

高效液相色谱-串联质谱法测定动物源性食品中乙基多杀菌素残留

马磊^{1,2}, 李壮¹, 王猛强¹, 冯格格¹, 王贤², 汪晖², 余永新^{1*}

(1. 中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所, 北京 100081;

2. 新疆农业科学院农业质量标准与检测技术研究所, 乌鲁木齐 830000)

摘要: 目的 建立高效液相色谱-串联质谱法(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)测定动物源性食品(牛奶、鸡肉、猪脂肪)中乙基多杀菌素残留量的分析方法。

方法 采用改进的 QuEChERS 法, 样品经乙腈提取后, 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(primary secondary amine, PSA)、十八烷基硅烷键合硅胶(C₁₈)和无水硫酸镁共同萃取净化, 再经高效液相色谱-串联质谱法多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式扫描, 基质匹配标准曲线外标法定量。**结果** 乙基多杀菌素在 0.001~1.000 mg/L 范围内线性关系良好, 相关系数(*r*)均大于 0.99。在 3 个添加水平下, 平均回收率为 73.8%~103.0%, 相对标准偏差为 1.7%~6.4%, 牛奶、鸡肉和猪脂肪的定量限分别为 0.010、0.001、0.050 mg/kg。

结论 该方法简单易行、回收率和重复性良好, 可满足动物源性食品中乙基多杀菌素残留的实际监测。

关键词: 动物源性食品; 乙基多杀菌素; 高效液相色谱-串联质谱法

Determination of spinetoram residues in animal derived foods by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

MA Lei^{1,2}, LI Zhuang¹, WANG Meng-Qiang¹, FENG Ge-Ge¹, WANG Xian²,
WANG Hui², SHE Yong-Xin^{1*}

(1. Institute of Agricultural Quality Standards and Testing Technology for Aro-products, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Beijing 100081, China; 2. Institute of Agricultural Quality Standards and Testing Technology for Aro-products, Xinjiang Academy of Agricultural Sciences, Urumqi 830000, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of spinetoram residues in animal derived foods (milk, chicken and pig fat) by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS). **Methods** Using modified QuEChERS method, samples were extracted with acetonitrile, purified by primary secondary amine (PSA), C₁₈ and magnesium sulfate anhydrous, then analyzed by HPLC-MS/MS in multiple reaction monitoring (MRM) mode, and quantified by matrix matching standard curve external standard method. **Results** Spinetoram had good linear relationships within the concentration ranges of 0.001-1.000 mg/L, and the correlation coefficients (*r*) were greater than 0.99. Under 3 kinds of spiked concentration levels, the average

基金项目: 国家现代农业产业技术体系项目(CARS-05-05A-03)、国家自然科学基金项目(31772071)

Fund: Supported by the Modern Agricultural Industry Technology System of China (CARS-05-05A-03), and the National Natural Science Foundation of China (31772071)

*通信作者: 余永新, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品检测与营养评价。E-mail: 0891syx@163.com

*Corresponding author: SHE Yong-Xin, Ph.D, Professor, Institute of Quality Standards and Testing Technology for Aro-products of CAAS, Beijing 100081, China. E-mail: 0891syx@163.com

recoveries of spinetoram were 73.8%-103.0%, and the relative standard deviations were 1.7%-6.4%, the limits of quantitation of milk, chicken and pig fat were 0.010, 0.001 and 0.050 mg/kg respectively. **Conclusion** This method is simple and easy to do, has good recovery and repeatability, and can meet the actual monitoring of spinetoram residues in animal derived foods.

KEY WORDS: animal derived foods; spinetoram; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

0 引 言

乙基多杀菌素(spinetoram)是一种广谱、低毒、高效且具有大环内酯结构的生物杀虫剂,乙基多杀菌素-J 和乙基多杀菌素-L 是乙基多杀菌素的 2 种有效单体^[1-2]。乙基多杀菌素是烟碱型乙酰胆碱受体、 γ -氨基丁酸受体的作用体,干扰害虫运动神经系统使化学信号传递失灵,影响正常的神经活动直至死亡,主要用于防治鳞翅目幼虫、蓟马和潜叶蝇等^[3-5]。目前,乙基多杀菌素杀虫剂广泛应用于谷物、蔬菜、水果等作物的病虫害防治中^[6-7],随之带来了乙基多杀菌素在动物源性食品中残留的问题,进而可能对人体造成潜在危险。因此,关于其在各类动物源性产品中的安全评价受到越来越多的关注,有必要开展对动物源性食品中乙基多杀菌素残留量的检测分析研究。

国际食品法典委员会(Codex Alimentarius Commission, CAC)规定了乙基多杀菌素在哺乳动物肉类、脂肪、乳脂肪、可食用内脏、奶及奶制品等动物源性食品中的最大残留限量值(maximum residue limit, MRL)分别为:哺乳动物肉类(海洋哺乳动物除外)和哺乳动物脂肪(乳脂肪除外)均为 1.0 mg/kg、乳脂肪为 0.15 mg/kg、可食用内脏(哺乳动物)为 0.10 mg/kg、奶及其制品为 0.02 mg/kg、家禽肉、家禽(可食用内脏)、家禽脂肪、蛋及其制品均为 0.01 mg/kg; 欧洲联盟等国家也对动物源性食品中乙基多杀菌素的最高允许残留量做了统一规定。而我国 GB 2763—2021《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》尚未进行乙基多杀菌素在动物源性食品中的限量转化,对动物源性食品中乙基多杀菌素的 MRL 值没有统一要求,因此制定适合我国国情的动物源性食品中乙基多杀菌素残留现状等相关研究具有重要意义。

据文献报道,乙基多杀菌素农药残留量的检测分析方法主要有液相色谱法(liquid chromatography, LC)^[8-12]、液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)^[13-18]。据联合国农药残留联席会议(Joint Meeting on Pesticide Residues, JMPR)报道^[19],植物源性食品中乙基多杀菌素经乙腈-水混合溶液提取, C₁₈ 固相萃取柱纯化,再经 LC-MS/MS 进行定量检测,已报道的残留分析方法所涉及的基质主要是植物性农产品,而我国关于乙基多杀菌素在动物源性食品中残留情况以及检测方法的研究目前鲜见报道。

本研究在样品提取剂的选择上,参考了 KATEŘINA 等^[20]对常用 6 种有机溶剂提取农药的稳定性及效果评价研究,建立了高效液相色谱-串联质谱法(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)检测动物源性食品(牛奶、鸡肉、猪脂肪)中乙基多杀菌素残留的分析方法,以期对乙基多杀菌素在动物源性食品中 MRL 值的合理评估转化提供理论依据,为动物源性食品中乙基多杀菌素残留监测和风险评估提供技术支撑。

1 材料与amp;方法

1.1 仪器与材料

Agilent1200 液相色谱仪(美国 Agilent 公司); API5000 串联四极杆质谱仪(美国 ABSci 公司); MS304TS 电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司); Fresco 21 高速冷冻离心机(美国 Thermo Fisher Scientific 公司)。

乙基多杀菌素标准品(纯度 99.5%, 美国陶氏益农公司); 乙腈(色谱纯, 美国 Thermo Fisher Scientific 公司); 无水硫酸镁、氯化钠(分析纯, 北京化学试剂公司); 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(primary secondary amine, PSA)、十八烷基硅烷键合硅胶(C₁₈)(天津博纳艾杰尔科技有限公司); 陶瓷均质子(美国 Agilent 公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 样品前处理

(1)牛奶: 量取 10.0 mL 牛奶置于 50 mL 聚丙烯离心管中, 移入 10 mL 乙腈溶液混匀, 加入 4 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠, 涡旋 1 min 后, 5000 r/min 离心 5 min。取 5 mL 上清液转移至同时装有 60 mg PSA、30 mg C₁₈、120 mg 无水硫酸镁的离心管中, 涡旋 1 min, 5000 r/min 离心 5 min, 用一次性无菌注射器吸取上清液, 过孔径 0.45 μ m 有机相滤膜, 上机待测。

(2)鸡肉和猪脂肪: 称取 10.0 g 样品(精确至 0.01 g)置于 50 mL 聚丙烯离心管中, 加入 5 mL 水, 涡旋混匀后加入 10 mL 乙腈溶液、陶瓷均质子进行涡旋, 再加入 6 g 无水硫酸镁、1 g 氯化钠, 涡旋 1 min 后, 5000 r/min 离心 5 min。取 5 mL 上清液转移至同时装有 60 mg PSA、30 mg C₁₈、120 mg 无水硫酸镁的离心管中, 涡旋 1 min, 5000 r/min 离心 5 min, 用一次性无菌注射器吸取上清液, 过孔径 0.45 μ m 有机相滤膜, 上机待测。

1.2.2 标准溶液的配制

(1)乙基多杀菌素标准工作溶液:用乙腈将 100 mg/L 的乙基多杀菌素标准母液逐级稀释为 0.01、0.02、0.05、0.10、0.20 mg/L 的系列标准溶液,0~4 °C 冰箱保存。

(2)基质匹配标准工作溶液:用牛奶空白基质为溶剂制备 0.01、0.02、0.05、0.10、0.20 mg/L 乙基多杀菌素标准工作溶液;用鸡肉空白基质为溶剂制备 0.001、0.005、0.010、0.020、0.050 mg/L 乙基多杀菌素标准工作溶液;用猪脂肪空白基质为溶剂制备 0.05、0.10、0.20、0.50、1.00 mg/L 乙基多杀菌素标准工作溶液,0~4 °C 冰箱保存。

1.2.3 仪器条件

(1)色谱条件

Agilent Eclipse XDB-C₁₈ 色谱柱(150 mm×2.1 mm, 5 μm); 进样量:5 μL; 流动相:A(0.1%甲酸水):B(乙腈); 柱温:25 °C; 流速:0.4 mL/min; 等度洗脱:0~10 min, 30% A。

(2)质谱条件

扫描方式:正离子模式;电喷雾离子源温度:450 °C; 喷雾电压:4500 V; 气帘气:35 psi; 雾化气:45 psi; 辅助气:50 psi; 射入电压:10 V; 碰撞室出口电压:15 V; 检测方式:多重反应监测(multiple reaction monitoring, MRM), 见表 1。

2 结果与分析

2.1 质谱条件的确定

按照乙基多杀菌素的结构性质,用正离子模式扫描。结果显示,在正离子模式下,2种乙基多杀菌素单体进入一

级质谱时,易产生稳定的分子离子峰[M+H]⁺,其中乙基多杀菌素-J和乙基多杀菌素-L的母离子分别为 m/z 748.4和 m/z 760.4,母离子经二级质谱后断裂,产生不同的子离子。由于2种物质结构性性质较为相似,所以 m/z 142.9和 m/z 143特征碎片均是由母体酯键断裂生成,进一步脱去 CH₂CHO+H 生成 m/z 98.9 特征离子,其响应值高且稳定,因此选择 m/z 748.4/142.9和 m/z 760.4/143作为乙基多杀菌素2种单体的定量离子对。乙基多杀菌素2种单体的离子质谱图如图1所示。

2.2 净化剂的优化

为了更好地达到净化效果,本研究同时加入PSA、墨化碳黑(graphitized carbon black, GCB)或 C₁₈以及无水硫酸镁进行混合分散固相萃取净化。尝试了以下不同用量的净化剂组合:(1)30 mg PSA、30 mg C₁₈、120 mg 无水硫酸镁;(2)60 mg PSA、30 mg C₁₈、120 mg 无水硫酸镁;(3)25 mg GCB、120 mg 无水硫酸镁。结果表明,当PSA用量为60 mg时,乙基多杀菌素的回收率大于70%,这是因为PSA是一种带有伯胺和仲胺官能团的阴离子交换吸附剂,可以通过离子交换或氢键等作用力进行交换,去除样品中的有机酸、脂肪酸和糖类干扰物质^[21]。而选用GCB净化剂时,因其对乙基多杀菌素具有较强的吸附特性,导致其回收率小于60%。本研究也尝试采用PSA作为单独的净化剂,发现其净化效果不如PSA和C₁₈的混合净化,色素并没有完全处理干净。所以本研究选择60 mg PSA、30 mg C₁₈、120 mg 无水硫酸镁作为吸附材料进行富集净化。

表1 乙基多杀菌素的质谱参数
Table 1 Mass spectral parameters of spinetoram

目标物	保留时间/min	定性离子(m/z)	定量离子(m/z)	滞留时间/s	去簇电压/V	碰撞能量/eV
乙基多杀菌素-J	5.82	748.4/142.9	748.4/142.9	0.2	80	57.25
		748.4/98.9				64.92
乙基多杀菌素-L	6.70	760.4/143.0	760.4/143.0	0.2	100	57.88
		760.4/98.9				68.20

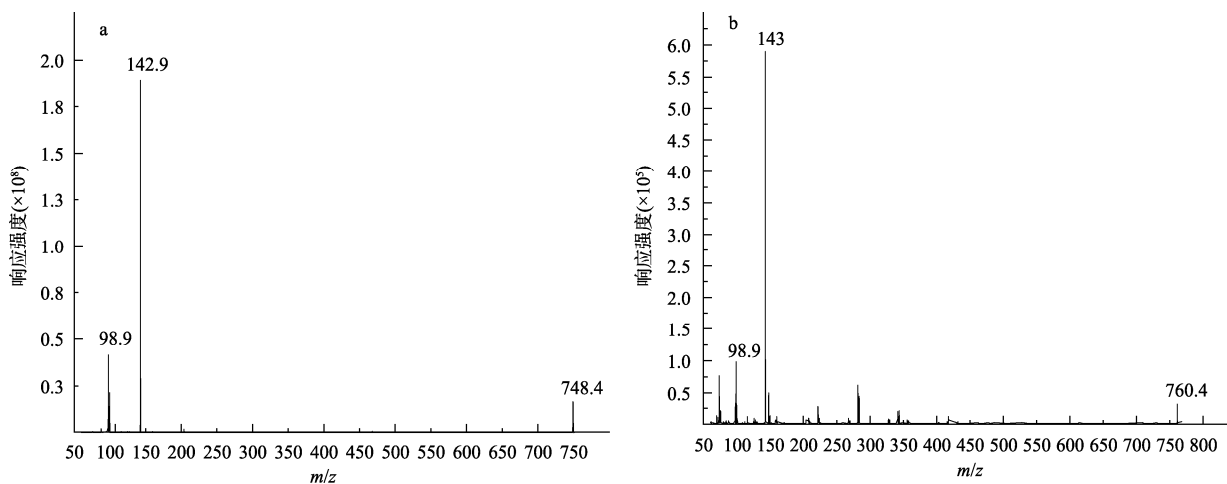


图1 (a)乙基多杀菌素-J和(b)乙基多杀菌素-L的二级质谱图

Fig.1 Secondary mass spectrum of (a) spinetoram-J and (b) spinetoram-L

2.3 流动相的优化

流动相的最佳选择对乙基多杀菌素的色谱行为和质谱响应具有显著影响。本研究以乙腈-水、0.1%甲酸乙腈-0.1%甲酸水、乙腈-0.1%甲酸水溶液 3 种溶液作为流动相体系进行测定, 结果表明, 流动相为乙腈-0.1%甲酸水溶液时, 乙基多杀菌素响应值较高, 经优化条件处理后乙基多杀菌素的保留时间适中、峰型良好且可获得较强离子峰强度。因此, 本方法选择乙腈-0.1%甲酸水溶液作为流动相。

2.4 线性关系和定量限

将上述制备好的标准溶液, 在优化好的方法条件下进行测定, 以标准溶液质量浓度(X , mg/L)为横坐标, 响应值峰面积 Y 为纵坐标作线性回归, 绘制标准曲线。结果表明, 在 0.001~1.000 mg/L 范围内, 乙基多杀菌素的质量浓度与其峰面积具有良好的线性关系, 相关系数均大于 0.99, 牛奶、鸡肉和猪脂肪的定量限分别为 0.010、0.001、0.050 mg/kg, 满足检测的要求, 不同空白基质标准曲线方程如表 2 所示, 均符合线性规律。

表 2 不同基质中乙基多杀菌素的线性方程
Table 2 Linear equations of spinetoram in different matrices

基质	线性范围/(mg/L)	线性方程
牛奶	0.010~0.200	$Y=430817X-872.07$
鸡肉	0.001~0.050	$Y=513087X+678.31$
猪脂肪	0.050~1.000	$Y=208006X+583.96$

2.5 回收率

实验中选择不含待分析目标化合物的牛奶、鸡肉和猪

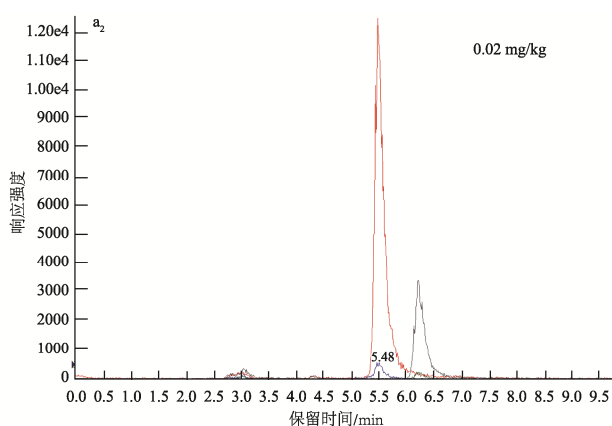
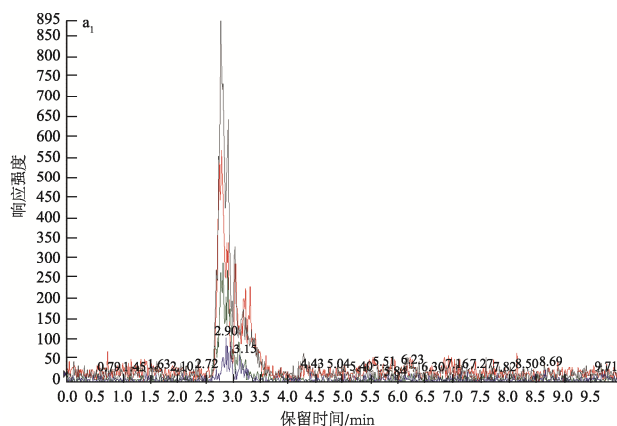
肉脂肪作为空白样品, 采用标准添加回收法, 在不同基质空白样品中加入 3 个不同浓度的乙基多杀菌素标准溶液, 平行测定 5 次, 根据基质添加量计算平均回收率, 结果见表 3。由表 3 可知, 牛奶、鸡肉、猪脂肪样品平均回收率为 73.8%~103.0%, 相对标准偏差 (relative standard deviations, RSDs) 为 1.7%~6.4% ($n=5$) (见表 3), 符合农药残留分析的要求^[22]。色谱图如图 2 所示, 由图 2 可以看出, 该方法分离效果较好, 可以满足检测要求。

2.6 实际样品的测定

采用上述方法对采集的全国不同省(市)批发市场和大型超市的牛奶、鸡肉、猪脂肪等 90 个样品进行检测, 发现实际样品中均未检出乙基多杀菌素农药残留。

表 3 不同基质中乙基多杀菌素的平均回收率和相对标准偏差($n=5$)
Table 3 Average recoveries and relative standard deviations for spinetoram in different matrices ($n=5$)

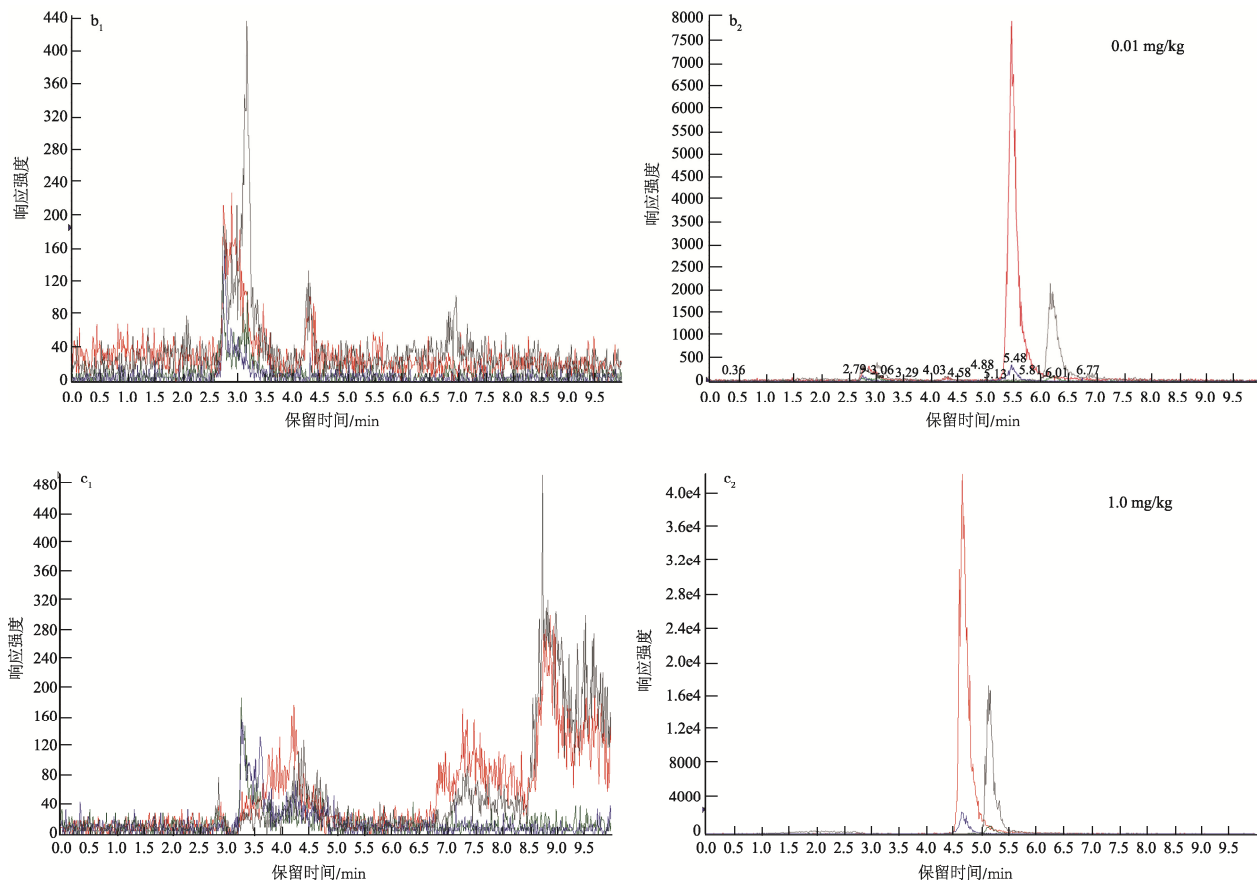
基质	添加水平/(mg/kg)	平均回收率/%	RSDs/%
牛奶	0.010	87.1	6.4
	0.020	88.4	4.7
	0.050	97.1	2.4
鸡肉	0.005	89.3	5.8
	0.010	86.6	1.7
	0.020	88.8	2.8
猪脂肪	0.500	73.8	2.0
	1.000	103.0	2.7
	2.000	96.6	2.1



注: a₁-牛奶样品(空白); a₂-牛奶样品(添加 0.02 mg/kg)。

图 2 乙基多杀菌素空白样品及添加回收样品色谱图

Fig.2 Chromatograms of blank samples and added recovered samples of spinetoram



注: b₁-鸡肉样品(空白); b₂-鸡肉样品(添加 0.01 mg/kg); c₁-猪脂肪样品(空白); c₂-猪脂肪样品(添加 1.0 mg/kg)。

图 2(续) 乙基多杀菌素空白样品及添加回收样品色谱图

Fig.2 Chromatograms of blank samples and added recovered samples of spinetoram

3 结论与讨论

本研究采用高效液相色谱-串联质谱技术, 乙腈提取, PSA、C₁₈、无水硫酸镁组合共同净化, 对牛奶、鸡肉、猪脂肪样品进行检测, 建立了动物源性食品中乙基多杀菌素残留量的检测方法, 在 0.005~2.000 mg/kg 添加水平下, 乙基多杀菌素在牛奶、鸡肉和猪脂肪中的平均回收率为 73.8%~103.0%, 相对标准偏差为 1.7%~6.4%, 牛奶、鸡肉和猪脂肪的定量限分别是 0.010、0.001、0.050 mg/kg。表明该方法精密度和准确性良好, 可以达到乙基多杀菌素定性和定量的分析要求, 适用于动物源性食品中乙基多杀菌素残留的实际监测, 具有较好的实用价值。

参考文献

- [1] 李姐, 汪清民, 黄润秋. 多杀菌素的研究进展[J]. 农药学报, 2003, 5(2): 1-12.
LI D, WANG QM, HUANG RQ. Research progress of spinosyns [J]. J Pestic Sci, 2003, 5(2): 1-12.
- [2] 张逍遥, 郭超, 刘艳丽, 等. 生物农药多杀菌素及其结构类似物的研究进展[J]. 粮油食品科技, 2020, 28(6): 209-217.
- [3] JING DP, GUO JF, JIANG YY, *et al.* Initial detections and spread of invasive *spodoptera frugiperda* in China and comparisons with other noctuid larvae in cornfields using molecular techniques [J]. Insect Sci, 2020, 27(4): 780-790.
- [4] GUTIÉRREZ-MORENO R, MOTA-SANCHEZ D, BLANCO CA, *et al.* Field-evolved resistance of the fall armyworm (*Lepidoptera: Noctuidae*) to synthetic insecticides in Puerto Rico and Mexico [J]. J Econ Entomol, 2019, 112(2): 792-802.
- [5] 杨凤丽, 宓盛, 马海荣. 乙基多杀菌素等 10 种药剂对草地贪夜蛾的防效[J]. 浙江农业科学, 2020, 61(11): 2295-2297.
YANG FL, FU S, MA HR. The control effect of ten pesticides including spinetoram on *spodoptera frugiperda* smith [J]. J Zhejiang Agric Sci, 2020, 61(11): 2295-2297.
- [6] 华乃震. 绿色环保生物杀虫剂多杀菌素和乙基多杀菌素的述评[J]. 农药, 2015, 54(1): 1-5.
HUA NZ. A review of green biological insecticide spinosad and spinetoram [J]. Agrochemicals, 2015, 54(1): 1-5.
- [7] 马丽, 董现义, 刘刚. 乙基多杀菌素在我国蔬菜作物上的登记、应用及发展建议[J]. 浙江农业科学, 2020, 61(10): 2085-2087.
- [8] ZHANG XY, GUO C, LIU YL, *et al.* Research progress on the biopesticide spinosyns and their analogues [J]. Sci Technol Cere Oils Foods, 2020, 28(6): 209-217.

- MA L, DONG XY, LIU G. Registration, application and development suggestion of spinetoram in vegetable crops in China [J]. *J Zhejiang Agric Sci*, 2020, 61(10): 2085–2087.
- [8] MALHAT FM. Simultaneous determination of spinetoram residues in tomato by high performance liquid chromatography combined with QuEChERS method [J]. *Bull Environ Contam Toxicol*, 2013, 90(2): 222–226.
- [9] 王天玉, 林媚, 平新亮, 等. 果园土壤中乙基多杀菌素的高效液相色谱分析方法[J]. *农药*, 2019, 58(3): 196–198.
WANG TY, LIN M, PING XL, *et al.* Determination of spinetoram residues in orchard soil by HPLC [J]. *Agrochemicals*, 2019, 58(3): 196–198.
- [10] 赵瑶瑶, 秦旭, 秦冬梅, 等. XDE-175 及其代谢物在甘蓝和土壤中的残留动态研究[J]. *农业环境科学学报*, 2009, 28(5): 1032–1036.
ZHAO YY, QIN X, QIN DM, *et al.* Residue dynamics of XDE-175 and its metabolites in cabbage and soil [J]. *J Agro-Environ Sci*, 2009, 28(5): 1032–1036.
- [11] 牛艳, 杨静, 冷海雄, 等. 枸杞中乙基多杀菌素及其代谢物的检测方法[J]. *农药*, 2019, 58(11): 828–830.
NIU Y, YANG J, YE HX, *et al.* Detection method of spinetoram and its metabolites in lycium fruit agrochem [J]. *Agrochemicals*, 2019, 58(11): 828–830.
- [12] 夏西亚, 付步礼, 李强. 乙基多杀菌素在香蕉果实、花瓣和土壤中的残留及消解动态分析[J]. *热带作物学报*, 2017, 38(7): 1331–1336.
XIA XY, FU BL, LI Q. Analysis of insecticide residue and digestion dynamics of spinetoram in banana fruits, petals and soil [J]. *Chin J Trop Crop*, 2017, 38(7): 1331–1336.
- [13] TANG HX, MA L, HUANG JQ, *et al.* Residue behavior and dietary risk assessment of six pesticides in pak choi using QuEChERS method coupled with UPLC-MS/MS [J]. *Ecotoxicol Environ Saf*, 2021, 213(15): 1–8.
- [14] 傅强, 黄颖婕, 付启明, 等. 液相色谱-串联质谱同时检测水稻样品中乙基多杀菌素及其代谢物残留[J]. *农药学报*, 2017, 19(5): 631–637.
FU Q, HUANG YJ, FU QM, *et al.* Simultaneous determination of spinetoram and its metabolites in rice using liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Pestic Sci*, 2017, 19(5): 631–637.
- [15] 王天玉, 林媚, 姚周麟, 等. 乙基多杀菌素在杨梅果实和土壤中的残留消解特征及其安全性评价[J]. *浙江大学学报(农业与生命科学版)*, 2021, 47(1): 43–51.
WANG TY, LIN M, YAO ZL, *et al.* Dissipation characteristics and safety evaluation of spinetoram in red bayberry and soil [J]. *J Zhejiang Univ (Agric Life Sci Ed)*, 2021, 47(1): 43–51.
- [16] LIU X, ABD EAM, PARK JY, *et al.* Determination of spinetoram in leafy vegetable crops using liquid chromatography and confirmation via tandem mass spectrometry [J]. *Biomed Chromatogr*, 2011, 25(10): 1099–1106.
- [17] PARK KH, CHOI JH, ABD EAM, *et al.* Determination of spinetoram and its metabolites in amaranth and parsley using QuEChERS-based extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Chem*, 2012, 134(4): 2552–2559.
- [18] 李刚, 秦樊鑫, 张盈, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法快速检测洛党参中乙基多杀菌素残留[J]. *分析测试学报*, 2018, 37(7): 834–838.
LI G, QIN FX, ZHANG Y, *et al.* Determination of spinetoram residues in radix gotonopsis tongshen otiv. using ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Inst Anal*, 2018, 37(7): 834–838.
- [19] Joint Meeting on Pesticide Residues. Spinetoram [EB/OL]. [2012-09-20]. http://www.fao.org/fileadmin/templates/agphome/documents/Pests_Pesticides/JMPR/Report12/Spinetoram.pdf [2021-02-06].
- [20] KATEŘINA M, STEVEN JL. Evaluation of common organic solvents for gas chromatographic analysis and stability of multiclass pesticide residues [J]. *J Chromatogr A*, 2004, 1040(2): 259–272.
- [21] 余永新, 江泽军, 秦迪, 等. 分散固相萃取-高效液相色谱串联质谱同步检测蔬果中醚菌酯和唑菌酯农药残留[J]. *农药*, 2014, 53(9): 670–673.
SHE YX, JIANG ZJ, QIN D, *et al.* Simultaneous determination of kresoxim-methyl and pyraoxystrobin in fruit and vegetables by LC-MS/MS with dispersive solid phase extraction [J]. *Agrochemicals*, 2014, 53(9): 670–673.
- [22] 樊德方. 农药残留量分析与检测[M]. 上海: 科学技术出版社, 1982.
FAN DF. Pesticide residue analysis and detection [M]. Shanghai: Science and Technology Press, 1982.

(责任编辑: 于梦娇 张晓寒)

作者简介



马 磊, 高级实验师, 主要研究方向为食品安全与检测技术。

E-mail: 9515622@qq.com



余永新, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品检测与营养评价。

E-mail: 0891syx@163.com