬菜; 水果

Simultaneous determination of 10 kinds of pesticide residues in vegetables and fruit by QuEChERS combined with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

WEI Xing-Hua^{1#}, WANG Lin-Fan^{2#}, LI Zhuo¹, RAO Ya-Kun¹, LI Min¹, LI Yang¹, ZHANG Ya-Feng^{1*}

(1. Xi'an Institute for Food and Drug Control, Xi'an 710054, China;
2. Fuping County Inspection Testing Center, Weinan 711700, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of 10 kinds of pesticide residues in vegetables and fruits by QuEChERS combined with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS). **Methods** The weighed and crushed samples were extracted with acetonitrile, pretreated with QuEChERS method, that was, MgSO_4 and other salts and primary secondary amine (PSA) and other adsorbents were added to carry out purification processes such as water and impurity removal, the purified solution

基金项目: 陕西省体育局常规课题项目(2020227)、陕西省科技厅科技资源开放共享平台-基于重大活动保障的食品药品检验检测服务平台(2021PT-044)

Fund: Supported by the Routine Project of Shaanxi Provincial Sports Bureau (2020227), and the Shaanxi Provincial Department of Science and Technology, Science and Technology Resources Open and Sharing Platform-Food and Drug Inspection and Testing Service Platform based on Major Activities (2021PT-044)

[#]卫星华与王琳帆为共同第一作者。

[#]WEI Xing-Hua and WANG Lin-Fan are co-first author.

*通信作者: 张亚锋, 硕士, 副主任药师, 主要研究方向为药品及食品质量分析。E-mail: 27327242@qq.com

*Corresponding author: ZHANG Ya-Feng, Master, Associate Pharmacist, Xi'an Institute for Food and Drug Control, Xi'an 710054, China. E-mail: 27327242@qq.com

obtained was filtered, and separated by high performance liquid chromatography and tested in multiple reaction monitoring (MRM), and quantified by external standard method. **Results** Ten kinds of pesticides had good linear relationship in the range of 0.13-180.00 ng/mL, the correlation coefficients were greater than 0.999, the limits of detection (LODs) were 0.13-3.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$. Under 3 levels of low, medium and high (LOQ, 3 LOQ, 10 LOQ), the average recoveries of 10 kinds of pesticides were 69.7%-106.9%, the relative standard deviations were ranged from 0.5% to 9.0%. **Conclusion** The method has the advantages of simple operation, high sensitivity, fast speed, accuracy, reliability, strong stability, low personnel requirements, strong reproducibility and low detection cost, *et c.*, it is suitable for the simultaneous determination of 10 kinds of pesticide residues in vegetables and fruits.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; QuEChERS; pesticide residues; vegetable; fruit

0 引言

在现代农业生产中,为了提高农作物的产量和质量,在农作物生长的不同时期通常会使用一种或多种农药。农药使用后在一段时期内会有微量农药原体、有毒代谢物、降解物等残留于生物体、收获物、土壤、水体、大气中,这即是农药残留。农药残留不仅对环境造成污染,更是对人体健康造成影响。近年来,随着人们生活水平的提高,世界各国对农药残留监测与风险评估越来越重视,各国都开展了相关研究^[1-5],并相继建立了更严格的农药残留限定标准,规定的最高残留限量(maximum residue limit, MRL)更低,农药残留检测种类也更多^[6-8]。但即使是在这样的情况下,农药残留超标现象仍屡禁不衰,根据国家市场监督管理总局统计,在近几年食品监督抽检过程中,每年农药残留不合格数量为 400~500 批次,由此可知市场上仍然有大量农药残留超标食品通过各种途径流入市场。我国每年因食用被农药污染的食品而发生食物中毒的人数年均近 20 万人,约占食物中毒总人数的 1/3,农药残留还是导致癌症的一大诱因,而 90%以上的农药是通过食物进入人体的^[9]。

目前标准中常用的检测方法主要有 NY/T 761《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》、GB 23200.19—2016《食品安全国家标准 水果和蔬菜中阿维菌素残留量的测定 液相色谱法》、GB 23200.20—2016《食品安全国家标准 食品中阿维菌素残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法》等,其前处理方法通常会用到固相萃取、氮吹、柱后衍生等,普遍烦琐、耗时长、溶剂使用量大。分散固相萃取法,即 QuEChERS (quick, easy, cheap, effective, rugged, safe)法,是国际上比较成熟的一种用于农产品检测的快速样品前处理技术,由美国农业部 ANASTASSIADES 教授开发。这种方法是利用吸附剂填料与基质中的杂质相互作用,吸附杂质从而达到除杂净化的目的。该方法使用方式灵活,可以根据被测物不同的性质对不同吸附剂填料进行配比,以达到最优的净化效果,是这几

年农药残留检测的一种趋势,被越来越多的人研究并所认可。另外由于国家目前并未出台一种能够同时测定这 10 种高危农药残留项目的方法,在测定时往往需要分成好几组,用多个方法、多种仪器来测定,十分不便。因此本研究根据《国家食品安全监督抽检实施细则》及近几年风险较高的一些农药残留项目,结合农药性质,筛选出阿维菌素、啉虫脒、烯酰吗啉、百克敏、克百威等 10 种农药残留项目,采用 QuEChERS 法进行前处理,结合高效液相色谱-串联质谱法 (high performance liquid chromatography -tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)同时检测蔬菜水果中 10 种农药残留,以期满足蔬菜水果中多组分农药残留的定性定量检测,为国家食品安全监督抽检提供技术保障。

1 材料与方法

1.1 仪器设备与材料

Ultimate 3000-TSQ Quantiva 型超高效液相色谱-三重四极杆质谱仪(配有 ESI 源和 TraceFinder 定量处理软件,美国赛默飞世尔科技公司); HC-3018R 型高速冷冻离心机(安徽中科中佳科学仪器有限公司); Milli2Q 型超纯水器(美国 Millipore 公司); MS105、ME204E 型电子天平(瑞士梅特勒-托利多仪器有限公司); Neuation iSwix MV 数字可调式多位脉冲涡旋振荡器(成都艾斯玛特仪器贸易有限公司)。

乙腈、甲醇(色谱纯,德国 Merck 公司); 农药残留净化包、农药残留净化管、陶瓷均质子(深圳逗点生物技术有限公司)。

啉虫脒(批号 201906)、烯酰吗啉(批号 201906)、百克敏(批号 201906)(纯度 100%,农业部环境保护科研监测所); 丙溴磷(批号 0818981705)、三唑磷(批号 M392)、氧乐果(批号 8232)、克百威(批号 A3Z1)、甲拌磷(批号 53N1)、毒死蜱(批号 A3S2)(纯度 100%,北京海岸鸿蒙标准物质技术有限公司); 阿维菌素(批号 996398,纯度 97.2%,德国 Dr. Ehrenstorfer 公司)。

蔬菜、水果样品:来源于西安市辖区及周边监督抽检样品。

1.2 实验方法

1.2.1 样品前处理

将待测样品匀浆,并准确称取 10 g 样品于 50 mL 离心管中,加入 1 颗陶瓷均质子及 10 mL 乙腈,打开预先配制好的农药残留净化包[内含硫酸镁、氯化钠、柠檬酸钠、柠檬酸氢二钠以 8:2:2:1 (*m:m:m:m*)混匀制成的粉末,共 6.5 g]倒入样品中,立刻剧烈振荡至样品与净化包中粉末均匀分散,涡旋振荡 5 min,6000 r/min 离心 5 min。吸取 7 mL 上清液到预配好的 15 mL 农药残留净化管[内含硫酸镁和乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(primary secondary amine, PSA)以 18:3 (*m:m*)混匀制成的粉末,共 1 g]中,剧烈振荡 2 min,以 6000 r/min 离心 5 min。吸取上清液过 0.22 μm 有机滤膜,待测。

1.2.2 标准工作液的配制

准确称取适量的阿维菌素、啶虫脒、烯酰吗啉、百克敏、丙溴磷、三唑磷、氧乐果、克百威、甲拌磷、毒死蜱标准品,用甲醇定容,配制为质量浓度为 10 mg/L 的标准储备液。使用空白基质提取液将标准储备液稀释成适当质量浓度的标准工作液,于 4 °C 下保存。

1.2.3 色谱条件

色谱柱: Hypersil Gold C₁₈ 柱(100 mm×2.1 mm, 1.9 μm); 柱温: 40 °C; 样品室温度: 10 °C; 流速: 0.2 mL/min; 流动相: A 为 0.1% 甲酸-水溶液, B 为乙腈; 进样体积: 5 μL; 梯度洗脱: 0~4 min, 10% B~50% B, 4~15 min, 50% B~80% B, 15~16 min, 80% B~90% B, 16~17 min, 90% B~10% B, 并保持 3 min。

1.2.4 质谱条件

电喷雾离子源(electron spray ionization, ESI); 毛细管电压: 3.5 kV; 鞘气压力: 35 arb; 辅助气压力: 5 arb; 雾化温度: 300 °C; 离子传输管温度: 350 °C; 模式: 多反应监测(multi reaction monitoring, MRM)扫描。

2 结果与分析

2.1 提取净化方法的优化

农药残留测定的常用提取方法有正己烷液液分配或乙腈匀浆提取,然后盐析离心或无水硫酸钠脱水,最后使用固相萃取小柱对样品液进行净化^[10-15],使用的萃取小柱

有 Sep-Pak Vac 固相萃取柱、石墨碳和 N-丙基乙二胺固相萃取柱、HLB 固相萃取小柱等,这些方法耗费时间较长,需使用较多的有机试剂,不当的操作手法易导致测定结果偏低,重现性不佳。近年来对分散固相萃取(QuEChERS)法的研究逐渐增多^[16-20],该方法利用吸附剂与基质中的杂质相互作用,从而达到吸附杂质净化的目的。

蔬菜水果种类繁多,基质较为复杂,通常含有大量的天然色素和一些极性较大的杂质,有较大的基质效应影响。在前处理过程中,加入氯化钠,使其与水结合,减少游离水分子,减少农药及有机溶剂在水中的溶解度,使水相的比重增大,有助于更好地分离水相及有机相;加入无水硫酸镁以去除样品中的水分;加入柠檬酸钠、柠檬酸氢二钠缓冲盐体系可以为碱敏感的农药提供稳定的化学环境。由于无水硫酸镁与水结合放出大量的热并迅速结块不利于提取,故先加入乙腈再加入无水硫酸镁,同时加入一枚惰性材料的陶瓷均质子,使涡旋混匀效果更好,缩短样品萃取时间,从而提高样品萃取的回收率和重复性。在待净化的乙腈样品提取液中使用无水硫酸镁进一步除水,并使用石墨化碳黑(graphitized carbon black, GCB)去除类胡萝卜素和叶绿素等平面结构的色素及甾醇等,加 PSA 去除有机酸、脂肪酸和糖类等。由于样品的多样性及基质成分的复杂性,尽管经过了净化除杂的过程,尽可能地去除了基质效应,但基质效应仍较明显,因此需要采用空白基质配制标准曲线进行校准。

本方法较好地改进了传统的前处理方法,稳定性好、精密度高、前处理操作简单、用时短、效率高、溶剂使用量少。

2.2 质谱条件的优化

将 1 mg/L 的标准混合溶液以 20 μL/min 的流速注入,用正离子模式及负离子模式分别对混合标准品溶液进行一级质谱全扫描,结果发现待测物均为[M+H]⁺峰比较强。对各化合物的母离子以正离子模式进行二级质谱扫描,以丰度最强的碎片作为定量离子,选择一个次强的碎片作为定性离子。在正离子多反应监测模式下对锥孔电压、碰撞能量等质谱参数进行优化,得到的质谱条件详见表 1,10 种农药残留的 MRM 色谱图见图 1。

表 1 多反应监测扫描模式的质谱参数
Table 1 Mass spectrum parameters of MRM scanning mode

名称	母离子(<i>m/z</i>)	子离子(<i>m/z</i>)	传输电压/eV	碰撞能量/eV	模式
氧乐果	214.1	125.0*, 183.0	47	22.39, 10.25	[M+H] ⁺
啶虫脒	223.1	126.1*, 90.1	58	21.07, 32.90	[M+H] ⁺
克百威	222.2	165.1*, 123.1	44	10.25, 21.78	[M+H] ⁺
烯酰吗啉	388.1	301.1*, 165.1	86	20.21, 31.59	[M+H] ⁺
三唑磷	314.1	162.1*, 119.1	65	18.75, 33.46	[M+H] ⁺
百克敏	388.1	163.0*, 194.1	56	23.25, 12.17	[M+H] ⁺
甲拌磷	261.0	75.1*, 47.2	30	10.25, 30.53	[M+H] ⁺
丙溴磷	373.0	302.8*, 344.9	68	18.34, 13.03	[M+H] ⁺
毒死蜱	350.0	197.9*, 97.1	63	19.81, 29.21	[M+H] ⁺
阿维菌素	895.5	751.6*, 449.5	225	36.24, 40.24	[M+H] ⁺

注: *为定量离子。

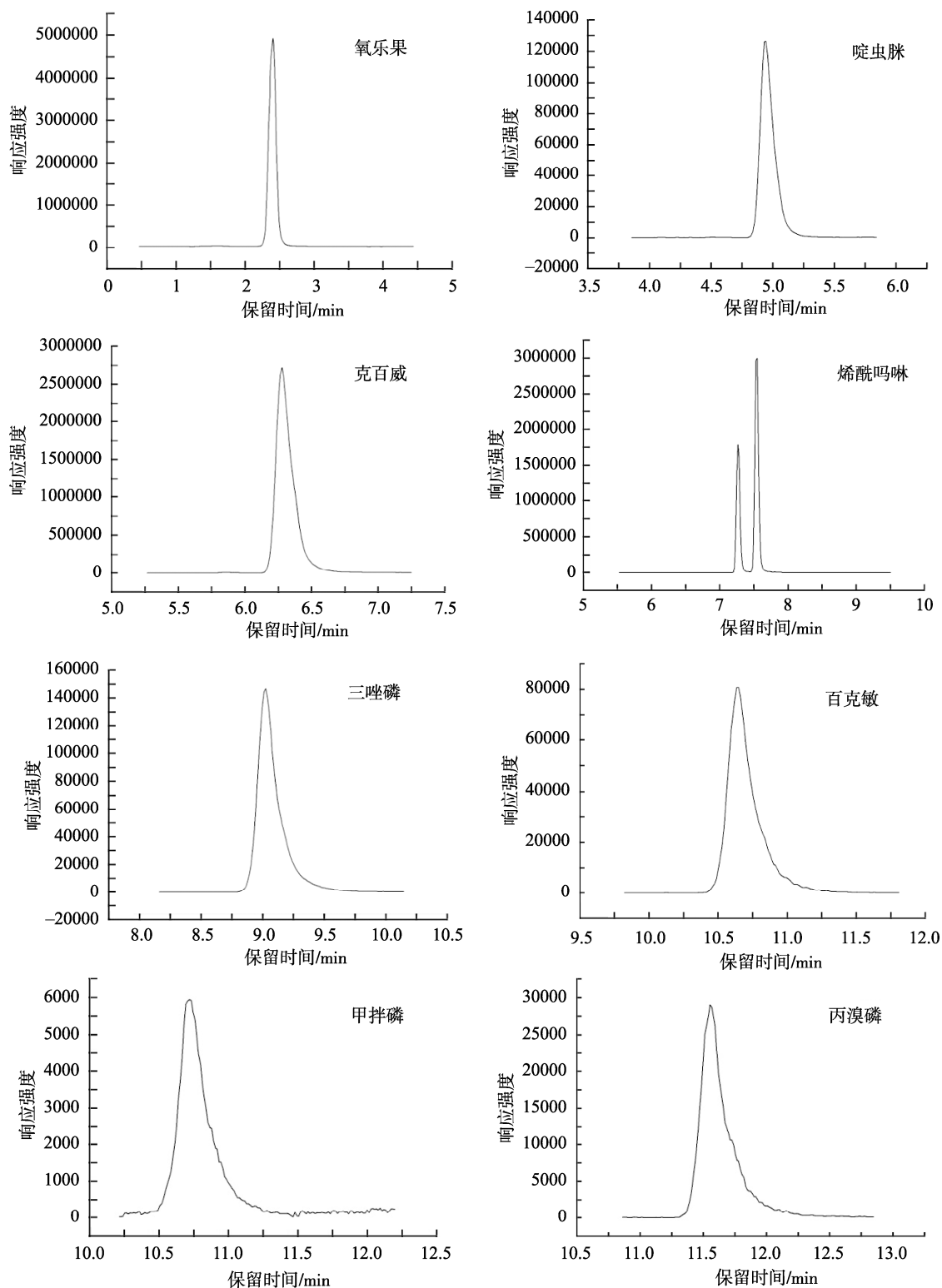


图 1 10 种农药残留的 MRM 色谱图
Fig.1 MRM chromatograms of 10 kinds of pesticide residues

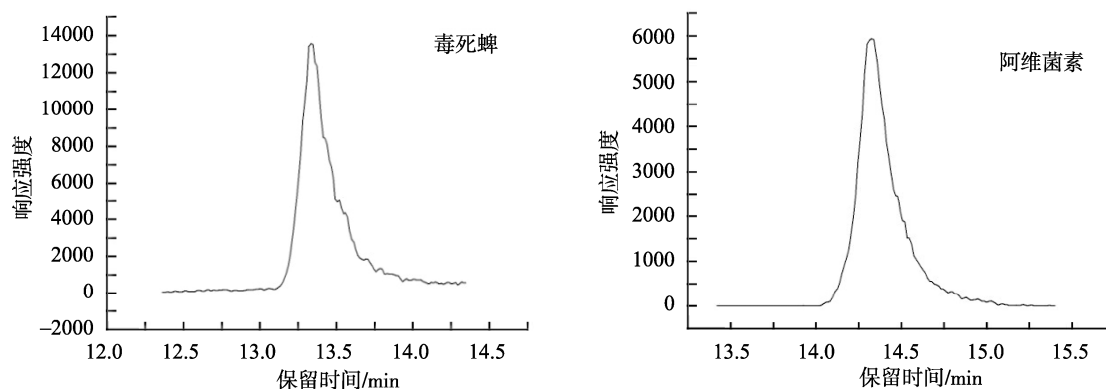


图 1(续) 10 种农药残留的 MRM 色谱图

Fig.1 MRM chromatograms of 10 kinds of pesticide residues

2.3 线性关系

参考 GB 2763—2019《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》及相关国家标准的要求,用空白基质溶液配制 10 种农药的混合标准工作溶液,在 MRM 模式下进行测定,外标法定量。分别精密吸取适量混合标准工作溶液稀释成系列标准溶液,以待测物定量离子的峰面积为纵坐标,标准工作溶液浓度为横坐标,绘制标准曲线。结果见表 2,10 种农药的相关系数 r^2 均大于等于 0.999,在表 2 所示线性范围内具有较好的线性关系,以信噪比(S/N)约为 3 和 10 时空白样品添加浓度得出方法的检出限(limits of detection, LODs)为 0.13~3.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$,定量限(limits of quantification, LOQs)为 0.27~9.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$,均符合国内外法规的相关残留限量的要求。

2.4 回收率

在草莓空白样品中加入低、中、高(LOQ、3 LOQ、10

LOQ) 3 个水平的混合标准溶液,按 1.2.1 样品前处理方法,进行加标回收率的测定($n=6$),结果见表 3。结果显示,草莓中 10 种农药的平均回收率为 69.7%~106.9%,相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)在 0.5%~9.0%之间。实验表明,由于基质效应的影响,毒死蜱在低浓度时相应较低,故回收率略低,但均符合 GB/T 27404—2008《实验室质量控制规范 食品理化检测的要求》标准中对该浓度回收率的要求。

2.5 实际样品分析

将该方法分别应用于豇豆、菠菜、香蕉、白菜、草莓 5 种蔬菜水果共 69 个样品的检测,结果检出了阿维菌素、啉虫脒、烯酰吗啉、百克敏、丙溴磷、氧乐果、克百威、毒死蜱 8 种农药,其含量大多符合国家标准限量。

表 2 线性关系、检出限及定量限

Table 2 Linear relationships, the limits of detection and the limits of quantification

名称	线性方程	线性范围/(ng/mL)	检出限/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	定量限/($\mu\text{g}/\text{kg}$)
氧乐果	$Y=48470X-11090$	2.40~144.00	2.40	7.23
啉虫脒	$Y=30900X+22840$	0.36~22.00	0.36	1.10
克百威	$Y=71180X-26810$	3.00~180.00	3.00	9.00
烯酰吗啉	$Y=66850X+2584$	0.09~5.00	0.09	0.27
三唑磷	$Y=134600X-278.1$	0.17~10.00	0.17	0.51
百克敏	$Y=61630X+89040$	0.13~8.00	0.13	0.41
甲拌磷	$Y=121.2X-78.68$	3.00~180.00	3.00	9.00
丙溴磷	$Y=10890X+744.7$	0.50~30.00	0.50	1.50
毒死蜱	$Y=615.6X+2496$	3.00~180.00	3.00	9.00
阿维菌素	$Y=487.5X-123.9$	1.60~98.00	1.60	4.90

表 3 10 种农药残留的平均回收率结果($n=6$)
Table 3 Results of the average recoveries of 10 kinds of pesticide residues ($n=6$)

名称	低		中		高	
	平均回收率/%	RSDs/%	平均回收率/%	RSDs/%	平均回收率/%	RSDs/%
氧乐果	84.7	1.2	91.9	1.6	81.2	1.3
啶虫脒	83.5	5.0	106.9	3.5	80.0	0.9
克百威	94.9	0.9	97.7	1.5	93.8	1.5
烯酰吗啉	95.2	5.6	99.1	1.1	96.8	0.5
三唑磷	96.2	1.5	97.8	1.9	100.1	1.3
百克敏	80.6	9.0	77.3	6.1	103.6	3.9
甲拌磷	94.0	7.1	102.3	6.3	96.4	4.3
丙溴磷	96.7	1.5	96.3	1.8	96.5	1.7
毒死蜱	69.7	7.1	82.4	5.3	92.9	5.1
阿维菌素	88.1	6.3	84.4	3.1	93.2	1.5

3 结论与讨论

本研究采用 QuEChERS 法对样品进行快速前处理及净化, 使用高效液相色谱-串联质谱法建立了蔬菜中 10 种农药残留量的测定方法。该方法回收率和精密度高, 前处理简便快捷, 检测 10 种农药残留所需的样品分析时间仅为 17 min, 极大程度解决了传统液相色谱法由于基质杂质较多所导致分析时间多为 30~60 min 甚至更长的问題, 可用于蔬菜水果中阿维菌素、啶虫脒、烯酰吗啉、百克敏等 10 种农药残留的检验。本方法可分析的农药范围广、操作简便, 无需良好训练和较高技能便可很好地完成, 样品前处理效率高、分析成本低, 对蔬菜水果的市场监管提供了技术支持。

参考文献

- [1] HEND AM, DALIA EE, RANIA MAH. Environmental view for chlorothalonil on tomato and pepper fruits and soil field in Egypt: Risk assessment and pre-harvest gap [J]. Int J Environ Anal Chem, 2021, 101(5): 639-647.
- [2] LAMIA AA, AMANI SA. Evaluation of pesticide residues in the irrigation water, soil and assessment of their health risks in vegetables from sub-urban areas around Riyadh district, Saudi Arabia [J]. Environ Forensics, 2021, 22(1-2): 16-27.
- [3] YASIR M, MUHAMMAD A, HARALD K. Pesticide residues, health risks, and vegetable farmers' risk perceptions in Punjab, Pakistan [J]. Hum Ecol Risk Assess, 2021, 27(3): 846-864.
- [4] GABRIELI MM, VICTOR OS, JOSEPH OL, et al. Occurrence of pesticides residues in French beans, tomatoes, and kale in Kenya, and their human health risk indicators [J]. Environ Monit Assess, 2020, 192(10): 692.
- [5] JUNHEON K, JIHYE S, CHUNG GP, et al. Pesticide residue monitoring and risk assessment in the herbal fruits *Schisandra chinensis*, *Lycium chinense*, and *Cornus officinalis* in Korea [J]. Food Sci Biotechnol, 2020, 29(11): 1-11.
- [6] 葛志荣. 日本肯定列表制度-食品中农业化学品残留限量·药品卷[M]. 北京: 中国标准出版社, 2006.
- [7] GE ZR. Japanese positive list system-Maximum residue limits of agricultural chemicals in foods-Volume of agricultural chemicals [M]. Beijing: Standards Press of China, 2006.
- [8] 农业部农药检定所. 农产品农药残留限量标准汇编[M]. 北京: 中国农业出版社, 2001.
- [9] Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture. The compilation of residue limit standards for pesticides in agricultural products [M]. Beijing: China Agriculture Press, 2001.
- [10] 林维宣. 各国食品中农药兽药残留限量规定[M]. 大连: 大连海事大学出版社, 2002.
- [11] LIN WX. The Compilation of residue limits standards for pesticides and veterinary drugs in foodstuffs in the world [M]. Dalian: Dalian Maritime University Press, 2002.
- [12] 张秀玲. 中国农产品农药残留成因与影响研究[D]. 无锡: 江南大学, 2013.
- [13] ZHANG XL. Study on the causes and effects of pesticide residues in agricultural products in China [D]. Wuxi: Jiangnan University, 2013.
- [14] 李樱红, 周萍, 徐权华, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时测定蜂王浆中 7 种高风险农药残留[J]. 色谱, 2018, 36(2): 136-142.
- [15] LI YH, ZHOU P, XU QH, et al. Simultaneous determination of seven high risk pesticide residues in royal jelly by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2018, 36(2): 136-142.
- [16] 蒲继锋, 潘虎, 代艳娜, 等. 气相色谱法测定茄果类蔬菜中 12 种有机磷类农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(4): 1192-1196.
- [17] PU JF, PAN H, DAI YN, et al. Determination of 12 kinds of organophosphate pesticide residues in solanaceous vegetables by gas chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(4): 1192-1196.
- [18] 文飞, 李志, 赵敏, 等. 气相色谱串联质谱法测定鲜猴头菇 16 种农药残留[J]. 中国酿造, 2020, 39(3): 77-80.

- WEN F, LI Z, ZHAO M, *et al.* Determination of 16 pesticide residues in fresh *Hericiun erinaceus* by GC-MS/MSMS [J]. *China Brew*, 2020, 39(3): 77–80.
- [13] 吴定芳, 王磊, 何茫茫, 等. 高效液相色谱法测定蔬菜中 19 种氨基甲酸酯类农药的残留量[J]. *理化检验*, 2020, 56(2): 142–147.
- WU DF, WANG L, HE MM, *et al.* HPLC determination of residual amounts of 19 carbamate pesticides in vegetables [J]. *Phys Test Chem Anal*, 2020, 56(2): 142–147.
- [14] 晏利芝, 赵永彪, 刘宁, 等. UPLC-MS/MS 法同时测定蔬菜中 34 种农药残留[J]. *食品研究与开发*, 2015, 36(3): 100–103.
- YAN LZ, ZHAO YB, LIU N, *et al.* Simultaneous determination of 34 kinds of pesticide residues in vegetables by UPLC-MS/MS [J]. *Food Res Dev*, 2015, 36(3): 100–103.
- [15] 张晓林, 李博逸, 迟滢, 等. 在线凝胶渗透色谱-气相色谱质谱联用仪测定药食同源样品中 30 种农药残留[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(10): 3037–3041.
- ZHANG XL, LI BY, CHI Y, *et al.* Determination of 30 kinds of pesticide residues in homologous samples of medicines and foods by online gel permeation chromatography-gas chromatography-mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(10): 3037–3041.
- [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]. *J Food Sci Technol*, 2019, 37(3): 100–104.
- [17] 魏进, 张盈, 王洪瑶, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法同时检测大米中 5 种农药残留[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(5): 1783–1788.
- WEI J, ZHANG Y, WANG HY, *et al.* Simultaneous determination of 5 kinds of pesticide residues in rice by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(5): 1783–1788.
- [18] LI S, YU PP, ZHOU C. Analysis of pesticide residues in commercially available chenpi using a modified QuEChERS method and GC-MS/MS determination [J]. *J Pharm Anal*, 2020, 1: 60–69.
- [19] HYE SK, MEE KK, EUN JK, *et al.* Determination of 66 pesticide residues in livestock products using QuEChERS and GC-MS/MS [J]. *Food Sci Biotechnol*, 2020, 29(11): 1573–1586.
- [20] 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、吡虫啉和残杀威农药残留[J]. *食品与机械*, 2017, 33(6): 68–72.
- SUN ZG, SHENG 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.

(责任编辑: 于梦娇 郑丽)

作者简介



卫星华, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品药品质量与安全
E-mail: 799385314@qq.com



王琳帆, 助理工程师, 主要研究方向为食品检验。
E-mail: ncuskwanglinfan@163.com.



张亚锋, 硕士, 副主任药师, 主要研究方向为药品及食品质量分析。
E-mail: 27327242@qq.com