

高效液相色谱-串联质谱法检测玉米中磺草酮残留

宗珊盈, 张军慧, 张丽*, 张慧, 张娟

[中检集团中原农食产品检测(河南)有限公司, 郑州 450008]

摘要: **目的** 建立高效液相色谱-串联质谱法检测玉米中磺草酮残留的分析方法。**方法** 样品用乙腈超声提取20 min, 经石墨化碳固相萃取柱净化, 用乙腈+甲苯(3:1, V:V)洗脱, 洗脱液于35 °C水浴浓缩, 用20% (V:V)甲醇水溶液(含0.1%甲酸)溶解定容, 过0.22 μm 亲水聚四氟乙烯(polytetrafluoroethylene, PTFE)微孔滤膜, 采用高效液相色谱-串联质谱仪进行检测。**结果** 磺草酮在1~200 μg/L 质量浓度范围内线性关系良好, 相关系数为0.9998; 检出限为2 μg/kg, 定量限为10 μg/kg; 添加水平为0.01~0.05 mg/kg 时, 回收率范围为80.3%~108.6%, 相对标准偏差为2.4%~4.4%。**结论** 该检测方法快速、简便, 准确度和精密度均能满足日常监测的需求, 能满足玉米中磺草酮批量检测的需要。

关键词: 磺草酮; 玉米; 高效液相色谱-串联质谱法; 固相萃取; 微孔滤膜

Determination of sulfonate residues in corn by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ZONG Shan-Ying, ZHANG Jun-Hui, ZHANG Li*, ZHANG Hui, ZHANG Juan

[China Certification & Inspection Group Central Plains Agricultural Products & Food Testing (Henan), Ltd., Zhengzhou 450008, China]

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of sulfodone residues in corn by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** The samples were ultrasonically extracted with acetonitrile for 20 min, purified by a graphitized carbon solid phase extraction column, and eluted with acetonitrile+toluene (3:1, V:V), the eluent was concentrated in 35 °C water bath, dissolved and fixed to constant volume by 20% (V:V) methanol aqueous solution (containing 0.1% formic acid), filtered by 0.22 μm hydrophilic polytetrafluoroethylene (PTFE) microporous filter membrane and detected by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometer. **Results** Sulcotrione had a good linear relationship in the mass concentration range of 1–200 μg/L, with the correlation coefficient 0.9998. The limit of detection was 2 μg/kg, and the limit of quantification was 10 μg/kg; when the addition level was 0.01–0.05 mg/kg, the recoveries ranged from 80.3% to 108.6%, and the relative standard deviations were 2.4% to 4.4%. **Conclusion** This method is rapid, simple, accurate and precise to meet the needs of daily monitoring, which can meet the needs of batch detection of sulfoketone in corn.

KEY WORDS: sulfoketone; corn; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; solid phase extraction; millipore filter

*通信作者: 张丽, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品农产品检验。E-mail: zhangli@zy.ccic.com

*Corresponding author: ZHANG Li, Master, Engineer, China Certification & Inspection Group Central Plains Agricultural Products & Food Testing (Henan), Ltd., No.17, Minhang Road, Jinshui District, Zhengzhou 450008, China. E-mail: zhangli@zy.ccic.com

0 引言

磺草酮, 分子式为 $C_{14}H_{13}ClO_3S$, 属于三酮类除草剂, 作为苗后茎叶除草剂, 可有效去除玉米地马唐、狗尾草、牛筋草等田间杂草, 具有较好的增产作用^[1-3]。周小军等^[4]、钱自卫^[5]、戴景诗等^[6]研究表明 15%磺草酮对马唐、旱稗、凹头苋、马齿苋、碎米莎草、千金子等田间杂草均有较好的直观防除效果, 且未有蹲苗、黄叶等药害现象, 说明 15%磺草酮悬浮液对玉米安全。崔家洲^[7]、马友斌等^[8]采用磺草酮和莠去津等农药混合使用也获得了不错的除草效果。再加上磺草酮本身具有低毒安全的特性, 更被广泛用于玉米地中杂草的去除^[9-11], 但金锋等^[12]、金勇等^[13]在探究磺草酮亚慢性暴露对大鼠酪氨酸代谢的影响时发现, 磺草酮能有效抑制大鼠肝脏羟苯基丙酮酸双氧化酶(hydroxyphenylpyruvate dioxygenase, HPPD)活力, 干扰正常酪氨酸代谢, 并诱发大鼠酪氨酸血症, 进而导致酪氨酸在房水中蓄积, 并最终引发大鼠角膜损伤, 说明磺草酮在某些情况下不是完全安全的。最新发布 GB 2763—2021《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》规定了磺草酮在玉米中的最大残留限量为 0.05 mg/kg, 但并未给出可参考的检测标准。目前国内对磺草酮残留分析研究较少, 且研究方法多集中在液相色谱法, 该法回收率不高、前处理复杂、测定时间较长, 不便于批量检测^[14-17]。国外除 BAER 等^[18]采用高效液相色谱法对磺草酮进行检测外, ROUCHAUD 等^[19]还使用气相色谱法检测磺草酮含量, 但由于气相色谱法前处理需要衍生, 实验过程较为烦琐, 不便于推广使用。本研究根据磺草酮的极性, 参考农兽药残留分析中常见的影响因素^[20-24], 从前处理提取及后期净化等多方面考虑, 研究适合玉米中磺草酮测定的方法, 以期简便、准确、快速检测玉米及其他植物源性食品中磺草酮提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

磺草酮标准物质(纯度大于 99%, 天津阿尔塔科技有限公司); 乙腈、甲醇、乙酸铵、甲酸(色谱纯, 美国 Thermo Fisher Scientific 公司); 氯化钠、无水硫酸钠(分析纯, 天津市科密欧化学试剂有限公司); 石墨化碳固相萃取柱(简称 Carb 柱)(500 mg/6 mL)、 C_{18} 柱(500 mg/6 mL)、Carb/ NH_2 复合柱(250 mg/6 mL)(月旭科技上海股份有限公司); 色谱柱 Agilent Eclipse Plus C_{18} (100 mm×2.1 mm, 3.5 μ m, 美国安捷伦公司); 玉米(市场采购)。

HLB 柱[500 mg/6 mL, 纳谱分析技术(苏州)有限公司]; QuEChERS 净化管[15 mL, 900 mg $MgSO_4$, 150 mg N-丙基乙二胺(primary secondary amine, PSA)]、氨基柱(500 mg/6 mL, 天津博纳艾杰尔科技有限公司); 0.22 μ m 有机相滤膜(Nylon)、

0.22 μ m 水相滤膜(聚醚砜, polyethersulfone, PES)(美国 Agilent Technologies 公司); 0.22 μ m 有机相滤膜(Nylon)、0.22 μ m 水相滤膜(PES)、0.22 μ m 亲水聚四氟乙烯(polytetrafluoroethylene, PTFE)微孔滤膜(上海安谱公司); 0.22 μ m 有机相滤膜(Nylon)、0.22 μ m 水相滤膜(PES)、0.22 μ m 亲水 PTFE 微孔滤膜(天津津腾公司); 水均为一级水。

1.2 仪器与设备

1290-6460 Infinity 高效液相色谱串联质谱仪[配电喷雾离子源(electrospray ionization, ESI)]、5982-9120 20 管固相萃取仪(美国 Agilent Technologies 公司); ME802 电子天平(感量 0.01g, 瑞士 Mettler Toledo 公司); SilentCrusher M 均质器、Multi Reax 振荡器、Hei-VAP Precision 旋转蒸发器(德国 Heidolph 公司); Milli-Q 去离子水发生器(美国 Millipore 公司); AS 20500 BT 超声波清洗机(天津奥特赛恩斯仪器有限公司); Eppendorf 离心机(德国 Eppendorf 公司); N-EVAP 24 位氮吹仪(美国 Organomation Associates 公司)。

1.3 色谱条件

色谱柱: Agilent Eclipse Plus C_{18} (100 mm×2.1 mm, 3.5 μ m); 流动相: A(乙腈), B(体积比为 0.1%甲酸, 含 5 mmol/L 乙酸铵), 流速 0.3 mL/min, 流动相梯度洗脱程序见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱程序
Table 1 Mobile phase composition for gradient elution

时间/min	A/%	B/%
0.0	5	95
0.5	5	95
6.0	90	10
6.5	95	5
8.5	95	5
8.6	5	95
9.5	5	95

1.4 质谱条件

离子源: ESI; 扫描模式: 正离子; 监测方式: 多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM); 干燥气温度: 350 $^{\circ}C$; 干燥器流量: 10 L/min; 雾化器压力: 45 psi, 鞘气温度: 350 $^{\circ}C$; 鞘气流量: 10 L/min; 毛细管电压: 3500 V, 监测离子对及碰撞能量见表 2。

表 2 磺草酮监测离子对及碰撞能量
Table 2 Monitor ions pairs and collision energies for sulcotrione

目标物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碰撞能量/eV
磺草酮	329	139.05	18
	329	69.05*	45

注: *表示定量离子。

1.5 样品前处理

称取粉碎混匀后的玉米 5.00 g 于 50 mL 具塞离心管中, 加水 10 mL, 涡旋混匀, 准确加入乙腈 20 mL, 超声提取 20 min。加 3 g 氯化钠, 振荡 10 min, 4200 r/min 离心 5 min, 取上清液待净化。

在石墨化碳固相萃取柱中加入约 2 cm 高无水硫酸钠, 加样前先用 4 mL 乙腈+甲苯(3:1, V:V)预洗柱, 当液面到达硫酸钠的顶部时, 准确移取 2 mL 上述上清液至固相萃取柱上, 并接收流出液。再用 20 mL 乙腈+甲苯(3:1, V:V)洗脱, 合并洗脱液于鸡心瓶中。在 35 °C 水浴中旋转浓缩至约 0.5 mL。将浓缩液置于氮吹仪上吹干, 迅速加入 1 mL 定容液(体积比为 20% 的甲醇水, 含 0.1% 甲酸)溶解, 混匀。经 0.22 μm 亲水 PTFE 微孔滤膜过滤, 待上机检测。

1.6 定量测定

用定容液将 100 mg/L 的磺草酮标准溶液逐级稀释为 0.005、0.010、0.020、0.050、0.100、0.200 mg/L 的系列标准工作溶液, 临用现配。

将系列标准工作溶液和处理好的样品溶液同时上高效液相色谱-质谱测定, 外标法定量, 用仪器工作站软件处理数据。

2 结果与分析

2.1 提取溶剂的选择

根据磺草酮的溶解性, 本研究分别选取了乙腈、二氯甲烷、甲醇-水(8:2, V:V)、乙腈-水(8:2, V:V)作为提取溶剂, 比较其提取效率。各提取溶剂提取回收率结果见表 3。结果表明, 用甲醇-水提取回收率最低, 而采用加水溶解样品, 用乙腈提取玉米中的磺草酮回收率最高, 回收率稳定, 重现性好, 则本研究选用乙腈作为提取溶剂。

2.2 提取方式的选择

本研究分别选取了均质、振荡、超声及振荡加超声 4

种提取方式研究提取效果, 结果表明, 4 种提取方式均能较好地提取目标物, 其中, 均质的效果最好, 但均质需要每做一个样品就要清洗一次刀头, 易造成污染, 且不易批量检测。故最终本研究选择用超声的方式对样品中的磺草酮进行提取, 操作简便易行。各提取方式提取效率见表 4。

2.3 浓缩温度的选择

不同性质的农药对温度的耐受度不同, 本研究考察了不同温度下旋蒸、氮吹时水浴浓度对磺草酮的回收率的影响, 结果见表 5。当温度过低时, 浓缩时间过长, 回收率虽然可接受, 但工作效率不高。当温度过高时, 可能会因为磺草酮在高温下不耐受而造成损失, 导致结果偏低。故本研究最终选择 35 °C 作为旋蒸、氮吹时的浓缩温度。

2.4 固相萃取柱的选择

直接用乙腈提取后的提取液具有较深的颜色, 不经净化直接上机一方面会污染仪器, 一方面受乙腈共提物的影响, 色谱图上杂峰较多, 影响目标物的定性定量分析。故本研究分别选了 C₁₈ 固相萃取柱、HLB 固相萃取柱、氨基柱、Carb(石墨化碳)柱、Carb/NH₂ 复合柱及 QuEChERS 净化管来考察其各自的净化效果。结果见表 6, 研究表明, 采用 Carb(石墨化碳)柱去除色素杂质效果最好, 净化后的样液几乎为无色透明, 且磺草酮回收率最佳。而样品提取液直接过 C₁₈ 或 HLB 固相萃取柱, 接收流出液上机, 回收率虽也较高, 但样液本身的黄色还是很明显, 说明还是有类似色素类的物质未被净化完全。综合考虑, 本研究选用 Carb(石墨化碳)柱作为净化柱。

2.5 微孔滤膜的选择

用移液器吸取适量的磺草酮标准工作溶液, 用 20% 甲醇水溶液(含 0.1% 甲酸)配制质量浓度为 10 μg/L 的标准溶液, 分别过 0.22 μm 有机相滤膜(Nylon)、水相滤膜(PES)、亲水 PTFE 滤膜净化, 分别上机测定, 同时测定过膜前同等浓度标准溶液作为对照。

表 3 不同溶剂提取的回收率结果(n=3)

Table 3 Recoveries results of different solvents extraction (n=3)

提取溶剂	添加浓度/(μg/kg)	平均测定结果/(μg/kg)	平均回收率/%	相对标准偏差/%
乙腈	10	8.95	89.5	6.1
二氯甲烷	10	7.70	77.0	6.8
甲醇-水(8:2)	10	4.77	47.7	3.8
乙腈-水(8:2)	10	6.80	68.0	3.6

表 4 不同提取方式的回收率结果(n=4)

Table 4 Recoveries results of different extraction methods (n=4)

提取方式	添加浓度/(μg/kg)	平均测定结果/(μg/kg)	平均回收率/%	相对标准偏差/%
均质	10	9.62	96.2	3.7
振荡	10	8.35	83.5	5.3
超声	10	9.32	93.2	2.2
振荡加超声	10	9.02	90.2	5.0

结果表明, 磺草酮受不同材质、不同厂家(安捷伦、安谱、津腾)的滤膜影响较大。数据表明, 不同厂家的有机系滤膜, 磺草酮的回收率在 79.7%~101.6%之间, 回收率较不稳定, 相对标准偏差高达 11%; 水相滤膜回收率在 85%左右, 回收率较稳定; 亲水 PTFE 滤膜回收率在 90%左右, 回收率较稳定。因本研究试剂溶液中含有 20%的甲醇, 更适合用有机滤膜去过滤, 实验数据也表明水相滤膜回收率不及另外两种; 亲水 PTFE 滤膜作为近些年的新型材料, 既适用于水溶液、有机溶液, 也适用于混合溶液, 且过滤时因其亲水性而表现出比有机相滤膜更好的顺畅性, 无需特意加压即可轻松过滤。故本研究最终选用亲水 PTFE 滤膜进行净化。不同滤膜回收率结果见表 7。

2.6 方法学验证

2.6.1 基质效应

一般情况下, 在用液相色谱-质谱联用技术分析农药时会显现出来不同程度的基质效应(matrix effect, ME), 需选用基质匹配曲线以尽可能消除基质影响, 从而准确定量^[25-28]。基质效应的计算公式为 $ME\% = B/A \times 100\%$ ^[29-30]。B 代表物质在基质溶液中的响应, A 代表物质在试剂溶液中的响应。为考察磺草酮在玉米中的基质效应, 本研究选用空白玉米按样品前处理方法获得空白玉米基质溶液, 分别用定容液和空白基质溶液配制 10 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液上机, 分别平行 3

次, 每次重复进样 2 针, 记录各自的峰面积。磺草酮在玉米基质溶液中平均峰面积为 4446, 在试剂溶液中平均峰面积为 4364; 根据目标物在基质中的峰面积与在定容液中的峰面积之比在 0.85~1.05 之间, 可认为基质效应可以忽略。结果表明, 磺草酮在玉米中无明显的基质效应, 故选取定容液作为溶剂制备标准曲线溶液, 方法更加简便。

2.6.2 线性关系、检出限、精密度

以磺草酮的质量浓度为横坐标(X, $\mu\text{g/L}$), 峰面积为纵坐标(Y)绘制标准曲线。标准曲线的回归方程为 $Y = 299.580788X - 32.033571$, 相关系数为 0.9998。磺草酮在 1~200 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内线性关系良好。在空白玉米样品中添加磺草酮标准工作溶液, 按照信噪比大于等于 3 确定检出限, 信噪比大于等于 10 确定定量限, 确定磺草酮在玉米中的检出限为 2 $\mu\text{g/kg}$, 定量限为 10 $\mu\text{g/kg}$, 定量限远低于 GB 2763—2021 规定玉米中磺草酮的限量要求(0.05 mg/kg), 方法灵敏度满足标准法规要求。

采用在空白玉米样品上添加标准溶液的形式考察方法的回收率和精密度。添加水平分别为 0.01、0.02、0.05 mg/kg , 每个水平平行测定 6 次, 磺草酮的回收率为 80.3%~108.6%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSDs)为 2.4%~4.4%。精密度和准确度均符合相关要求。回收率和相对标准偏差见表 8。磺草酮在定容液和空白玉米基质中的典型色谱图分别见图 1、2。

表 5 不同氮吹温度的回收率结果($n=3$)
Table 5 Recoveries results of different nitrogen blowing temperatures ($n=3$)

氮吹温度/ $^{\circ}\text{C}$	添加浓度/ $(\mu\text{g/kg})$	平均测定结果/ $(\mu\text{g/kg})$	平均回收率/%	相对标准偏差/%
30	10	8.43	84.3	6.8
35	10	8.98	89.8	5.7
40	10	6.32	63.2	8.6
45	10	4.02	40.2	2.6

表 6 不同固相萃取柱的回收率结果($n=3$)
Table 6 Recoveries results of different solid phase extraction columns ($n=3$)

固相萃取柱类型	添加浓度/ $(\mu\text{g/kg})$	平均测定结果/ $(\mu\text{g/kg})$	平均回收率/%	相对标准偏差/%
C ₁₈ *	10	9.34	93.4	3.1
HLB*	10	9.55	95.5	4.0
氨基柱	10	0	0	0
Carb 柱	10	9.60	96.0	6.1
Carb/NH ₂ 柱	10	0	0	0
QuEChERS	10	5.16	51.6	3.5

注: *表示提取液直接上样, 取接收液上高效液相色谱串联质谱仪检测。

表 7 不同滤膜的回收率结果($n=3$)
Table 7 Recoveries results of different filter membrane ($n=3$)

滤膜类型	标准溶液浓度/ $(\mu\text{g/L})$	平均测定结果/ $(\mu\text{g/L})$	平均回收率/%	相对标准偏差/%
有机相滤膜(Nylon)	10	8.74	87.4	11.0
水相滤膜(PES)	10	8.45	85.5	0.88
亲水 PTFE 滤膜	10	8.98	89.8	0.62

表 8 磺草酮在玉米基质中的回收率和相对标准偏差($n=6$)
Table 8 Recovery rates and relative standard deviations of sulcotrione in corn ($n=6$)

添加浓度 /(mg/kg)	平均测定 结果/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	平均回收率 /%	相对标准 偏差/%
0.01	8.60	86.0	4.4
0.02	18.5	92.3	2.4
0.05	51.2	102.3	3.5

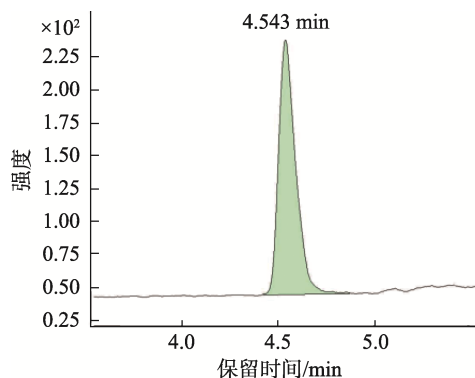


图 1 磺草酮标准溶液色谱图($2\ \mu\text{g}/\text{L}$)

Fig.1 Chromatogram of sulfonate standard solution ($2\ \mu\text{g}/\text{L}$)

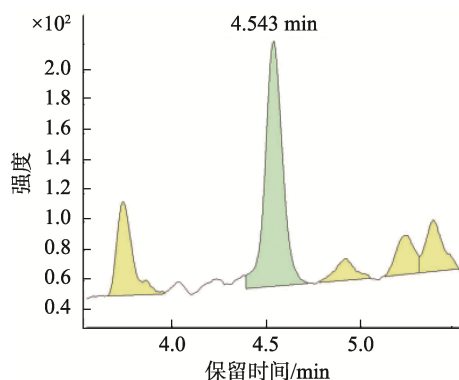


图 2 空白玉米基质中磺草酮色谱图($2\ \mu\text{g}/\text{kg}$)

Fig.2 Chromatogram of sulfonate standard solution in blank corn ($2\ \mu\text{g}/\text{kg}$)

2.6.3 实际样品检测

本研究在郑州不同市场(超市、集贸市场、零售商店)共采购 20 批次玉米, 按照 1.5 和 1.6 所述方法处理并检测磺草酮残留量, 所有样品均未发现磺草酮残留。

3 结论与讨论

本研究建立了高效液相色谱-串联质谱法检测玉米中磺草酮的分析方法, 该方法简便、快速、准确、经济、高效, 填补了 GB 2763—2021 中磺草酮无检测方法的空白,

为磺草酮的监管提供了一定参考。

此外, 本研究确定了微孔滤膜对磺草酮的测定有一定的影响, 推测可能是被滤膜中的某些物质所吸附, 有待进一步研究。该影响在一般的有机分析中较为少见, 大多数化合物的检测与滤膜的选择关系不大, 本研究结果可对其他回收率一直不能有较大提高的方法提供一种新的思路。

参考文献

- [1] 李美, 赵德友, 宋国春, 等. 磺草酮对玉米的安全性及除草效果评价[J]. 农药, 2003, 42(8): 34-35.
LI M, ZHAO DY, SONG GC, *et al.* Safety and herbicidal effect of sulfonate on corn [J]. Agrochemicals, 2003, 42(8): 34-35.
- [2] 那成勇, 王继善, 王传仕, 等. 磺草酮防除夏玉米田杂草[J]. 新农业, 2008, (7): 48-49.
NA CY, WANG JS, WANG CS, *et al.* Sulfonate control weeds in summer maize field [J]. New Agric, 2008, (7): 48-49.
- [3] 邹晓锦, 董海, 高爽, 等. 磺草酮对不同品种玉米的安全性研究[J]. 杂粮作物, 2005, (4): 272-273.
ZOU XJ, DONG H, GAO S, *et al.* Study on safety of sulfonate to different maize varieties [J]. Rain Fed Crops, 2005, (4): 272-273.
- [4] 周小军, 戴为光, 马赵江. 磺草酮防除夏玉米地杂草的效果[J]. 杂草科学, 2008, (2): 67-68.
ZHOU XJ, DAI WG, MA ZJ. Effect of sulfonate on weed control in summer corn field [J]. Weed Sci, 2008, (2): 67-68.
- [5] 钱自卫. 15%磺草酮 AS 防除夏玉米田杂草田间药效试验研究[J]. 安徽农学通报, 2010, 16(13): 144-146.
QIAN ZW. Research on field efficacy of 15% sulfonate AS against weeds in summermaize field [J]. Anhui Agric Sci Bull, 2010, 16(13): 144-146.
- [6] 戴景诗, 曲明明, 王强, 等. 15%磺草酮水剂防除玉米田杂草田间使用技术研究[J]. 杂粮作物, 2009, 29(2): 139-140.
DAI JS, QU MM, WANG Q, *et al.* Study on the field application technology of 15% sulfonate against weeds in maize field [J]. Rain Fed Crops, 2009, 29(2): 139-140.
- [7] 崔家洲. 24%磺草酮·烟嘧磺隆·莠去津悬浮剂防除玉米田杂草药效试验[J]. 现代化农业, 2016, (5): 5-7.
CUI JZ. Efficacy test of 24% sulfonate nicosulfuron atrazine SC against weeds in maize field [J]. Mod Agric, 2016, (5): 5-7.
- [8] 马友斌, 程苗, 丁伟. 40%磺草酮·莠去津悬浮剂对玉米的安全性及杂草防效研究[J]. 现代化农业, 2011, (10): 6-7.
MA YB, CHENG Z, DING W. Study on the safety and weed control effect of 40% sulfonate-atrazine SC on maize [J]. Mod Agric, 2011, (10): 6-7.
- [9] 苏旺苍, 马婧玮, 吴仁海, 等. 磺草酮在玉米及土壤中的残留及降解行为研究[J]. 河南农业科学, 2014, 43(7): 98-101.
SU WC, MA JW, WU RH, *et al.* Residues and dissipation dynamics of sulcotrione in maize and soil [J]. J Henan Agric Sci, 2014, 43(7): 98-101.
- [10] 邹晓锦, 高爽, 林长福, 等. 玉米田除草剂磺草酮的生物活性及安全性[J]. 农药, 2005, 44(8): 382-383.
ZOU XJ, GAO S, LIN CF, *et al.* Sulcotrione bioactivity and safety to corn [J]. Agrochemicals, 2005, 44(8): 382-383.
- [11] 王金信, 王云鹏, 鲁梅, 等. 不同助剂对磺草酮的增效作用及对玉米苗期安全性测定[J]. 农药, 2004, (12): 537-538, 541.
WANG JX, WANG YP, LU M, *et al.* Mensuration of different adjuvants on the enhancement of sulcotrione and seedling security of maize [J]. Agrochemicals, 2004, (12): 537-538, 541.

- [12] 金锋, 吴南翔, 金勇, 等. 除草剂磺草酮对大鼠血清酪氨酸水平的影响[J]. 中国药理学与毒理学杂志, 2009, 23(1): 60–64.
JIN F, WU NX, JIN Y, *et al.* Effect of herbicide sulcotrione oil serum tyrosine level in rats [J]. *Chin J Pharmacol Toxicol*, 2009, 23(1): 60–64.
- [13] 金勇, 吴南翔, 金锋, 等. 磺草酮亚慢性暴露对大鼠糖代谢和酪氨酸代谢的影响[J]. 毒理学杂志, 2009, 23(1): 25–27.
JIN Y, WU NX, JIN F, *et al.* Effects of subchronic sulcotrione exposure on glucose and tyrosine catabolism in the rat [J]. *J Toxicol*, 2009, 23(1): 25–27.
- [14] 姜欣, 洪忠. 磺草酮的液相色谱分析[J]. 农药, 2001, (7): 26.
JIANG X, HONG Z. Liquid chromatography analysis of sulcotrione [J]. *Agrochemicals*, 2001, (7): 26.
- [15] 孙志忠, 初文毅, 侯艳君, 等. 磺草酮的高效液相色谱分析[J]. 黑龙江大学自然科学学报, 2004, (1): 108–109, 113.
SUN ZZ, CHU WY, HOU YJ, *et al.* Analysis of sulfonone by high performance liquid chromatography [J]. *J Nat Sci Heilongjiang Univ*, 2004, (1): 108–109, 113.
- [16] 张锡珍, 牛红红, 刘哲, 等. 用高效液相色谱法测定玉米中磺草酮残留量的研究[J]. 玉米科学, 2011, 19(1): 143–145.
ZHANG XZ, NIU HH, LIU Z, *et al.* Study on detection of sulcotrione residues in maize by HPLC [J]. *J Maize Sci*, 2011, 19(1): 143–145.
- [17] 邵建果, 杨俊柱. 15%磺草酮水剂的反相高效液相色谱测定[J]. 安徽化工, 2009, 35(3): 71–73.
SHAO JG, YANG JZ. RP-HPLC determination of 15% sulfonone aqueous solution [J]. *Anhui Chem Ind*, 2009, 35(3): 71–73.
- [18] BAER U, CALVET T. Fate of soil applied herbicides: Experimental data and prediction of dissipation kinetics [J]. *J Environ Qual*, 1999, (28): 1765–1777.
- [19] ROUCHAUD J, THIRION D, CALLENS D. *et al.* Soil dissipation of the pest-emergence herbicide sulcotrione in maize crops treated with organic fertilizers [J]. *Bull Environ Contam Toxicol*, 1996, (57): 398–405.
- [20] 敦萌, 魏玉龙, 陈雷. 不同基质食品中乌洛托品残留量的检测方法研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(4): 1561–1565.
DUN M, WEI YL, CHEN L. Study on determination method of urotropine residue in different food matrix [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(4): 1561–1565.
- [21] 马磊, 李壮, 王猛强, 等. 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[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(20): 7920–7925.
MA L, LI Z, WANG MQ, *et al.* Determination of spinetoram residues in animal derived foods by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(20): 7920–7925.
- [22] 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.
- [23] 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啉菌酯农药残留[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.
- [24] 刘开, 郭建博, 薛晓文, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定动物源性食品中硝基咪唑类药物及其代谢物的残留量的研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(19): 6751–6758.
LIU K, GUO JB, XUE XW, *et al.* Determination of nitroimidazoles and their metabolites residues in foodstuffs of animal origin by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(19): 6751–6758.
- [25] 高娜, 孙程鹏, 许炳雯, 等. 液相色谱串联质谱法测定不同蔬菜中农药多残留的基质效应[J]. 食品科技, 2021, 46(4): 310–317.
GAO N, SUN CP, XU BW, *et al.* Matrix effects in the analysis of pesticides multiresidue in vegetables by LC-MS/MS [J]. *Food Sci Technol*, 2021, 46(4): 310–317.
- [26] 许炳雯, 葛祥武, 刘雪红, 等. 蔬菜水果中有机磷农药的基质效应分析及检测方法选择[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(23): 8784–8792.
XU BW, GE XW, LIU XH, *et al.* Matrix effects analysis and determination method selection of organophosphorus pesticides in vegetables and fruits [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(23): 8784–8792.
- [27] 张圆圆, 刘磊, 李娜, 等. 农药残留检测中不同蔬菜的基质效应[J]. 农药学报, 2019, 21(3): 327–337.
ZHANG YY, LIU L, LI N, *et al.* Matrix effects in pesticide residue analysis in various vegetable samples [J]. *Chin J Pestic Sci*, 2019, 21(3): 327–337.
- [28] 孙程鹏, 许炳雯, 高娜, 等. Sin-QuEChERS 结合超高效液相色谱串联质谱法同时检测果蔬中 5 种双酰胺类杀虫剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(6): 1784–1791.
SUN CP, XU BW, GAO N, *et al.* Simultaneous determination of 5 diamide insecticides in fruits and vegetables by Sin-QuEChERS with ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(6): 1784–1791.
- [29] MATUSZEWSKI BK, CONSTANZER ML, CHAVEZ-ENG CM. Strategies for the assessment of matrix effect in quantitative bioanalytical methods based on HPLC-MS/MS [J]. *Anal Chem*, 2003, 75(13): 3019–3030.
- [30] STAHNKE H, REEMSTMA T, ALDER L. Compensation of matrix effects by postcolumn infusion of a monitor substance in multiresidue analysis with LC-MS/MS [J]. *Anal Chem*, 2009, 81(6): 2185–2192.

(责任编辑: 张晓寒 郑 丽)

作者简介



宗珊盈, 硕士, 副高级农艺师, 主要研究方向为食品农产品检验。

E-mail: zongshanying@163.com



张 丽, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品农产品检验。

E-mail: zhangli@zy.ccic.com