

# QuEChERS-液相色谱-串联质谱法测定南瓜中噻虫胺和氟啶虫胺胍的残留量

杨晋青, 俞所银, 葛宇\*

(上海市质量监督检验技术研究院, 上海 200233)

**摘要:** 该研究建立了 QuEChERS-液相色谱-串联质谱法同时测定南瓜中噻虫胺和氟啶虫胺胍残留量的分析方法。样品中的噻虫胺和氟啶虫胺胍经乙腈均质提取和基质分散萃取法净化, 净化后的样液经 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后, 采用液相色谱-串联质谱法测定。采用 C18 色谱柱分离, 电喷雾离子化、正离子扫描方式和动态多反应监测模式检测, 基质匹配标准溶液外标法定量。噻虫胺在 2.5~100  $\mu\text{g/L}$  (氟啶虫胺胍在 0.5~20  $\mu\text{g/L}$ ) 的范围内线性关系良好, 相关系数分别为 0.9994 和 0.9988。噻虫胺在 5、10 和 50  $\mu\text{g/kg}$  (氟啶虫胺胍在 1、2 和 10  $\mu\text{g/kg}$ ) 的 3 个添加水平的平均回收率在 88.5%~111.2% 之间, 相对标准偏差 (RSD,  $n=6$ ) 在 1.12%~6.92%。噻虫胺和氟啶虫胺胍的方法定量限分别为 1.0  $\mu\text{g/kg}$  和 5.0  $\mu\text{g/kg}$ 。该方法快速简便、灵敏度高、重现性好, 可满足南瓜中噻虫胺和氟啶虫胺胍的残留检测要求。

**关键词:** QuEChERS; 液相色谱-串联质谱法; 氟啶虫胺胍; 噻虫胺; 南瓜; 残留

文章编号: 1673-9078(2021)09-319-324

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2021.9.1224

## Determination of Clothianidin and Sulfoxaflor Residues in Pumpkin by QuEChERS-liquid Chromatography-tandem Mass Spectrometry

YANG Jin-qing, YU Suo-yin, GE Yu\*

(Shanghai Institute of Quality Inspection and Technical Research, Shanghai 200233, China)

**Abstract:** A QuEChERS-liquid chromatography-tandem mass spectrometry method was established for the simultaneous determination of clothianidin and sulfoxaflor residues in pumpkin. The clothianidin and sulfoxaflor were extracted with acetonitrile from the samples subjected to homogenization, purified by the matrix solid-phase dispersion method, filtered through a 0.22  $\mu\text{m}$  filter membrane and analyzed by LC-MS/MS. The detection was performed after separation using a C18 chromatographic column, electrospray ionization, positive ion scanning mode and dynamic multi-reaction monitoring mode, and quantification was conducted by the matrix-matched external standard calibration. A linear relationship was found within the range of 2.5~100  $\mu\text{g/L}$  for clothianidin and 0.5~20  $\mu\text{g/L}$  for sulfoxaflor, with their correlation coefficients as 0.9994 and 0.9988, respectively. The average recoveries were 88.5%~111.2% at the three spiking levels of 5, 10 and 50  $\mu\text{g/kg}$  for clothianidin, and 1, 2 and 10  $\mu\text{g/kg}$  for sulfoxaflor, with the relative standard deviations in the range of 1.12%~6.92%. The limits of quantification (LOQs) were 1.0 and 5.0  $\mu\text{g/kg}$  for clothianidin and sulfoxaflor respectively. The method is rapid, simple, sensitive, and reproducible, and can meet the requirements for the determination of clothianidin and sulfoxaflor residues in pumpkin.

**Key words:** QuEChERS; LC-MS/MS; sulfoxaflor; clothianidin; pumpkin; residues

引文格式:

杨晋青, 俞所银, 葛宇. QuEChERS-液相色谱-串联质谱法测定南瓜中噻虫胺和氟啶虫胺胍的残留量[J]. 现代食品科技, 2021, 37(9): 319-324

YANG Jin-qing, YU Suo-yin, GE Yu. Determination of clothianidin and sulfoxaflor residues in pumpkin by QuEChERS-liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Modern Food Science and Technology, 2021, 37(9): 319-324

收稿日期: 2020-12-31

基金项目: 上海市食品质量安全检测与评价专业技术服务平台(18DZ2292400)

作者简介: 杨晋青 (1983-), 男, 工程师, 研究方向: 食品化妆品质量检测与分析, E-mail: yjq801@163.com

通讯作者: 葛宇 (1971-), 女, 博士, 教授级高工, 研究方向: 食品化妆品检测技术与质量管理, E-mail: geyu@sqi.org.cn

噻虫胺和氟啶虫胺胍是新型烟碱类广谱杀虫剂,主要通过激活烟碱型乙酰胆碱受体,作用于昆虫的神经系统而表现出杀虫活性<sup>[1,2]</sup>。由于作用机制新颖、应用方式多样化、防效优良,高效、快速并且残效期长,能有效防治对烟碱类、菊酯类,有机磷类和氨基甲酸酯类农药产生抗性的吸汁类害虫,故常被用于瓜果类蔬菜的害虫防治,是害虫综合防治优选药剂。但不科学合理使用的现象比比皆是,如为达到短期防效盲目加大施药量,施药后没有达到安全采收间隔期采收上市等,因此,农产品中农药残留含量超标现象时有发生。GB 2763-2019《食品安全国家标准食品中农药最大残留限量》中规定了氟啶虫胺胍在瓜类蔬菜中的最大残留限量(MRLs)为0.5 mg/kg、尚未制定噻虫胺在瓜类蔬菜中的最大残留限量<sup>[3]</sup>。

目前噻虫胺和氟啶虫胺胍的检测技术方面主要集中在液相色谱、气相色谱和液质联用方面<sup>[4-7]</sup>。前处理技术主要包括乙腈匀浆提取-固相萃取柱净化和乙腈匀浆提取-基质分散萃取。现行国家标准 GB/T 20769-2008《水果和蔬菜中450种农药及相关化学品残留量的测定液相色谱-串联质谱法》包括了噻虫胺,但不包括氟啶虫胺胍;而且前处理方法需要匀浆提取、旋转浓缩、固相萃取柱净化、再次旋转浓缩和氮气吹干等多个步骤,存在过程复杂且耗时较长、结果重现性差和方法回收率低等问题,不利于大批量样品的高效检测。利用简单的样品前处理方法和成本较低的检测手段获得结果准确度高、数据重现性好和灵敏度高的检测结果是当前农药残留研究者的共同追求。“QuEChERS”方法作为一种基质分散固相萃取净化技术,由于具有快速,简单,经济,有效,稳定,安全的特点,正越来越普遍用于食品和农产品中的农药多残留分析<sup>[8,9]</sup>。

南瓜含有大量的糖类物质,另外还含有丰富的甾类及酚类化合物,样品组成较为复杂。现尚未见同时检测南瓜中噻虫胺和氟啶虫胺胍的方法报道。为了有效监控南瓜中噻虫胺和氟啶虫胺胍两种农药残留的情况,研究建立高效准确、同时测定噻虫胺和氟啶虫胺胍农药残留的检测方法,对于保障食品安全、进行农药安全性评价具有重要意义。本研究采用“QuEChERS”前处理技术,乙腈作为提取试剂,结合灵敏度高、分析时间短的LC-MS/MS分析检测手段,在选择比较不同“QuEChERS”净化包的基础上,优化并建立了噻虫胺和氟啶虫胺胍在南瓜中的残留分析方法,为噻虫胺和氟啶虫胺胍在南瓜上的残留检测提供方法参考。

## 1 材料与方 法

### 1.1 材料与仪器

#### 1.1.1 材料与试剂

乙腈,甲酸均为色谱纯;氯化钠(分析纯),国药集团化学试剂有限公司;水为符合GB/T 6682规定的一级水,Milli-Q Synthesis超纯水系统(密理博公司)制备。cleanert 萃取盐包(内含6 g无水硫酸镁(MgSO<sub>4</sub>)、1.5 g醋酸钠(NaAc)),天津博纳艾杰尔有限公司;QuEChERS分散固相萃取管A(15 mL离心管中装150 mg乙二胺-N-丙基硅烷(primary secondary amine, PSA)、900 mg MgSO<sub>4</sub>)、QuEChERS分散固相萃取管B(15 mL离心管中装400 mg PSA、400 mg十八烷基键合相硅胶(C18)、1200 mg MgSO<sub>4</sub>),美国Agilent公司;QuEChERS分散固相萃取管C(2 mL离心管中装50 mg PSA、100 mg C18、100 mg MgSO<sub>4</sub>),天津博纳艾杰尔有限公司;Carbon/NH<sub>2</sub>固相萃取小柱D(500 mg, 6 mL),美国Agilent公司。

标准储备溶液噻虫胺(纯度≥98.0%, 100 μg/mL)、氟啶虫胺胍(纯度≥98.0%, 100 μg/mL),天津阿尔塔科技有限公司。

混合标准溶液的配制取适量100 μg/mL噻虫胺储备液和100 μg/mL氟啶虫胺胍储备液,用乙腈配制成质量浓度为0.2 μg/mL氟啶虫胺胍和1 μg/mL噻虫胺的混合标准溶液。

标准工作曲线溶液的配制精确吸取一定量的混合标准溶液,用乙腈稀释成标准工作曲线溶液,使噻虫胺的浓度2.5、5、10、20、50、100 μg/L;氟啶虫胺胍的浓度为0.5、1、2、5、10、20 μg/L。

基质匹配工作曲线溶液的配制:取空白样品按样品前处理过程进行处理,得到空白基质提取净化液,用该基质溶液稀释混合标准溶液,配制成适当质量浓度的标准工作液,用于LC-MS/MS定量分析。

#### 1.1.2 仪器与设备

高效液相色谱仪,日本岛津公司LC-20AD;三重四级杆串联质谱仪,美国AB SCIEX 4000;其他设备包括超声仪,上海科导超声仪器有限公司;多样品氮吹浓缩仪,美国ATR公司;旋转蒸发器,德国Heidolph公司;Vortex-Genie 2涡旋振荡器,美国Scientific Industries公司;离心机,德国Heidolph公司;0.22 μm有机相滤膜, Dikma公司。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 色谱条件

色谱柱 Waters ACQUITY UPLC®BEH C18 (2.1

mm×100 mm, 1.7 μm), 柱温: 35 °C; 进样体积: 2 μL; 流动相为 0.1%甲酸水溶液和乙腈, 梯度淋洗条件列于表 1。

表1 梯度洗脱表

Table 1 Gradient profile

时间/min	流速/(mL/min)	A% (含0.1%甲酸水溶液)	B% (乙腈)
0.0	0.30	95	5
5.0	0.30	20	80
7.0	0.30	20	80
7.1	0.30	95	5
10.0	0.30	95	5

### 1.2.2 质谱条件

离子源: ESI; 电喷雾电压: +4000 V; 雾化气压

力: 60 psi; 辅助加热气压力: 60 psi; 气帘气压力: 20 psi; 离子源温度: 400 °C; 检测方式: 多反应监测 (MRM); 噻虫胺和氟啶虫胺腈的定性定量离子对、碰撞能量等质谱分析参数见表 2, MRM 色谱图见图 1。

### 1.2.3 样品处理方法

将农场生产的南瓜, 去柄粉碎并混合均匀, 准确称取 15 g (精确至 0.01 g), 置于 50 mL 离心管中, 准确加入 15 mL 乙腈, 以 10000 r/min 均质提取 1 min, 加入 6 g 无水 MgSO<sub>4</sub>、1.5 g NaAc, 立即涡旋混匀后, 以 9000 r/min 离心 1 min。吸取 5.0 mL 上层有机相转移至装有 150 mg PSA 和 900 mg 无水 MgSO<sub>4</sub> 粉末的离心管中, 加入后立即将其涡旋混匀 2 min, 9 000 r/min 离心 1 min, 取上清液过 0.22 μm 滤膜于进样小瓶中, 待 LC-MS/MS 测定。

表 2 噻虫胺和氟啶虫胺腈的质谱分析参数

Table 2 Parameters of mass spectra of clothianidin and sulfoxaflor

化合物	离子对( <i>m/z</i> )	去簇电压 DP/V	碰撞能量 CE/eV	扫描方式
氟啶虫胺腈	278.1/174.0 <sup>a</sup>	70	4	+
	278.1/153.9		30	
噻虫胺	250.0/131.6 <sup>a</sup>	36	22	+
	250.0/111.1		24	

### 1.2.4 数据处理

采用 AB Sciex 公司的 Analyst 1.5.2 软件进行数据采集; 采用 Excel 和 Origin 软件进行数据统计分析计算。

## 2 结果与分析

### 2.1 仪器条件的确立

#### 2.1.1 质谱条件的优化

本方法采用 ESI 源和多反应监测模式对噻虫胺和氟啶虫胺腈目标化合物进行分析。采用 1 mg/L 的待测化合物的标准溶液以流动注射的方式分别注入离子源, 分别用 ESI 正离子和负离子模式进行全扫描模式, 扫描后发现噻虫胺和氟啶虫胺腈在 ESI 正离子模式下响应更高, 因此选择采用正离子扫描在此模式下确定了噻虫胺和氟啶虫胺腈母离子分别为 *m/z* 278.1 和 250.0。通过优化离子化电压、雾化气压力、辅助气压力和去簇电压使母离子丰度及稳定性最佳, 从中选出丰度最高的去簇电压作为最佳去簇电压; 然后在 Product 模式下, 扫描确定母离子产生的响应最高的 2 个子离子作为定量离子和定性离子。然后在 MRM 模式下, 分别对不同母离子产生的子离子的碰撞能量进行优化, 从中选出丰度最高的碰撞能量作为最佳碰撞能量, 建立 MRM 采集模式。图 1 和图 2 分别为噻虫

胺和氟啶虫胺腈 MRM 色谱图和碰撞诱导解离质谱图。

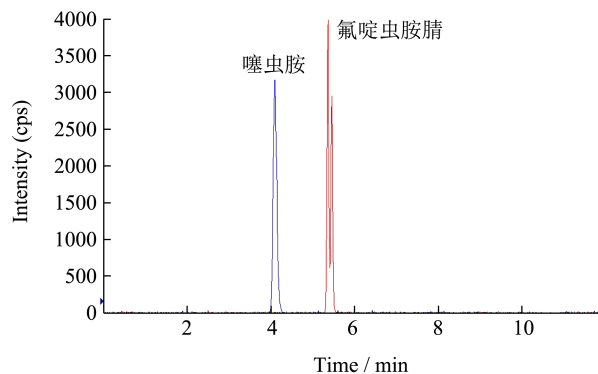


图 1 噻虫胺和氟啶虫胺腈标准溶液的 MRM 图

Fig.1 MRM of clothianidin and sulfoxaflor standard solutions

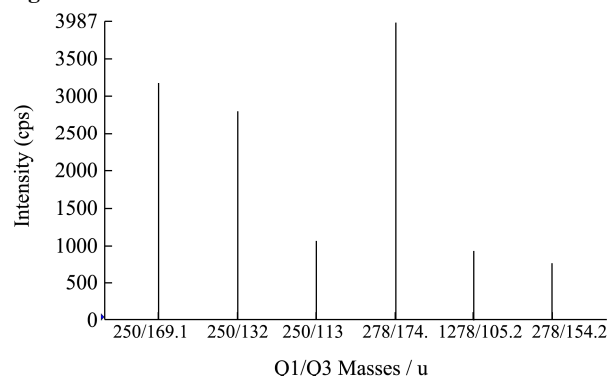


图 2 噻虫胺和氟啶虫胺腈标准溶液的碰撞诱导解离质谱图

Fig.2 CID of clothianidin and sulfoxaflor standard solutions

### 2.1.2 色谱柱和流动相选择

试验发现, 采用 Waters ACQUITY UPLC®BEH C18 (2.1 mm×100 mm, 1.7 μm) 色谱柱, 比较了乙腈和甲醇作为有机流动相的色谱分离情况, 当甲醇作为有机流动相时, 氟啶虫胺腈响应值会大大降低。水相流动相中加入了 0.1%甲酸溶液后, 改善了质谱的离子化效果, 从而大大提高了质谱检测的灵敏度, 因此最终选择乙腈和含 0.1%甲酸水溶液为流动相按照 2.2.1 色谱条件进行梯度洗脱试验。在柱温为 35 °C, 流动相流速为 0.3 mL/min, 进样量为 2 μL 的条件下, 可获得南瓜样品基质中噻虫胺和氟啶虫胺腈稳定、良好的分离效果。并且比较了几个公司生产的色谱柱, 结果显示, 采用 Waters ACQUITY UPLC®BEH C18 (2.1 mm×100 mm, 1.7 μm) 色谱柱分析时, 待测农药保留时间以及峰形均比较理想。因此, 选择该柱作为液相色谱分离柱。图 1 为采用上述色谱检测条件对样品的检测结果。由图 1 可以看出: 噻虫胺和氟啶虫胺腈标准样品的出峰时间分别为 4.07 min 和 5.45 min, 峰形良好, 且与南瓜样品基质无干扰。

## 2.2 样品前处理条件的确定

### 2.2.1 提取溶剂的选择

本研究采用 QuEChERS 技术进行了样品的提取, 为了促使加入的乙腈提取液和水相分层, 加入 1.5 g 无水醋酸钠和 6 g 无水硫酸钠粉末包除去提取液中的水分含量, 保证提取充分, 提高提取效率。分别比较了乙腈和 1%乙酸乙腈溶液作为提取试剂时对含有噻虫胺和氟啶虫胺腈的加标样品的提取实验, 结果如图 3 所示。实验结果表明, 噻虫胺的平均回收率分别为 87.1%和 85.7%, 氟啶虫胺腈的平均回收率分别为 95.2%和 93.0%。乙腈的提取效率相对较高, 可能由于乙腈提取时干扰杂质较少而回收率偏高, 故选用乙腈作为提取溶剂。

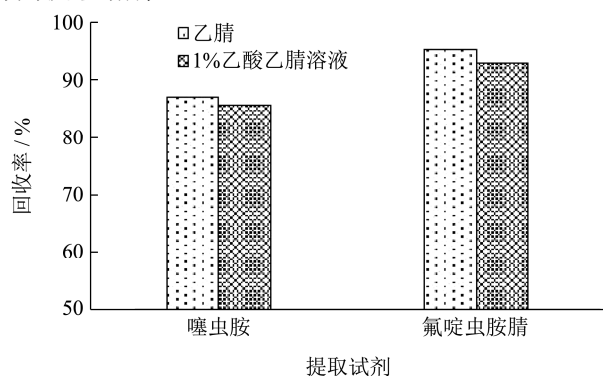


图 3 不同提取试剂的回收率

Fig.3 Recoveries of clothianidin and sulfoxaflor by different extraction reagents

### 2.2.2 提取时间的确定

本实验比较了超声辅助提取对噻虫胺和氟啶虫胺腈回收率的影响。以南瓜空白样品为基质, 噻虫胺和氟啶虫胺腈加标浓度分别为 10 μg/kg 和 2 μg/kg。固定其它前处理条件, 比较样品超声时间分别为 5、10、15、20 min 的回收率, 结果见图 4。实验结果表明, 超声提取 10 min 时回收率最高, 且随超声时间增加回收率反而降低, 可能是因为随着提取时间的延长, 杂质成分也被进一步提取出来, 影响目标物的离子化效率导致回收率反而降低。所以, 综合以上因素考虑, 本方法采用超声 10 min 作为辅助提取方法。

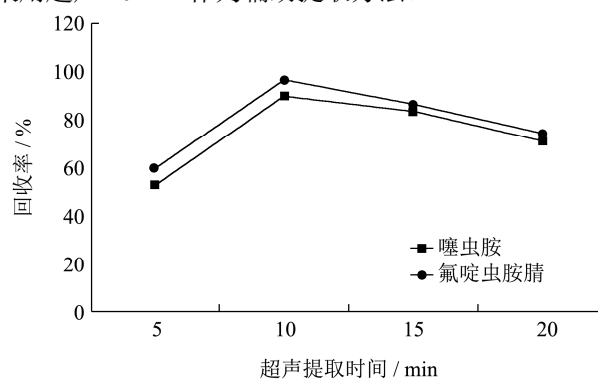


图 4 不同超声提取时间的回收率

Fig.4 Recoveries of clothianidin and sulfoxaflor by different extraction times

### 2.2.3 基质分散净化剂的选择

表 3 经不同种类净化剂处理后的回收率

Table 3 Recoveries of clothianidin and sulfoxaflor by different types of purifiers

化合物名称	经不同种类净化剂处理后的回收率/%			
	萃取管 A	萃取管 B	萃取管 C	萃取小柱 D
噻虫胺	89.4	83.7	68.8	22.5
氟啶虫胺腈	98.0	86.3	60.2	39.4

本实验比较了 QuEChERS 不同种类净化剂对噻虫胺和氟啶虫胺腈回收率的影响。将噻虫胺 (浓度为 10 μg/L) 和氟啶虫胺腈 (浓度为 2 μg/L) 南瓜基质混合标准溶液, 经装有不同种类净化剂的 3 种 QuEChERS 分散固相萃取管和 1 种固相萃取小柱 (具体成分见 1.1 节) 进行净化处理, 处理后的回收率结果见表 2。实验结果表明, 不同净化剂对噻虫胺的回收率分别为 89.4%、83.7%、68.8%和 22.5%, 对氟啶虫胺腈的回收率分别为 98.0%、86.3%、60.2%和 39.4%。萃取管 A 的提取回收率最高; 萃取管 B、C 和萃取小柱 D 提取回收率相对较低。由于萃取管 B 和 C 中均含有 C18 吸附剂, 在除去杂质的同时可能对目标物有不同程度的吸附导致回收率偏低; 萃取小柱 D 由于操作相对复杂, 并且受到洗脱次数的限制导致回收率较低; 最终采用移取 5 mL 提取液到含有 150 mg PSA 和 900 mg MgSO<sub>4</sub> 的固

相萃取管 A 来去除提取液中的杂质成分, 从而起到净化除杂降低基质干扰的效果。

### 2.3 线性范围和基质效应

将 2.2 节中配制的系列标准工作溶液, 在优化的色谱条件和质谱条件下进行测定, 以峰面积为纵坐标 (y), 质量浓度为横坐标 (x) 绘制校准曲线, 按公式 (1) 计算基质效应 (ME), 噻虫胺和氟啶虫胺腈的溶剂标准工作曲线溶液 (2.1.1) 和南瓜基质匹配工作曲线溶

液 (2.1.1) 的线性方程见表 4。噻虫胺在 2.5~100  $\mu\text{g/L}$  之间, 氟啶虫胺腈在 0.5~20  $\mu\text{g/L}$  之间的范围内线性关系良好, 相关系数均大于 0.995。并且均存在明显的基质抑制效应。

$$ME/\% = \left(\frac{S_m}{S_s} - 1\right) \times 10 \quad (1)$$

其中,  $S_m$  和  $S_s$  分别表示基质匹配标准曲线和溶剂标准曲线的斜率。当  $ME > 0$  时, 说明为基质增强效应;  $ME < 0$ , 说明为基质抑制效应<sup>[10]</sup>。

表4 噻虫胺和氟啶虫胺腈的线性范围、线性回归方程、相关系数、基质效应、检出限和定量限

Table 4 Linear ranges, linear regression equations, correlation coefficients, matrix effect, limits of detection (LODs) and limit of quantitation (LOQs) for clothianidin and sulfoxaflor

化合物名称	线性范围/ $(\mu\text{g/L})$	基质	线性回归方程	相关系数	基质效应/%	检出限/ $(\mu\text{g/kg})$	定量限/ $(\mu\text{g/kg})$
噻虫胺	2.5~100	乙腈	$Y=2712X+5560$	0.9964	-	-	-
		南瓜	$Y=1787X-152$	0.9994	-34	2.5	5.0
氟啶虫胺腈	0.5~20	乙腈	$Y=1138X+710$	0.9968	-	-	-
		南瓜	$Y=934X-0.128$	0.9988	-18	0.5	1.0

### 2.4 方法的检出限和定量限

取一定浓度的空白样品基质加标溶液在优化的色谱条件和质谱条件下进行测定, 按信噪比为 3 计算方法检出限, 按信噪比为 10 计算方法定量限, 结果见表 4。噻虫胺和氟啶虫胺腈在南瓜基质中的检出限分别为 2.5 和 0.5  $\mu\text{g/kg}$ , 定量限分别为 5.0 和 1.0  $\mu\text{g/kg}$ 。

### 2.5 方法的回收率和精密度

表 5 噻虫胺和氟啶虫胺腈在三个添加水平下的平均回收率及其 RSD 值

Table 5 Average recoveries and RSDs of clothianidin and sulfoxaflor under three addition levels (n=6)

化合物名称	添加水平/ $(\mu\text{g/kg})$	平均回收率/%	RSD/%
噻虫胺	5	111.20	6.92
	10	88.50	5.01
	50	93.70	2.83
氟啶虫胺腈	1	101.20	3.86
	2	89.90	1.12
	10	92.80	1.56

在不含噻虫胺和氟啶虫胺腈的阴性南瓜样品中添加 3 个水平 (定量限的 1 倍、2 倍和 10 倍) 的混合标准溶液, 添加 30 min 后按上述样品处理步骤进行残留量测定, 将测定质量浓度与理论添加质量浓度进行比较, 得到添加回收率, 每个添加水平平行测定 6 次, 得其相对标准偏差 (RSD), 测定结果见表 5。由表 5 可以看出, 噻虫胺和氟啶虫胺腈在南瓜中添加平均回收率在 88.5%~111.2% 之间, 相对标准偏差在 1.12%~

6.92% 之间, 说明本方法的回收率较高、重复性好。

### 2.6 实际样品检测结果

按照本方法对农场生产的 50 批次南瓜样品进行噻虫胺和氟啶虫胺腈检测, 均未检出噻虫胺和氟啶虫胺腈。

## 3 结论

本实验在优化样品前处理条件和仪器条件的基础上, 建立了 QuEChERS 结合 LC-MS/MS 测定南瓜中噻虫胺和氟啶虫胺腈残留量的检测方法。样品经乙腈均质提取和基质分散萃取法净化后, 净化后的样液经 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后, 采用液相色谱-串联质谱法测定。采用 Waters ACQUITY UPLC@BEH C18 (2.1 mm $\times$ 100 mm, 1.7  $\mu\text{m}$ ) 色谱柱分离, 电喷雾离子化、正离子扫描方式和动态多反应监测模式检测, 基质匹配标准溶液外标法定量。噻虫胺在 2.5~100  $\mu\text{g/L}$  (氟啶虫胺腈在 0.5~20  $\mu\text{g/L}$ ) 的范围内线性关系良好, 相关系数分别为 0.9994 和 0.9988。噻虫胺在 5、10 和 50  $\mu\text{g/kg}$  (氟啶虫胺腈在 1、2 和 10  $\mu\text{g/kg}$ ) 的 3 个添加水平的平均回收率在 88.5%~111.2% 之间, 相对标准偏差在 1.12%~6.92%。噻虫胺和氟啶虫胺腈的方法定量限分别为 1.0  $\mu\text{g/kg}$  和 5.0  $\mu\text{g/kg}$ 。该方法快速简便、灵敏度高、重现性好, 符合 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范食品理化检测》的方法技术要求, 可应用于实际南瓜样品中噻虫胺和氟啶虫胺腈残留量的检测分析。

### 参考文献

- [1] 于福强,黄耀师,于春春,等.新颖杀虫剂氟啶虫胺腈[J].农药, 2013,52(10):753-755  
YU Fu-qiang, HUANG Yao-shi, YU Chun-rui, et al. A novel insecticides sulfoxaflor [J]. Agrochemicals, 2013, 52(10): 753-755
- [2] 张鹏,金芬,杨莉莉,等.噻虫胺在番茄和土壤中的残留及消解动态[J].农药学报,2016,18(4):490-496  
ZHANG Peng, JIN Fen, YANG Li-li, et al. Residues and digestion dynamics of clothianidin in tomato and soil [J]. Acta Pesticide Science, 2016, 18(4): 490-496
- [3] 国家卫生健康委员会.GB 2763-2019食品安全国家标准食品中农药最大残留限量[S]  
National Health Commission. GB 2763-2019 National Food Safety Standard Maximum Residue Limits of Pesticides in Food [S]
- [4] 中国国家标准化管理委员会.GB/T 20769-2008水果和蔬菜中450种农药及相关化学品残留量的测定液相色谱-串联质谱法[S]  
China National Standardization Administration. GB/T 20769-2008 Determination of 450 pesticides and related chemical residues in fruits and vegetables by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [S]
- [5] 崔淑华,李正义,程刚,等.超高效液相色谱-串联质谱法测定果蔬中氟啶虫胺腈、Pyriproxyfen和螺虫乙酯残留量[J].食品科学,2018,39(8):302-308  
CUI Shu-hua, LI Zheng-yi, CHENG Gang, et al. Determination of sulfoxaflor, pyriproxyfen and spirotetramat residues in fruits and vegetables by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Science, 2018, 39(8): 302-308
- [6] 黄庆,欧晓明,陈力华,等.气相色谱法测定柑橘与土壤中氟啶虫胺腈的残留量[J].光谱实验室,2013,30(2):985-990  
HUANG Qing, OU Xiao-ming, CHEN Li-hua, et al. Determination of sulfoxaflor residues in citrus and soil by gas chromatography [J]. Spectroscopy Laboratory, 2013, 30(2): 985-990
- [7] 吴琼,王明月,吕岱竹,等.超高效液相色谱-串联四级杆质谱联用法测定甘蔗中噻虫胺的残留[J].热带作物学报,2018,39(11):2279-2282  
WU Qiong, WANG Ming-yue, LYU Dai-zhu, et al. Determination of clothianidin residues in sugarcane by ultra performance liquid chromatography-tandem quadrupole mass spectrometry [J]. Journal of Tropical Crops, 2018, 39(11): 2279-2282
- [8] 杨东冬,丛路静,田明明,等.分子印迹固相萃取-液相色谱联用法测定3种新烟碱类农药的残留[J].分析化学,2014,42:872-877  
YANG Dong-dong, CONG Lu-jing, TIAN Ming-ming, et al. Determination of the residues of three neonicotinoid pesticides by molecularly imprinted solid phase extraction and liquid chromatography [J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2014, 42: 872-877
- [9] 刘炎,欧阳迪庆,叶玉凤,等.QuEChERS结合超高效液相色谱-串联质谱法同时测定番茄中噻虫嗪、噻虫胺、螺虫乙酯及其代谢物残留[J].分析测试学报,2017,36(12):1431-1438  
LIU Yan, OUYANG Di-qing, YE Yu-feng, et al. Simultaneous determination of thiamethoxam, clothianidin, spirotetramat and their metabolite residues in tomato by QuEChERS combined with ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Analysis and Testing Journal, 2017, 36(12): 1431-1438
- [10] 刘进玺,秦珊珊,冯书惠,等.高效液相色谱-串联质谱法测定食用菌中农药多残留的基质效应[J].食品科学,2016,37(18):171-177  
LIU Jin-xi, QIN Shan-shan, FENG Shu-hui, et al. Determination of the matrix effect of pesticide residues in edible fungi by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Science, 2016, 37(18): 171-177

---

(上接第 154 页)

- [28] 谢小雷.牛肉干中红外-热风组合干燥特性研究[D].北京:中国农业科学院,2015,29-30  
XIE Xiao-lei. Study on the drying characteristics of beef jerky dried with combined with min-infrared and hot-air [D]. Beijing: Chinese Academy of Agricultural Sciences, 2015, 29-30
- [29] 李潮锐,刘青,杨培强,等.鲜花生的低场核磁共振横向弛豫分析[J].中山大学学报(自然科学版),2014,53(2):1-5  
LI Chao-rui, LIU Qing, YANG Pei-qiang, et al. Low-field NMR transverse relaxation spectrum of peanut [J]. Acta Scientiarum Naturalium Universitatis Sunyatseni, 2014, 53(2): 1-5