

超高效液相色谱质谱联用法快速测定植物源性食品中百可得残留量

缪璐¹, 黄韵霖¹, 熊碧玉¹, 陀雄信¹, 黄海^{1*}, 陈西²

(1. 广西壮族自治区产品质量检验研究院, 广西南宁 530200)

(2. 上海爱博才思分析仪器贸易有限公司, 上海 200335)

摘要: 建立了超高效液相色谱质谱联用仪 (UPLC-MS/MS) 测定植物源性食品中百可得残留量的快速分析方法。利用 QTRAP 独有的增强分辨率扫描 (ER) 模式, 解决了带多电荷的化合物找母离子的困难。考察了前处理、耗材选择及基质效应对回收率的影响, 选择 20% (V/V) 甲醇水溶液 [含 1% (V/V) 甲酸] 提取, 同时添加 0.5 g 盐酸胍、使用聚丙烯材质的实验耗材减少植物成分及实验耗材对目标物的吸附。经 Kinetex F5 色谱柱分离, 在正离子、多反应监测模式下, 进行定量分析。结果表明, 百可得在 0.1~100.0 $\mu\text{g/L}$ 范围内线性关系良好, 相关系数高于 0.998; 分别以柑、芦笋等 9 种植物源性食品为样品基质, 在 3 个不同添加水平下, 百可得的平均回收率为 75.2%~103.5%, 相对标准偏差 (RSD, $n=6$) 为 2.1%~14.3%; 方法检出限为 0.6 $\mu\text{g/kg}$, 定量限 2.0 $\mu\text{g/kg}$ 。该方法可用于植物源性食品中百可得残留量快速提取、定性与定量检测, 具有操作简单、灵敏度高、成本低等优势, 适合于大批量植物源性食品中百可得残留量的日常筛查与确证。

关键词: 超高效液相色谱质谱联用仪; 植物源性食品; 百可得

文章编号: 1673-9078(2024)12-361-368

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2024.12.1527

Rapid Determination of Bellkute Residues in Foods of Plant Origin by Ultra-Performance Liquid Chromatography-tandem Mass Spectrometry

MIAO Lu¹, HUANG Yunlin¹, XIONG Biyu¹, TUO Xiongxin¹, HUANG Hai^{1*}, CHEN Xi²

(1. Guangxi Institute of Product Quality Inspection, Nanning 530200, China)

(2. Shanghai AB Sciex Analytical Instrument Trading Co. Ltd., Shanghai 200335, China)

Abstract: A rapid analysis method for the determination of Bellkute residues in foods of plant origin by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) was established. The unique enhanced resolution scan (ER) mode of QTRAP was used to solve the difficulty of finding the parent (precursor) ions for multi-charged compounds. The effects of pretreatment, consumable selection, and matrix effects on the recovery rate were investigated, and 20% (V/V) methanol aqueous solution [containing 1% (V/V) formic acid] was selected for extraction. Guanidine hydrochloride

引文格式:

缪璐, 黄韵霖, 熊碧玉, 等. 超高效液相色谱质谱联用法快速测定植物源性食品中百可得残留量[J]. 现代食品科技, 2024, 40(12): 361-368.

MIAO Lu, HUANG Yunlin, XIONG Biyu, et al. Rapid determination of bellkute residues in foods of plant origin by ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Modern Food Science and Technology, 2024, 40(12): 361-368.

收稿日期: 2023-12-20

基金项目: 广西重点研发计划项目 (桂科 AB24010126); 广西壮族自治区市场监督管理局科技计划项目 (GXSKJ2024-1)

作者简介: 缪璐 (1982-), 女, 硕士, 高级工程师, 研究方向: 食品安全检测技术研究, E-mail: 37634635@qq.com

通讯作者: 黄海 (1974-), 男, 硕士, 高级工程师, 研究方向: 功能性食品和农产品质量安全检验检测技术研究, E-mail: 16318416@qq.com

(0.5 g) was added and polypropylene was used as the experimental material, to reduce the adsorption of the target by plant components and experimental consumables. The Kinetex F5 column was used for separation, and the quantitative analysis was performed in the positive ion and multiple reaction monitoring mode. The results showed that Bellkute had a good linear relationship in the range of 0.1~100.0 $\mu\text{g/L}$, and the correlation coefficient r was not lower than 0.998. Using nine plant-derived foods such as citrus and asparagus and three spiking levels, the average recovery rate of Bellkute was determined to range from 75.2% to 103.5%, with the relative standard deviations (RSD, $n=6$) being 2.1%~14.3%, and the limit of detection (LOD) and limit of quantification (LOQ) being 0.6 $\mu\text{g/kg}$ and 2.0 $\mu\text{g/kg}$, respectively. This method can be used for rapid extraction, and qualitative and quantitative detection of Bellkute residues in foods of plant origin, with advantages of simple operation, high sensitivity, and low cost, thereby being suitable for daily screening and confirmation of Bellkute residues in large quantities of foods of plant origin.

Key words: ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS); foods of plant origin; Bellkute

百可得通用名双胍三辛烷基苯磺酸盐 [Iminotadine tris (albesilate)], 是一种触杀型、广谱保护性杀菌剂, 在国内外得到广泛的应用^[1-3]。它是触杀和预防性杀菌剂, 对柑橘等水果贮藏期间发生的病害有良好的防治效果, 而且能使果面光亮, 提高商品的价值^[4-6]。

在 GB 2763-2021 《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》^[7]中双胍三辛烷基苯磺酸盐可在柑、橘、橙、苹果、葡萄、番茄、黄瓜、芦笋中使用, 并明确其残留量的临时限量, 但是无推荐检测方法。因此, 建立植物源性食品中百可得快速、高效的检测方法具有重要意义。

目前植物源性食品中百可得检测在国内外报道不多, 主要有液相色谱法检测^[8-12]、液相色谱-串联质谱法^[13]和高分辨质谱法^[14]。液相色谱法处理步骤复杂、灵敏度低、基质干扰严重; 液相色谱-串联质谱法和高分辨质谱法, 采集的母离子为灵敏度和稳定性较差的单电荷加合离子 $[M+H]^+$, 导致方法的灵敏度低和重现性较差; 而以双电荷加合离子 $[M+2H]^{2+}$ 为母离子的液相色谱-串联质谱法^[15,16]大大提高了方法的灵敏度, 直接提取法未考虑样品对双胍三辛烷基苯磺酸盐吸附问题, 重现性较差, 而使用 SPE 法操作上更繁琐、实验成本更高, 难以满足大批量样品痕量检测定量要求。因此, 本研究通过匀浆、提取、离心、过滤后进行超高效液相色谱串联质谱法分析测定, 能快速准确检测果蔬中百可得残留量, 为其监测和风险控制提供一种有效的检测技术。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

QTRAP5500 超高效液相色谱-三重四级杆串联质谱仪, 美国 AB Sciex 公司; XS205DU 精密电子分析天平, 瑞士梅特勒-托利多有限公司; JY2002 电子天平, 上海衡平仪器仪表厂; LYNX6000 高速冷冻离心机, 德国 ThermoFisher 公司; WM-MT 多管涡旋振荡器, 广东省科寅实验室设备有限公司; HS501 digital 圆周振荡摇床, 德国 IKA 公司。

双胍三辛烷基苯磺酸盐标准品 (纯度 $\geq 99.2\%$), 德国 DR; 盐酸胍 (纯度 $\geq 99.2\%$), 上海麦克林生化科技有限公司; 甲醇 (色谱纯), 美国 Fisher 公司; 乙腈 (色谱纯), 美国 Fisher 公司; 丙酮 (HPLC 级), 上海安谱科学仪器有限公司; 甲酸 (HPLC 级, $\geq 98\%$), 上海安谱科学仪器有限公司; 本实验所有用水均为超纯水。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液的配制

标准储备液: 精确称取 0.010 00 g 双胍三辛烷基苯磺酸盐标准品, 用甲醇溶解并定容至 50 mL, 配制成 200.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液, 于 4 $^{\circ}\text{C}$ 保存, 备用。

基质标准工作溶液: 按 1.2.3 前处理方法制备空白样品基质溶液, 用空白基质溶液逐级稀释分别配制 0.1、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0 和 100.0 $\mu\text{g/L}$

的基质标准工作溶液。

均使用聚丙烯 (PP) 材质的容量瓶和试剂瓶定容和储存。

1.2.2 样品采集与制备

选择菜市场、超市、农贸市场为采样点, 购买 52 份植物源性食品样品。按照 GB 2763-2021 附录 A 的测定部位进行取样, 切碎后, 放入刀式研磨仪中粉碎, 装入带盖 PP 塑料瓶中, 于 -20 °C 条件下保存, 待提取。

1.2.3 样品前处理

称取 5 g (精确至 0.01 g) 待测样品置于 50 mL 离心管中, 加入 20% (V/V) 甲醇水溶液 [含 1% (V/V) 甲酸] 5 mL、0.5 g 盐酸胍, 剧烈震荡 10 min, 于 10 000 r/min 离心 5 min (4 °C), 取上清液以 20% (V/V) 甲醇水溶液定容至 10 mL, 过 0.22 μm 滤膜于样品瓶中, 供仪器分析。

1.2.4 分析条件

色谱条件: Kinetex F5 液相色谱柱 (2.6 μm, 2.1 mm×100 mm); 柱温: 40 °C; 流动相 A: 0.3% (V/V) 甲酸水溶液; 流动相 B: 0.3% (V/V) 甲酸甲醇; 流量: 0.3 mL/min; 进样体积: 5 μL。梯度洗脱条件: 0.0~0.5 min, 95%A; 0.5~1.5 min, 95%~5% A; 1.5~2.5 min, 5% A; 2.5~2.6 min, 5%~95%

A; 2.6~4.5 min, 95% A。

质谱条件: 电喷雾电离 (ESI) 源, 正离子扫描模式; 离子源温度 650 °C; 离子化电压 (IS), 4 000 V; 气帘气 (CUR) 压力, 30.00 psi; 喷雾气 (GS1) 压力, 60.00 psi; 辅助加热气压力 (GS2), 65.00 psi; 多反应监测 (MRM) 模式。双胍三辛烷基苯磺酸盐残留的离子对参数: 母离子为 m/z 178.7, 定量和定性离子分别为 m/z 187.2 和 280.2, 碰撞能 (CE) 均为 22 V, 去簇电压 (DP) 均为 80 V。双胍三辛烷基苯磺酸盐标准溶液的多反应监测 (MRM) 色谱图见图 1。

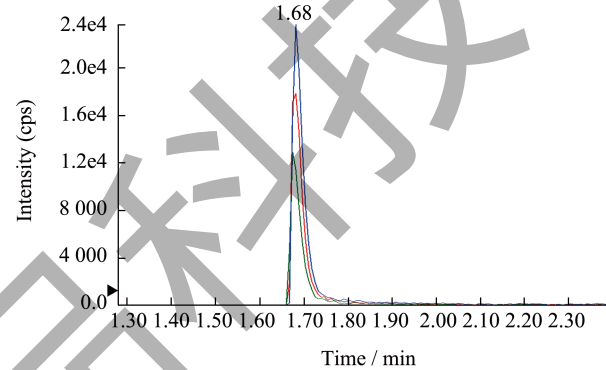


图 1 双胍三辛烷基苯磺酸盐标准溶液的多反应监测 (MRM) 色谱图

Fig.1 Multi-reaction monitoring (MRM) chromatogram of Iminoctadine tris (albesilate) standard solutions

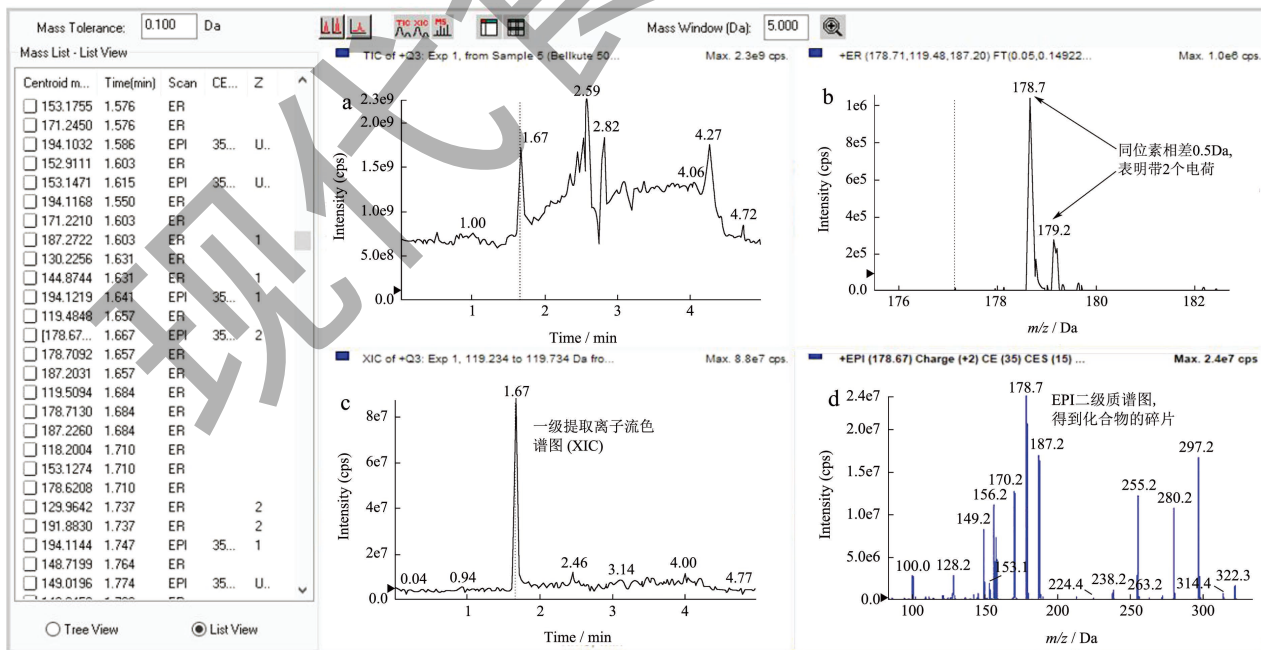


图 2 一针进样的数据展示

Fig.2 Display of data for one injection

2 结果与讨论

2.1 质谱条件的优化

2.1.1 母离子的确定

多电荷中心的化合物，在质谱中产生的质荷比比比较复杂，常规可以产生 $[M+H]^+$ ， $[M+2H]^{2+}$ ， $[M+3H]^{3+}$ ， $[M+Na]^+$ ， $[M+2Na]^{2+}$ ， $[M+H+Na]^{2+}$ 等，所以在寻找母离子的时候比较困难。可以使用反推的方法来寻找，用常规的0.1% (V/V) 甲酸甲醇溶液为流动相，色谱柱进样简单洗脱，进行全扫描，寻找目标物的出峰时间，在出峰的位置展开一级扫描图，从而得到目标物的质谱图，通过质谱图的质荷比来反推目标物的带电模式。然而当目标物带多电荷时，同位素间的质量差缩小，会导致质谱峰包裹在一起，不能区分。因此使用了QTRAP独有的增强分辨率扫描(ER)模式，为了一针进样一次性拿到一级质谱图和碎片(二级质谱图)，又使用了信息依赖采集(IDA)的复合采集模式：Q3 MS-ER-IDA-EPI，一针进样同时得到更优分辨率的一致质谱图和增强的二级质谱图。一针进样的数据展示，如图2所示。

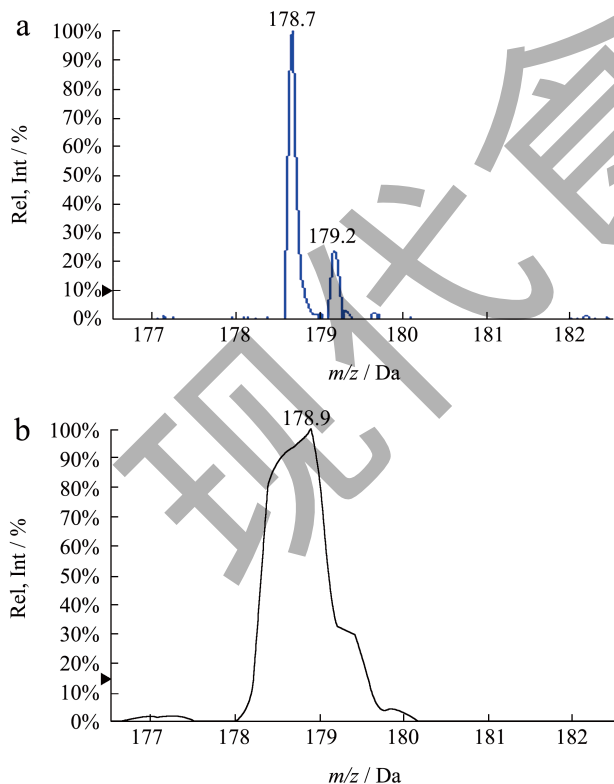


图3 带两个电荷的一级质谱图比较

Fig.3 Comparison of primary mass spectra with two charges

从图3可以看出，带两个电荷的一级质谱图进行比较，a图使用QTRAP的ER(增强分辨率扫描)

功能，可以看到 $[M+2H]^{2+}$ 峰 m/z 178.7，和其同位素峰 m/z 179.2，相差0.5 Da从而可以推断该化合物带两个电荷。从而可以推断该化合物带两个电荷。b图为常规扫描方式：只能将同位素峰包裹在一起，质量数不准确且无法判断电荷个数。

2.1.2 子离子的确定

一针进样的Q3 MS-ER-IDA-EPI方法在得到增强分辨率的一级质谱图的同时，得到178.7的二级质谱图。从中挑选碎片离子组成MRM离子对，并进行DP和CE的优化即可。从图4可以看出297.2、280.2、255.2、187.2、170.2，五个子离子均有响应丰度较好，通过实际样品验证，最终选择响应最好、干扰峰少的187.2和280.2为子离子。

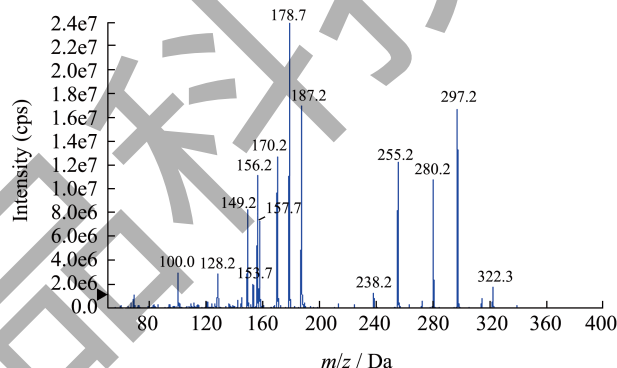


图4 双胍三辛烷基苯磺酸盐增强二级扫描质谱图

Fig.4 Enhanced secondary scanning mass spectrometry of Iminoctadine tirs (albesilate)

2.2 色谱条件的优化

2.2.1 色谱柱的选择

对三款色谱柱进行了尝试，从图5可以看出F5和BEH C18峰形相对RP C18较好，但F5的响应高于BEH C18，所以选择Kinetex F5色谱柱(2.6 μm, 2.1 mm×100 mm)。

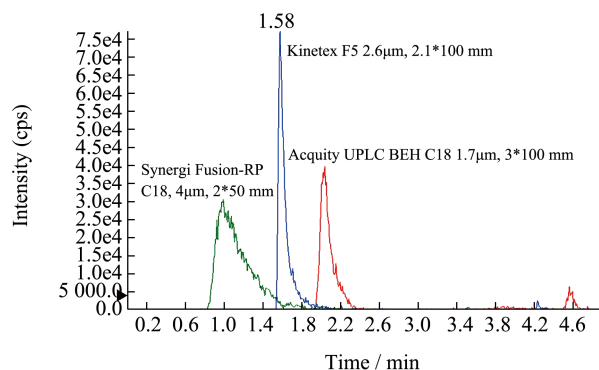


图5 色谱柱的选择

Fig.5 Selection of chromatographic columns

2.2.2 流动相的选择

流动相中加不同比例的甲酸 (FA) 进行优化, 从图 6 中发现酸比例越高, 峰形越好, 但达到 0.3% (V/V) 以后响应略有下降, 且峰形改善不明显, 因此为保护色谱柱和增加响应考虑, 选择酸浓度为 0.3% (V/V) FA。有机相可以看出用甲醇的响应和峰形都优于乙腈。

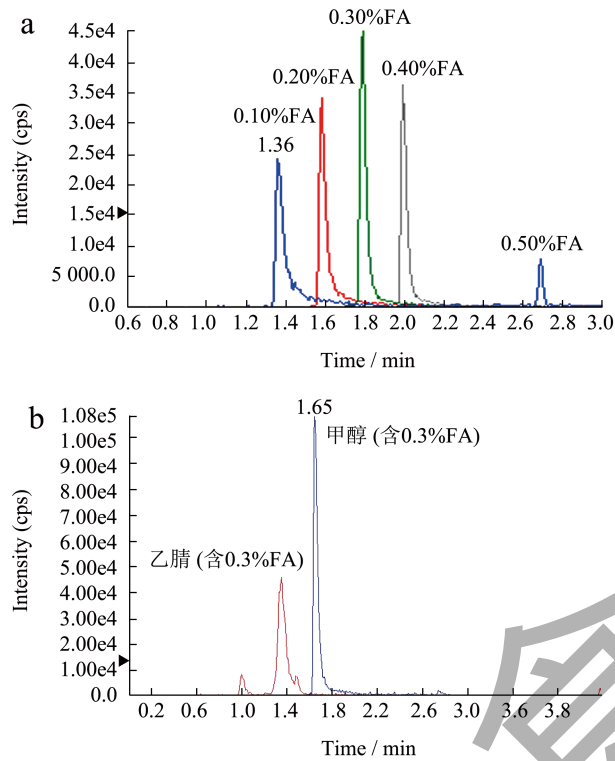


图 6 流动相的优化

Fig.6 Optimization of mobile phase

2.3 样品前处理条件优化

2.3.1 实验器具的选择

从图 7a 可以看出, 取含 5.0 $\mu\text{g/L}$ 目标物质溶液直接用玻璃器具盛放时, 随着时间推移, 响应急剧下降。同时放入聚丙烯材料的器具中, 响应基本稳定, 如图 7b 所示。因此, 可以证明玻璃对目标物有吸附现象。本方法均使用 PP 材料的实验器具, 避免玻璃材料对双胍三辛烷基苯磺酸盐的吸附。

2.3.2 提取条件的优化

参考文献^[13-16]的前处理方法, 通过表 1 可以看出直接提取法和 QuEChERS 法前处理简单, 但是低浓度的回收率和精密度较差, 可能未考虑样品对双胍三辛烷基苯磺酸盐吸附问题, 而使用 SPE 法回收率和精密度较好, 但是操作上更繁琐、实验成本更高, 难以满足大批量样品痕量检测定量要求。在此

基础上优化提取条件, 通过加入盐酸胍减少植物源性食品成分对测定的干扰, 达到最优的提取效率。

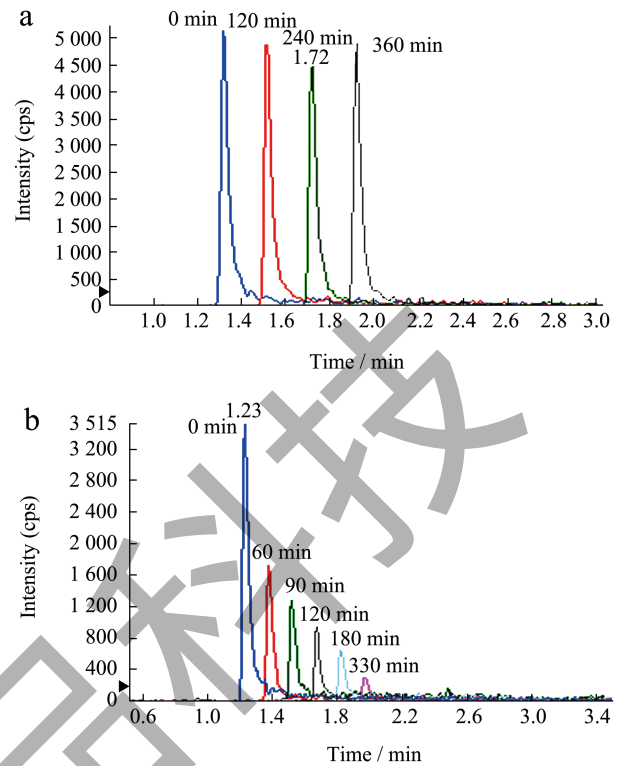


图 7 不同材质的器具目标物的响应趋势图

Fig.7 Response trend chart of target objects for instruments made of different materials

由于百可得的极性较强, 水溶性大, 呈碱性, 因此在萃取时使用酸化的水相提取溶液可以增强提取效率^[17]。分别选用 20% (V/V) 甲醇水溶液[含 1% (V/V) 甲酸]、20% (V/V) 乙腈水溶液[含 1% (V/V) 甲酸]、1% (V/V) 甲酸水溶液为提取液, 并分别进行加入与未加入 1 g 盐酸胍的对照实验。结果表明, 加入盐酸胍可以提高回收率, 采用 20% (V/V) 甲醇水溶液[含 1% (V/V) 甲酸]的回收率更好, 与 1% (V/V) 甲酸水溶液相比可以获得更澄清的提取液, 也能更好地匹配流动相体系, 因此, 后续采用含 1% (V/V) 甲酸的甲醇水溶液为提取体系, 并加入盐酸胍辅助提取。

称取 5 g 沃柑试样 (加标 50 $\mu\text{g/kg}$) 于 50 mL 离心管中, 分别以 10% (V/V)、20% (V/V)、30% (V/V)、50% (V/V)、75% (V/V) 的甲醇水溶液[含 1% (V/V) 甲酸]作为提取溶液, 并加入 1 g 盐酸胍进行提取, 当甲醇比例超过 20% 之后, 随着甲醇比例的增大, 目标化合物的回收率逐渐下降, 因此, 选择 20% 甲醇水溶液 (含 1% 甲酸) 作为提取溶液。采用 20% (V/V) 甲醇水溶液[含 1% (V/V)

甲酸]作为提取溶液,分别加入0.1、0.2、0.5、1.0、2.0 g 盐酸胍辅助提取,当盐酸胍添加量为0.5 g 时获得最佳回收率,随着盐酸胍添加量的增大,回收率逐步下降,因此,选择20% (V/V) 甲醇水溶液[含1% (V/V) 甲酸]、加入0.5 g 盐酸胍进行提取。考虑到果肉中含水量很高,在样品测定中将提取离心后的上清液全部取出,并用20% 甲醇水溶液稀释定容至10 mL,便于后续测定含量的计算。

表1 不同前处理方法的回收率和相对标准偏差
Table 1 Recoveries and relative standard deviations of different pretreatments (n=6)

前处理方法	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率 /%	相对标准偏差 RSD/%
直接提取法	2	23.5~81.3	41.1
	10	45.1~95.0	28.0
	50	60.2~111.8	25.2
QuEchERS 法	2	28.5~71.3	36.5
	10	43.5~86.2	27.4
	50	53.5~91.3	19.6
SPE 法	2	62.5~120.5	25.1
	10	67.2~105.0	16.6
	50	70.2~103.5	14.7

2.4 方法学考察

2.4.1 基质效应

选择 GB 2763-2021 中有双胍三辛烷基苯磺酸盐限量值的9种样品基质(柑、橘、橙、苹果、西瓜、葡萄、黄瓜、番茄、芦笋),参照文献^[18-21],评价其基质效应(ME)。发现双胍三辛烷基苯磺酸盐残留量在植物源性食品中存在不同程度的基质效应,除了西瓜、番茄、芦笋,其ME在 $\pm 20\%$ ~ $\pm 50\%$ 之间,存在中等基质效应,柑、橘、橙、苹果、葡萄和黄瓜ME在 $\pm 20\%$ 以内,为弱基质效应。

在质谱分析方法中,常用消除或补偿基质效应的方法是空白基质匹配标准曲线校正、优化前处理方法和仪器条件和使用同位素内标^[18-25]。为了增加方法的普适性,本方法采用基质匹配标准曲线以减少基质效应。

2.4.2 方法的线性范围与检出限

分别在柑、橘、橙、苹果、西瓜、葡萄、黄瓜、

番茄、芦笋空白基质中添加标准溶液0.1、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0和100.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。按照1.2实验方法进行分析,采用外标进行定量分析。分别向空白样品基质添加目标分析物,以3倍和10倍信噪比确定方法的检出限和定量限。通过表2可以看出不同植物源性食品均在0.1~100.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 质量浓度范围内线性关系良好,相关系数均大于0.998,方法检出限为0.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$,定量限2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

表2 植物源性食品的线性、方法检出限和定量限
Table 2 Linearity, LODs and LOQs of foods of plant origin

样品	回归方程	相关系数	检出限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	定量限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
柑	$y=3\ 720x+795$	0.999 2	0.6	2.0
橘	$y=3\ 660x+482$	0.998 8	0.6	2.0
橙	$y=3\ 820x+216$	0.999 7	0.6	2.0
苹果	$y=2\ 679x+475$	0.999 6	0.6	2.0
西瓜	$y=1\ 170x+111$	0.999 1	0.6	2.0
葡萄	$y=2\ 515x+388$	0.999 2	0.6	2.0
黄瓜	$y=2\ 870x+243$	0.999 2	0.6	2.0
番茄	$y=1\ 540x+442$	0.998 9	0.6	2.0
芦笋	$y=1\ 670x+723$	0.998 9	0.6	2.0

2.4.3 方法的回收率和精密度

分别以柑、橘、橙、苹果、西瓜、葡萄、黄瓜、番茄、芦笋为基质,添加2、10、50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 双胍三辛烷基苯磺酸盐,每个浓度水平平行测定6次,进行加标回收率实验和精密度实验,结果见表3。结果表明,加标回收率在75.2%~103.5%之间,RSD ($n=6$) < 15%,满足实验室质量控制规范的要求^[26]。

2.5 方法的实际应用

采用本方法对52批市售植物源性食品中的百可得进行检测,其中砂糖桔10批次,沃柑10批次,橙子10批次,苹果5批次,葡萄5批次,西瓜3批次,黄瓜3批次,番茄3批次,芦笋3批次。结果有1批次砂糖桔,3批次沃柑,1批次橙子,检出百可得,检出量为0.005~0.072 mg/kg ,远低于国家最大残留限量,但若按照欧盟的限量标准(0.05 mg/kg),则有1批次不合格,其余样品均未检出。说明百可得在柑橘类水果中使用较为普遍。

表3 不同添加水平的回收率和相对标准偏差
Table 3 Recoveries and relative standard deviations of different levels of addition ($n=6$)

样品	添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率 /%	相对标准偏差 RSD/%
柑	2	84.3	7.6
	10	98.2	4.5
	50	94.8	2.1
橘	2	82.1	10.4
	10	87.4	3.8
	50	90.3	2.3
橙	2	88.5	7.8
	10	92.0	3.6
	50	103.5	3.4
苹果	2	88.8	13.1
	10	90.5	3.6
	50	97.7	1.9
西瓜	2	76.6	12.9
	10	82.0	8.4
	50	96.1	3.3
葡萄	2	78.2	9.1
	10	99.4	7.2
	50	102.9	4.8
黄瓜	2	82.2	11.8
	10	87.1	5.9
	50	90.5	2.6
番茄	2	78.3	14.3
	10	86.0	5.5
	50	88.4	3.5
芦笋	2	75.2	11.1
	10	88.0	5.8
	50	92.4	4.0

3 结论

本研究以水果(柑、橘、橙、苹果、西瓜、葡萄)和蔬菜(黄瓜、番茄、芦笋)为试样,建立了超高效液相色谱质谱联用仪快速检测果蔬中百可得残留量的方法。该方法利用QTRAP独有的增强分辨率扫描(ER)模式,解决了带多电荷的化合物找母离子的困难,同时前处理添加盐酸胍,并使用聚丙烯材料的实验耗材,减少植物成分及实验耗材对百可得的吸附,灵敏度和重现性均较好,适用于植物源性食品中百可得残留量快速检测,具有操作简

单、灵敏度高、成本低等优势,适合于大批量植物源性食品中百可得残留量的日常筛查与确证。

参考文献

- [1] 于莉. 番茄灰霉病的克星——百可得[J]. 农村科学实验, 1999,4:21-22.
- [2] 郑文华, 卢清祥, 沈中良. 百可得——防治灰霉病的新药剂[J]. 新农业, 2000,3:39.
- [3] TANABE K, YOSHIOKA N, MASUI M. Control effect of iminoctadine tris-(Alkylbenzenesulfonate) on fungicide resistant botrytis cinerea [J]. Annals of the Phytopathological Society of Japan, 1995, 61: 214.
- [4] 孟华岳, 朱富伟, 廖林瀚, 等. 柑橘防腐保鲜剂使用与残留监管研究[J]. 农产品质量与安全, 2022,1:73-78.
- [5] 聂继云, 李静, 李海飞, 等. 我国水果防腐保鲜剂的使用及其检测方法[J]. 植物保护, 2007,6:26-30.
- [6] 罗义灿, 李今朝, 陆覃昱, 等. 复合保鲜剂对沃柑果实贮藏品质的影响[J]. 食品与机械, 2022,38(10):146-150,215.
- [7] GB 2763-2021 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量[S].
- [8] 吴珉, 李振, 胡秀卿, 苍涛. 高效液相色谱法测定番茄与土壤中双胍三辛烷基苯磺酸盐残留量[J]. 农药, 2006, 11:775-777.
- [9] 石守江, 樊东波, 葛宣宁. 固相萃取-液相色谱法测定柑橘中百可得残留量[J]. 浙江农业科学, 2012,3:392-394.
- [10] 贾明宏, 梁渡湘. HPLC测定双胍辛胺残留量的新方法(简报)[J]. 北京农业大学学报, 1991,17(2):36,42.
- [11] 贾明宏, 温贤芳, 梁渡湘. 双胍辛胺-安息香HPLC柱前反应检测新方法研究[J]. 核农学报, 1996,10(2):109-114.
- [12] 邹伟斌, 冯秀珍, 董如胜, 等. 高效液相定量分析双胍三辛烷基苯磺酸盐40%可湿性粉剂[J]. 农药科学与管理, 2012,33(1):35.
- [13] 崔宗岩, 葛娜, 杨志伟, 等. 植物源食品中双胍三辛烷基苯磺酸盐残留量的检测方法: 中国, 202110407215.5 [P]. 2021-06-18.
- [14] 李云飞, 杨玲春, 殷红, 等. 超高效液相色谱-四极杆/静电场轨道阱高分辨质谱快速筛查食品中3种杀菌剂[J]. 食品科技, 2018,43(12):336.
- [15] 秦富, 汪文龙, 司露露, 等. 固相萃取/液相色谱-串联质谱法测定水果蔬菜中双胍辛胺的残留量[J]. 分析测试学报, 2022,41(5):768-773.
- [16] 辛若竹, 丁梅, 李志远, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定水果蔬菜中双胍三辛烷基苯磺酸盐残留量[J]. 分析测试学报, 2023,42(11):1516-1521.
- [17] 黄何何, 吴媛, 徐敦明. 液相色谱-串联质谱法测定水果中8种极性农药残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(20):5333-5339.
- [18] 赵斌, 谭学蓉, 付瑜, 等. 基于QuEChERS的超高效液相色谱-串联质谱法快速测定果蔬中双酚类物质[J]. 分析化

- 学,2022,50(5):810-821.
- [19] 张续,杜鹏,杨艳伟,等.同位素稀释高效液相色谱串联质谱测定尿中肌酐[J].卫生研究,2018,47(3):471-475.
- [20] 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.
- [21] 张续,杜鹏,杨艳伟,等.同位素稀释高效液相色谱串联质谱测定尿中肌酐[J].卫生研究,2018,47(3):471-475.
- [22] 陈鹏.气质联用和液质联用中基质效应研究进展[J].天津药学,2020,32(4):67.
- [23] YANG P, CHANG J S, WONG J W, et al. Effect of sample dilution on matrix effects in pesticide analysis of several matrices by Liquid chromatography-high-resolution mass spectrometry [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2015, 63(21): 5169-5177.
- [24] 邱世婷,蒲凤琳,侯雪,等.超高效液相色谱-串联质谱法测定9种绿叶类蔬菜中36种农药多残留的基质效应[J].农药学学报,2018,20(5):661-667.
- [25] 李道霞,黄丽娟,辜慧,等.HPLC-MS/MS法检测动物源性食品中喹诺酮类药物的基质效应及其补偿措施研究[J].中国食品卫生杂志,2022,34(4):693-699.
- [26] GB/T 27404-2008,实验室质量控制规范 食品理化检测[S].