DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20260331006
引用格式: 王飞, 王利强, 杨丽. QuEChERS-液相色谱-串联质谱法检测多种植物源性食品中氰氟草酯及其代谢物残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(15): 83–90.
Wang Fei, Wang Liqiang, Yang Li. Determination of cyhalofop-butyl and its metabolites residues in foods of plant origin by QuEChERS-liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(15): 83–90. (in Chinese with English abstract).

QuEChERS-液相色谱-串联质谱法检测多种植物源性食品中氰氟草酯及其代谢物残留

王 飞[1*], 王利强[1], 杨 丽[2]
(1. 天津海关动植物与食品检测中心, 天津 300457; 2. 阿拉山口海关技术中心, 阿拉山口 833418)

摘 要: 目的 建立一种基于 QuEChERS-液相色谱-串联质谱法测定多种植物源性食品中氰氟草酯及其主要代谢物氰氟草酸残留量的方法。**方法** 样品经含 1%甲酸的乙腈溶液提取, 采用改良 QuEChERS 法进行净化, 质谱检测采用电喷雾离子源, 在正负离子切换的多反应监测模式下同时采集数据。**结果** 在优化条件下, 氰氟草酸的定量限可达 0.01 mg/kg, 氰氟草酯的定量限可达 0.02 mg/kg。两种目标物在 0.05~2.00 mg/L 的质量浓度范围内线性关系良好, 决定系数(r^2)均大于 0.99。在糙米、小麦、大豆、花生、苹果、桃、番茄、黄瓜、菠菜、茶叶 10 种植物源性基质 3 个添加水平的平均回收率为 68.7%~106.7%, 相对标准偏差为 0.6%~14.3%。**结论** 该方法前处理简单, 准确度与精密度均符合残留分析要求, 能有效克服复杂基质的干扰, 满足对植物源性食品中氰氟草酯及其代谢物氰氟草酸的同时确证及定量要求, 适用于大批量植物源性食品中氰氟草酯及其代谢物的日常监测与风险评估。

关键词: 氰氟草酯; 氰氟草酸; 液相色谱-串联质谱法; QuEChERS
中图分类号: TS207.3 **文献识别码:** A **文章编号:** 2095–0381(2026)15–0083–08

Determination of cyhalofop-butyl and its metabolites residues in foods of plant origin by QuEChERS-liquid chromatography-tandem mass spectrometry

WANG Fei[1*], WANG Li-Qiang[1], YANG Li[2]
(1. *Tianjin Customs Animals Plants and Foods Inspection Center*, *Tianjin* 300457, *China*; 2. *Alar Khazar Customs Technical Center*, *Alar Khazar* 833418, *China*)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determination of cyhalofop-butyl and its main metabolite cyhalofop acid residues in a variety of plant-derived foods by QuEChERS-liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** The acetonitrile contain 1% formic acid was used as the extraction solution, and the QuEChERS dispersion solid phase extraction method was used for purification. Electrospray ion source was used for

收稿日期: 2026-03-31
基金项目: 国家重点研发计划项目(2022YFF1100804)
第一作者/*通信作者: 王飞(1986—), 女, 高级工程师, 主要研究方向为食品及农产品安全检测。E-mail: wangfei_0124@126.com

mass spectrometry. Data were collected simultaneously under multiple reaction monitoring mode with positive and negative ion switching. **Results** Under optimized conditions, the limit of quantitation of cyhalofop acid could reach 0.01 mg/kg, while that of cyhalofop-butyl could reach 0.02 mg/kg. The linear relationship between the 2 kinds of target substances and their mass concentrations ranges from 0.05 to 2.00 mg/L, with correlation coefficients (r^2) all greater than 0.99. In 3 kinds of spiked levels of 10 kinds of plant-derived matrices including brown rice, wheat, soybeans, peanuts, apples, peaches, tomatoes, cucumbers, spinach and tea, the average recovery rate ranged from 68.7% to 106.7%, with relative standard deviations ranging from 0.6% to 14.3%. **Conclusion** This method features simple sample pretreatment. Its accuracy and precision meet the requirements for residue analysis. It can effectively eliminate interferences from complex matrices, satisfy the simultaneous confirmation and quantification of cyhalofop-butyl and its metabolite cyhalofop acid in plant-derived foods, and is suitable for routine monitoring and risk assessment of cyhalofop-butyl and its metabolite in large batches of plant-derived foods.

KEY WORDS: cyhalofop-butyl; cyhalofop acid; liquid chromatography-tandem mass spectrometry; QuEChERS

0 引 言

氰氟草酯是芳氧苯氧丙酸酯类除草剂[1–3], 主要用于防除水稻田的禾本科杂草[2–3], 与部分阔叶除草剂混用可能会有拮抗作用[4], 对水生节肢动物毒性较强[5–7]。目前在水稻种植中氰氟草酯的滥用和超剂量使用[8], 加速了我国禾本科杂草抗药性的演化, 缩短了该药剂的有效使用周期, 对禾本科杂草治理的可持续性构成威胁。氰氟草酯在植物体内可水解为氰氟草酸[9–10], GB 2763—2026《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》明确将氰氟草酯残留标志物定义为“氰氟草酯与氰氟草酸之和”, 并据此在谷物、油籽、果蔬、茶叶等各类植物源性食品中制定了相应的最大残留限量。然而, 现有检测技术仍难以满足对二者同步、快速、准确测定的需求。早期标准及研究多采用气相色谱-质谱法[11–12]或气相色谱-串联质谱法[13]检测氰氟草酯, 但由于氰氟草酸极性较强, 该方法需经过衍生化处理, 操作烦琐且适用性有限。部分研究[14–18]采用液相色谱法同时检测氰氟草酯和氰氟草酸, 但样品仅限于谷物、油籽和稻田环境, 绝对定性能力不足。孙明娜等[19]尝试通过切换不同电离模式[如大气压化学电离源(atmospheric pressure chemical ionization, APCI)正离子模式与电喷雾电离源(electrospray ionization, ESI)负离子模式]分别检测, 无法实现真正的同时测定。液相色谱-串联质谱法虽在部分研究[20–24]中得到应用, 但多集中于水稻及其环境样品, 在不同基质中的前处理优化、质谱条件选择等方面仍存在差异, 尤其在多种植物源性食品中的系统分析方法尚不完善。

为此, 本研究以 GB 2763—2026 涵盖的 10 种典型植物源性食品为对象, 通过优化 QuEChERS[25–27]前处理流程, 结合液相色谱-串联质谱法正负离子同步扫描模式[28–29], 建立了一种适用于多基质中氰氟草酯与氰氟草酸同时检测的分析方法, 以期为相关残留监测及食品安全风险评估提供技术支持。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

苹果、桃、番茄、黄瓜、菠菜、糙米、小麦、大豆、花生、茶叶均购自本地实体超市。

氰氟草酸、氰氟草酯标准品(纯度>98%, 德国 Dr.EhrenstorferGmbH 公司); 乙腈、甲醇、甲酸(色谱纯, 北京迪马科技有限公司); 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(ethylenediamine-N-propylsilane silica gel, PSA, 40~60 μm)、石墨化炭黑(graphitized carbon black, GCB, 40~120 μm)、十八烷基硅烷键合硅胶(octadecylsilane-bonded silica gel, C_{18}, 40~60 μm)(天津博纳艾杰尔科技有限公司); 氯化钠、无水硫酸镁(分析纯, 天津一化化工有限公司)。

1.2 仪器与设备

TSQ Quantiva 液相色谱-三重四极杆串联质谱仪、MultiTube Vortexer 231 涡旋振荡器、Heraeus Multifuge X3 高速离心机、Hypersil GOLD C_{18} 色谱柱(2.1 mm×100 mm, 1.9 μm)(美国 Thermo Fisher Scientific 公司); N-EVAP 112 型氮气吹干仪(美国 Organomation Associates 公司); ME204 梅特勒-托利多电子天平(分度值为 0.1 mg)、ME2002 梅特勒-托利多电子天平(分度值为 0.01 g)(瑞士梅特勒-托利多公司); 0.22 μm 有机滤膜(天津博纳艾杰尔科技有限公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 前处理方法

准确称取苹果、桃、番茄、黄瓜、菠菜试样 10 g, 糙米、小麦、大豆、花生试样 5 g, 茶叶试样 2 g(精确至 0.01 g)于 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 水、10 mL 1%甲酸-乙腈溶液、6 g 氯化钠、2 g 无水硫酸镁, 涡旋混匀 1 min。10000 r/min 离心 5 min, 取上清液, 于 40 ℃氮气吹干, 以 1 mL 乙腈溶

解残余物, 待净化。

苹果、桃、番茄、黄瓜、菠菜基质的待净化液加入含 50 mg PSA、10 mg GCB、150 mg 无水硫酸镁的塑料离心管中; 糙米、小麦、大豆、花生基质的待净化液加入含 50 mg PSA、20 mg C_{18}、150 mg 无水硫酸镁的塑料离心管中; 茶叶基质的待净化液加入含 50 mg PSA、20 mg GCB、150 mg 无水硫酸镁的塑料离心管中, 涡旋混匀 1 min。5000 r/min 离心 5 min, 取上清液, 于 40 ℃水浴氮气吹干, 加入 1 mL 50%甲醇-水, 涡旋混匀 1 min, 过 0.22 μm 有机滤膜, 上机检测。

1.3.2　仪器条件

(1)液相色谱条件

色谱柱: Hypersil GOLD C_{18} 柱(2.1 mm×100 mm, 1.9 μm); 柱温: 25 ℃; 流动相: A 相为 0.1%甲酸, B 相为甲醇, 梯度洗脱程序见表 1; 进样量: 5 μL; 流速: 300 μL/min。

(2)质谱条件

离子源为 ESI 源; 鞘气流量: 3.62 L/min; 辅助气流量: 7.97 L/min; 驻留时间: 200 ms; 扫描模式为多反应监测; 质谱条件参数如表 2 所示。

1.4　数据处理

数据采集与处理采用 Thermo Scientific Xcalibur™ 4.0 工作站。表格绘制采用 Microsoft Excel 2010 软件; 图形绘制采用 OriginPro 2024 软件。

2　结果与分析

2.1　质谱条件的选择

本研究采用 TSQ Quantiva 液相色谱-三重四极杆串联质谱仪, 在多反应监测模式下对目标物进行定性定量分析。表 2 汇总了氰氟草酯及其代谢物氰氟草酸的质谱采集参数。氰氟草酸因其羧基官能团的存在, 在 ESI(−)模式下表现出优异的去质子化倾向, 易于失去羧基氢, 形成特征性的稳定的$[M-H]^-$减氢峰(图 1a)。相比之下, 氰氟草酯因缺乏强电负性基团, 在 ESI(+)模式下生成的$[M+H]^+$加氢峰(图 1b)信号强度较弱; 鉴于此, 加之复杂基质带来的离子抑制效应, 单纯依赖 ESI 源检测氰氟草酯往往面临检出限偏高的挑战, 这对前处理净化提出了更高要求。

2.2　样品前处理方法的选择

2.2.1　提取溶剂的选择

氰氟草酯在酸性条件下比较稳定, 在微酸性及中性条件下水解速度加快, 在强碱性条件下, 氰氟草酯水解迅速[30]。在选择提取体系 pH 条件时, 以糙米、小麦、黄瓜、苹果、桃、番茄、菠菜、茶叶为研究对象, 在提取过程中, 采用甲酸调节 pH 为 1.5、2.5、3.5、4.5、5.5, 分别考察氰氟草酯和氰氟草酸的提取回收率, 结果见图 2。结果显示, 在提取体系 pH 为 2.5 和 3.5 时, 氰氟草酯和氰氟草酸的回收率最高。当提取液 pH 过低时, 提取效率会降低, 因此确定提取体系的 pH 为 2.5~3.5。

表 1　液相色谱梯度洗脱程序

Table 1　Gradient elution program of liquid chromatography

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	90	10
1.0	90	10
5.0	10	90
8.0	10	90
8.1	90	10
12.0	90	10

表 2　氰氟草酯及其代谢物的质谱检测条件

Table 2　Mass spectrometry detection conditions of cyhalofop-butyl and its metabolites

化合物	母离子(*m*/*z*)	子离子(*m*/*z*)	电离模式	电喷雾电压/kV	离子源温度/℃	去簇电压/eV	碰撞电压/eV
氰氟草酸	300	228*	ESI(−)	2.5	300	96	10
		208	ESI(−)	2.5	300	96	10
氰氟草酯	358	256*	ESI(+)	3.2	320	108	12
		120	ESI(+)	3.2	320	108	18

注: *为定量离子。

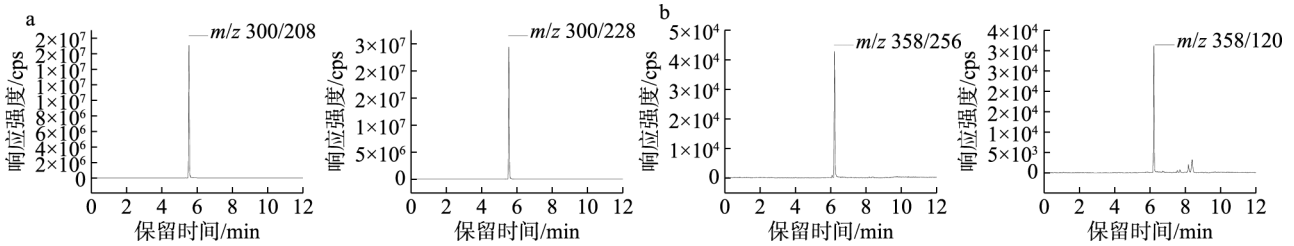


图 1　氰氟草酸(a)和氰氟草酯(b)标准溶液的提取离子流色谱图(1 μg/mL)

Fig.1　Extracted ion chromatograms of cyhalofop acid (a) and cyhalofop-butyl (b) standard solutions (1 μg/mL)

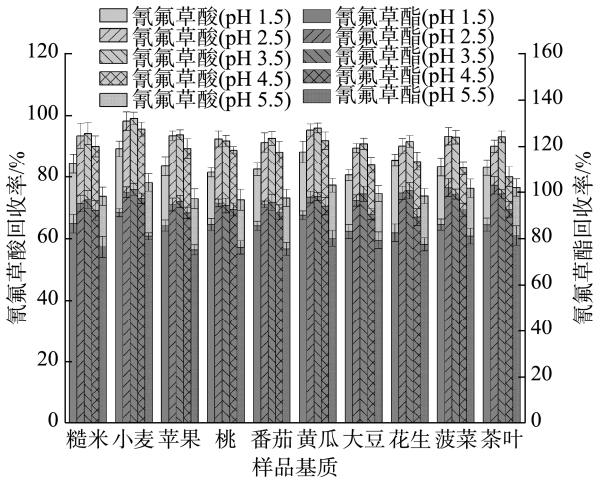


图 2 不同提取体系 pH 对回收率的影响(n=3)

Fig.2 Effects of pH of different extraction systems on recovery (n=3)

针对谷物及油籽类样品，分别采用 0.1%甲酸-甲醇溶液、0.1%甲酸-乙腈溶液、0.1%甲酸-水-乙腈(1:1, *V*:*V*)、0.1%甲酸-水-乙腈-甲醇(2:1:1, *V*:*V*:*V*)及 0.1%甲酸-水-甲醇(1:1, *V*:*V*)作为提取溶剂，以糙米、小麦、大豆、花生、茶叶为研究对象，结果见图 3(a)。结果显示 0.1%甲酸-水-乙腈(1:1, *V*:*V*)对氰氟草酯和氰氟草酸的提取效果最佳。提取溶剂采用 0.1%甲酸-水-乙腈(1:1, *V*:*V*)，组成弱酸性缓冲体系，能够保证氰氟草酯和氰氟草酸的稳定性。

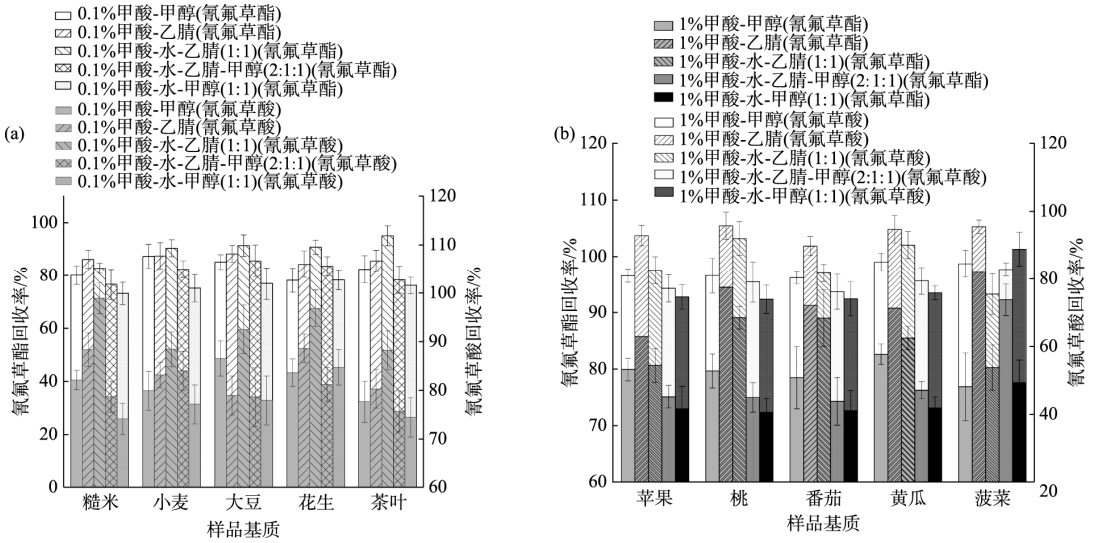
针对果蔬类样品，分别采用 1%甲酸-甲醇溶液、1%甲酸-乙腈溶液、1%甲酸-水-甲醇(1:1, *V*:*V*)、1%甲酸-水-乙腈(1:1, *V*:*V*)及 1%甲酸-水-乙腈-甲醇(2:1:1, *V*:*V*:*V*)作为提取溶剂，以黄瓜、番茄、桃、苹果、菠菜为研究对象，结果见图 3(b)。结果显示 1%甲酸-乙腈溶液对氰氟草酯和氰氟草酸的提取效果最佳。提取溶剂采用 1%甲酸-乙腈溶液，组成弱酸性缓冲体系，能够保证氰氟草酯和氰氟草酸的稳定性。

2.2.2 分散固相萃取净化填料的选择

分散固相萃取填料中：无水硫酸镁主要吸收样品中的水分；PSA 主要用于去除基质中的糖类和部分脂肪；GCB 主要用于吸附果蔬样品中的色素和甾醇；C_{18} 主要作用是去除样品中的油脂和部分非极性干扰物质。

在净化吸附剂的选择中，以糙米、小麦为研究对象，吸取 1 mL 提取液，添加不同量的 PSA、C_{18}，考察 PSA、C_{18} 的使用量对氰氟草酯和氰氟草酸提取回收率的影响；以黄瓜、苹果、桃、番茄、菠菜为研究对象，吸取 1 mL 提取液，添加不同量的 PSA、GCB，考察 PSA、GCB 的使用量对氰氟草酯和氰氟草酸的提取回收率的影响(图 4)。研究结果显示，对于氰氟草酯和氰氟草酸两种待测物质，C_{18} 添加量为 20 mg/mL 的回收率显著高于添加量为 10 mg/mL 和 30 mg/mL (P<0.05)，而 10 mg/mL 和 30 mg/mL 两个低/高用量之间的回收率没有统计学意义上的显著差异(P>0.05)；PSA 添加量为 50 mg/mL 的回收率显著高于添加量为 25 mg/mL 和 100 mg/mL (P<0.05)，而 25 mg/mL 和 100 mg/mL 两个低/高用量之间的回收率没有统计学意义上的显著差异(P>0.05)；GCB 添加量为 10 mg/mL 的回收率显著高于添加量为 5 mg/mL 和 20 mg/mL (P<0.05)，而 5 mg/mL 和 20 mg/mL 两个低/高用量之间的回收率没有统计学意义上的显著差异(P>0.05)。

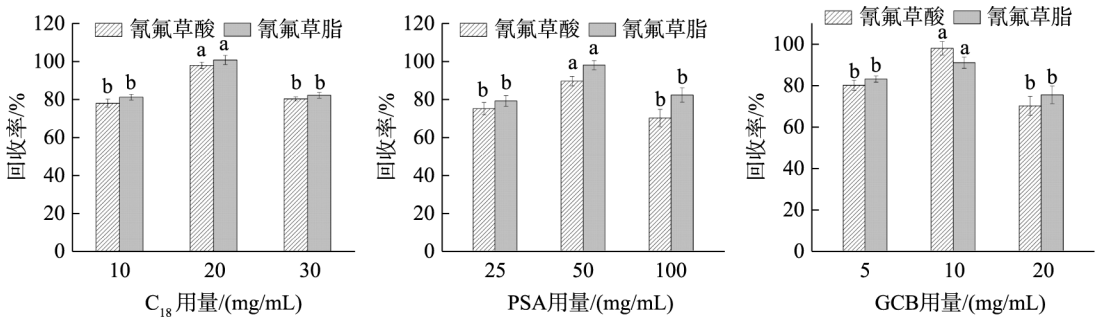
因此确定，最佳的 C_{18} 添加量为 20 mg/mL，PSA 添加量为 50 mg/mL，GCB 添加量为 10 mg/mL。从图 4 可以看出，GCB 对分析物尤其是氰氟草酸有吸附作用，GCB 用量过多会导致检测回收率显著下降。在分析茶叶等色素含量较高的样品时，通过增加 GCB 的用量来提高色素去除效果时，应同时考虑 GCB 对氰氟草酸回收率的影响。通过优化，实验最终采用降低取样量(2 g)，适当增加 GCB 的用量(20 mg/mL)的方式对茶叶样品进行前处理。



注：(a)谷物及油籽类样品；(b)果蔬类样品。

图 3 提取溶剂的选择(n=3)

Fig.3 Selection of extraction solvent (n=3)



注: 不同字母表示组间差异显著(P<0.05)。

图 4　分散固相萃取净化填料的选择

Fig.4　Selection of purification fillers for dispersed solid-phase extraction

2.3　标准曲线和检出限

为评估基质效应对测定的影响, 分别比较了纯溶剂标准溶液与不同基质空白提取液中氰氟草酯及氰氟草酸的仪器响应。结果显示, 大豆和花生基质中氰氟草酸的基质效应分别为−53.3%和−22.3%(抑制效应), 糙米和菠菜中氰氟草酯的基质效应分别为−45.8%和−14.2%(抑制效应), 超出可接受范围(|基质效应|≤10%)。因此, 本研究确定采用基质匹配校准曲线进行定量分析, 以消除基质效应对定量结果的影响。

按照仪器工作条件测定基质混合标准溶液系列, 以氰氟草酸和氰氟草酯的质量浓度为横坐标, 其对应的色谱峰面积为纵坐标绘制标准曲线。表 3 结果显示, 采用基质匹配标准曲线校正后, 目标物在 0.05~2.00 mg/L 范围内线性关系良好, 决定系数(r^2)均大于 0.99, 符合痕量残留分析的要求, 适用于实际样品中不同污染水平(从痕量残留至高暴露水平)的检测。结合目标物质谱行为分析, 氰氟草酸在 ESI(−)模式下响应值显著高于氰氟草酯, 导致其线性回归方程的斜率更大, 灵敏度更高。

2.4　方法的定量限、回收率和精密度

以目标物色谱峰信噪比 S/N≥10 初步估算定量限浓度, 并在此浓度水平下对糙米、小麦、大豆、花生、苹果、桃、番茄、黄瓜、菠菜、茶叶等 10 种植物源性食品基质进行加标回收试验。每个水平设 6 个平行样, 用液相色谱-串联质谱法测定每个样品中氰氟草酸和氰氟草酯的含量。表 4 结果显示: 各基质 3 个添加水平的平均回收率为 68.7%~106.7%, 相对标准偏差为 0.6%~14.3%, 均符合 GB/T 27404—2026 定量分析要求。本研究采用外标法进行定量, 这使得由前处理过程引起的系统误差难以通过校准曲线完全抵消, 从而不可避免地导致了精密度的波动。特别是在低浓度水平下, 提取效率的微小差异对最终定量结果的影响更为显著。据此确证本方法在糙米、小麦、大豆、花生、苹果、桃、番茄、黄瓜、菠菜等 9 种植物源性食品基质中氰氟草酸的定量限为 0.01 mg/kg, 氰氟草酯的定量限为 0.02 mg/kg; 茶叶中氰氟草酸和氰氟草酯的定量限为 0.05 mg/kg。

表 3　基质标准曲线线性方程和决定系数

Table 3　Matrix standard curve linear equations and determination coefficient

基质	氰氟草酸		氰氟草酯	
	线性方程	决定系数(r^2)	线性方程	决定系数(r^2)
糙米	Y=156241+118527X	0.9965	Y=–745.69+15692X	0.9967
小麦	Y=6405814+489069X	0.9955	Y=–23.48+61600X	0.9933
大豆	Y=1829737+90961.5X	0.9964	Y=–575+26884X	0.9941
花生	Y=142655+174277X	0.9905	Y=531+25101X	0.9932
苹果	Y=3408845+398216X	0.9945	Y=367.99+52553X	0.9991
桃	Y=1261614+391640X	0.9990	Y=–212.49+54503X	0.9995
番茄	Y=28043+113282X	0.9947	Y=291.87+15249X	0.9995
黄瓜	Y=3455000+418269X	0.9967	Y=1107+50793X	0.9994
菠菜	Y=3054977+86250.3X	0.9951	Y=–1344+33067X	0.9906
茶叶	Y=7172+7198.65X	0.9996	Y=190.67+1978X	0.9976

表 4 氰氟草酯和氰氟草酸的添加回收率和相对标准偏差(n=6)

Table 4 Recovery rates and relative standard deviations of cyanofluoxalate and cyanofluoxalic acid (n=6)

基质类型	氰氟草酸			氰氟草酯		
	添加水平/(mg/kg)	平均回收率/%	RSDs/%	添加水平/(mg/kg)	平均回收率/%	RSDs/%
糙米	0.01	74.1	2.9	0.02	72.3	11.8
	0.02	82.5	6.8	0.05	74.0	8.9
	0.10	75.7	3.4	0.10	76.2	9.0
小麦	0.01	84.7	6.2	0.02	72.4	9.7
	0.02	81.1	4.2	0.05	79.4	7.4
	0.10	85.2	9.0	0.10	80.4	6.9
大豆	0.01	88.1	14.3	0.02	71.8	6.5
	0.02	103.1	7.8	0.05	71.3	7.4
	0.10	100.2	10.0	0.10	86.4	6.8
花生	0.01	94.1	9.8	0.02	70.6	11.2
	0.02	96.3	9.2	0.05	75.2	10.6
	0.10	99.8	6.4	0.10	79.5	10.8
苹果	0.01	106.7	3.8	0.02	68.8	11.3
	0.02	104.1	2.7	0.05	75.7	7.8
	0.10	95.4	0.6	0.10	79.8	8.1
桃	0.01	99.6	7.8	0.02	69.8	13.3
	0.02	96.1	1.7	0.05	77.4	9.4
	0.10	96.2	11.1	0.10	79.1	5.6
番茄	0.01	88.2	13.1	0.02	68.7	14.3
	0.02	88.9	9.7	0.05	75.2	5.6
	0.10	75.9	2.8	0.10	85.9	5.4
黄瓜	0.01	103.4	2.6	0.02	73.5	10.2
	0.02	87.6	4.8	0.05	80.2	8.3
	0.10	97.5	4.6	0.10	78.6	10
菠菜	0.01	89.3	3.9	0.02	73.7	10.3
	0.02	96.7	12.6	0.05	77.9	7.9
	0.10	96.2	9.9	0.10	80.9	9.9
茶叶	0.05	100.3	5.6	0.05	82.1	7.9
	0.10	99.3	8.1	0.10	83.0	4.4
	0.50	97.2	7.0	0.50	85.5	4.8

注: 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)。

2.5 实际样品检测结果

采用本研究建立的方法对市售的 10 批次代表性基质(大米、花生、茶叶、苹果及黄瓜)进行筛查, 结果显示氰氟草酯及其代谢物氰氟草酸均未检出。与使用行业标准 SN/T 5519—2023《出口植物源性食品中氰氟草酯和氰氟草酸残留量的测定》的测定结果比对, 二者具有良好的一致性, 验证了本研究方法在实际样品检测中的可靠性。

3 结论与讨论

通过优化仪器条件、提取和净化条件, 本研究建立了一种基于 QuEChERS 的氰氟草酯及其代谢物氰氟草酸的检测方法。经验证, 该方法在 10 种基质中均表现出良好的线性关系、精密度与准确度, 方法定量限显著低于 GB 2763—2026 规定的糙米中 0.1 mg/kg 的限量要求, 能够满足高风险农产品的痕量分析需求。氰氟草酯在植物体内易代谢为氰氟草酸, 本研究采用“原药+代谢物”同步检测的策略, 较单一检测原药更能真实反映实际残留状况, 避免了因仅检测原药而可能导致的低估风险。虽然氰氟草酯主要用于稻田除草, 但其在周边轮作作物(如花生、黄瓜)及茶叶中的残留也应纳入监控范围。

参考文献

[1] Zhu Xiongmei, Deng Huifang, Tan Xiansheng, et al. Control effects of mixture of metamifop and cyhalofop-butyl on annual weeds barnyard grass in direct- seeding paddy field [J]. Agricultural Science & Technology, 2022, 23(1): 24–27.

[2] Meher S, Saha S, Tiwari N, et al. Herbicide-mediated effects on soil microbes, enzymes and yield in direct sown rice [J]. Agricultural Research, 2021, 10(4): 592–600.

[3] Hudson K T, Ramiro F L O, Gustavo G B, et al. Plant physiology and biochemistry [J]. Scientia Agricola. (Piracicaba, Braz.), 2021, 78(1): 1–11.

[4] 刘玉坤, 陈宇, 朱丽娟, 等. 不同除草剂防除直播稻田杂草效果试验[J]. 安徽农学通报, 2025, 31(17): 76–79.
Liu Yukun, Chen Yu, Zhu Lijuan, et al. Control effects of different herbicides on weeds in direct seeding rice fields [J]. Anhui Agricultural Science Bulletin, 2025, 31(17): 76–79.

[5] Ding Fei, Li Lingxu, Peng Wei, et al. Molecular basis for the resistance of American sloughgrass to aryloxyphenoxypropionic acid pesticides and its environmental relevance: a combined experimental and computational study [J]. Chemosphere, 2019, 235: 1030–1040.

[6] Duan Manman, Guo Xuanjun, Chen Xiangguang, et al. Life cycle exposure to cyhalofop-butyl induced reproductive toxicity in zebrafish [J]. Toxics, 2022, 10(9): 495.

[7] 彭微, 李佳, 袁玲. 草甘膦与氰氟草酯对隆线溞的慢性生殖毒性研究[J]. 环境科学与技术, 2019, 42(7): 57–63.
Peng Wei, Li Jia, Yuan Ling. Chronic toxicity of glyphosate and cyhalofop-butyl to reproduction of *Daphnia carinata* [J]. Environmental Science & Technology, 2019, 42(7): 57–63.

[8] 吕昂, 朱坤淼, 刘军, 等. 除草剂氰氟草酯对稻田土壤微生物生态的影响[J]. 湖北农业科学, 2024, 63(增刊 1): 116–122, 213.
Lv Ang, Zhu Kunmiao, Liu Jun, et al. Effects of herbicide cyhalofop-butyl on microbial ecology in rice field [J]. Hubei Agricultural Sciences, 2024, 63(S1): 116–122, 213.

[9] 赵莉, 樊晓青, 朱国念. 氰氟草酯水解动力学研究[J]. 农药学学报, 2009, 11(2): 274–278.
Zhao Li, Fan Xiaoqing, Zhu Guonian. Study on hydrolysis dynamics of cyhalofop-butyl [J]. Chinese Journal of Pesticide Science, 2009, 11(2): 274–278.

[10] 朱国念, 吴刚, 赵莉, 等. 氰氟草酯及其活性代谢物在水溶液中的光化学降解研究[J]. 农药学学报, 2003, 5(3): 65–70.
Zhu Guonian, Wu Gang, Zhao Li, et al. Photo-degradation of cyhalofop-butyl and its metabolite (ACID) in various aqueous solutions [J]. Chinese Journal of Pesticide Science, 2003, 5(3): 65–70.

[11] Bagheri H, Es'haghi A, Es-Haghi A. Immersed solvent microextraction of aryloxyphenoxypropionate herbicides from aquatic media [J]. International Journal of Environmental Analytical Chemistry, 2013, 93(4): 450–460.

[12] 邵辉, 张玉婷, 李娜, 等. GC/MS 法测定大米中精噁唑禾草灵和氰氟草酯残留量[J]. 分析试验室, 2012, 31(3): 97–100.
Shao Hui, Zhang Yuting, Li Na, et al. Determination of fenoxaprop-p-ethyl and cyhalofop-butyl in rice by GC/MS [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2012, 31(3): 97–100.

[13] 朱文霞. 快速溶剂提取-GC-MS/MS 法测定土壤中三唑磷、螺螨酯、异菌脲、氰氟草酯和多效唑[J]. 化学分析计量, 2020, 29(6): 71–74.
Zhu Wenxia. Determination of triazophos, spiroides, isocarbazide, cyhalofovir and paclobutrazol in soil by rapid solvent extraction-GC-MS/MS [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2020, 29(6): 71–74.

[14] 彭红霞, 刘娅, 杨丽, 等. QuEChERS-超高效液相色谱法测定谷物及油籽中氰氟草酯和氰氟草酸残留量[J]. 食品工业科技, 2022, 43(11): 310–317.
Peng Hongxia, Liu Ya, Yang Li, et al. Determination of cyhalofop-butyl and cyhalofop-acid residues in cereals and oilseeds by QuEChERS-UPLC [J]. Science and Technology of Food Industry, 2022, 43(11): 310–317.

[15] 董婷, 罗泽江. 超高效液相色谱法测定稻田水和土壤中氰氟草酯及其代谢产物[J]. 广州化工, 2017, 45(20): 100–102.
Dong Ting, Luo Zejiang. Determination of cyhalofop-butyl and its pramry metabolites residues in paddy water and paddy soil using ultra performance liquid chromatography [J]. GuangZhou Chemical Industry, 2017, 45(20): 100–102.

[16] 欧阳文森, 蒋煜, 梁骥, 等. 高效液相色谱法测定氰氟草酯及其代谢物[J]. 分析仪器, 2022(2): 54–58.
Ouyang Wensen, Jiang Yu, Liang Ji, et al. Simultaneous determination of cyhalofop-butyl and its metabolites by high performance liquid chromatography [J]. Analytical Instrumentation, 2022(2): 54–58.

[17] Jilisa K. Mwalilino, 赵莉, 朱国念, 等. 土壤和水中氰氟草酯及其代谢物的分析方法[J]. 农药学学报, 2001, 3(4): 74–80.
Mwalilino J K, Zhao Li, Zhu Guonian, et al. Analytical methods for cyhalofop-butyl and its metabolites in soil and water [J]. Chinese Journal of Pesticide Science, 2001, 3(4): 74–80.

[18] Ottis B V, Mattice J D, Talbert R E. Determination of antagonism between cyhalofop-butyl and other rice (*Oryza sativa*) herbicides in barnyardgrass (*Echinochloa crus-galli*) [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2005, 53(10): 4064–4068.

[19] 孙明娜, 王梅, 余璐, 等. 基质分散固相-液质联用法检测稻田水和土壤中氰氟草酯和双草醚残留[J]. 环境化学, 2017, 36(3): 691–694.
Sun Mingna, Wang Mei, Yu Lu, et al. Residue and decline study of cyhalofop-butyl and bispyribac-sodium in paddy water and soil by matrix solid-phase dispersion and liquid chromatography-mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Environmental Chemistry, 2017, 36(3): 691–694.

[20] 王晓玉, 戈大庆, 潘金菊, 等. 噁唑酰草胺和氰氟草酯在水稻中的残留及膳食风险评估[J]. 农药科学与管理, 2021, 42(1): 39–44, 49.
Wang Xiaoyu, Ge Daqing, Pan Jinju, et al. Residue and dietary risk assessment of metamifop and cyhalofop-butyl in rice [J]. Pesticide Science and Administration, 2021, 42(1): 39–44, 49.

[21] 李菊颖, 何健, 豆叶枝, 等. 分散固相萃取-液相色谱质谱法测定多种基质中的氰氟草酯和氰氟草酸[J]. 化学研究与应用, 2019, 31(1): 160–165.
Li Juying, He Jian, Dou Yezhi, et al. Determination of cyhalofop-butyl and cyhalofop-caid in differentmatrixby ultra performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. Chemical Research and Application, 2019, 31(1): 160–165.

[22] 陈国峰, 尤红梅, 滕瑶, 等. UPLC-MS/MS 法测定水稻中噁唑酰草胺和氰氟草酯及其代谢物的残留及膳食风险评估[J]. 中国稻米, 2021, 27(2): 57–62.
Chen Guofeng, You Hongmei, Teng Yao, et al. Simultaneous determination of metamifop and cyhalofop-methyl and their metabolites in rice by UPLC-MS/MS and dietary risk assessment [J]. China Rice, 2021, 27(2): 57–62.

[23] 张乐, 赵文文, 郭静远, 等. 水稻中除草剂氯氟吡氧乙酸异辛酯和氰氟草酯的检测方法及其储藏稳定性研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(15): 5923–5930.
Zhang Le, Zhao Wenwen, Guo Jingyuan, et al. Detection method of cyhalofop-butyl and fluroxypyr-meptyl herbicides in rice and study on its storage stability [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2021, 12(15): 5923–5930.

[24] Wu Junxue, Wang Kai, Zhang Yun, et al. Determination and study on dissipation and residue determination of cyhalofop-butyl and its

metabolite using HPLC-MS/MS in a rice ecosystem [J]. Environmental Monitoring and Assessment, 2014, 186(10): 6959–6967.

[25] 张权, 毕珊, 吴玉田, 等. Sin-QuEChERS Nano 净化柱结合气相色谱-串联质谱法快速筛查石斛中 84 种农药残留[J]. 色谱, 2022, 40(6): 565–575.
Zhang Quan, Bi Shan, Wu Yutian, et al. Rapid screening of 84 pesticide residues in *Dendrobium* by Sin-QuEChERS Nano purification column with gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Chromatography, 2022, 40(6): 565–575.

[26] 门雪, 吴兴强, 仝凯旋, 等. 改进的 QuEChERS 法结合液相色谱-高分辨质谱筛查热带水果中 33 种新烟碱类杀虫剂及杀菌剂[J]. 分析测试学报, 2022, 41(6): 820–826.
Men Xue, Wu Xingqiang, Tong Kaixuan, et al. Screening of 33 neonicotinoid insecticides and fungicides in tropical fruits by liquid chromatography-high resolution mass spectrometry with a modified QuEChERS method [J]. Journal of Instrumental Analysis, 2022, 41(6): 820–826.

[27] 陆静, 白雪, 梁香, 等. QuEChERS 结合液相色谱-串联质谱法测定植物源性食品中 9 种新型农药的残留量[J]. 食品科学, 2026, 47(10): 368–377.
Lu Jing, Bai Xue, Liang Xiang, et al. Determination of residues of nine novel pesticides in plant-derived foods by QuEChERS combined with liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Science, 2026, 47(10): 368–377.

[28] 黄建鹏, 张锦, 刘丹, 等. 正负离子切换扫描质谱成像分析方法及其整体动物体内代谢应用研究[J]. 分析测试学报, 2021, 40(2): 256–262.
Huang Jianpeng, Zhang Jin, Liu Dan, et al. A positive/negative ion mode-switched mass spectrometry imaging method and its application in metabolomics analysis of whole-body animals [J]. Journal of Instrumental Analysis, 2021, 40(2): 256–262.

[29] 史洪飞, 徐伯芃, 徐成鑫. QuEChERS-高效液相色谱-四极杆-飞行时间质谱法正负离子切换同时检测血液中的 6 种除草剂[J]. 分析科学学报, 2024, 40(2): 219–224.
Shi Hongfei, Xu Bopeng, Xu Chengxin. Simultaneous detection of six herbicides in blood by QuEChERS-high performance liquid chromatography-quadrupole-time of flight mass spectrometry with positive and negative ion switching mode [J]. Journal of Analytical Science, 2024, 40(2): 219–224.

[30] Pinna M V, Pusino A. Direct and indirect photolysis of cyhalofop in aqueous systems [J]. Chemosphere, 2011, 82(6): 817–821.

(责任编辑: 蔡世佳 韩晓红)

DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20251215002

更正说明

《食品安全质量检测学报》发表于 2026 年 17 卷第 11 期的《通过式固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法快速检测发酵乳中 6 种生物胺》一文(Page120-128)作如下更正:

原文:

樊紫朝[1,2,3#], 刘 通[1,3#], 何 剑[4,5], 夏金涛[1,3,6], 王秀娟[1,3], 裴晓燕[4,5], 韩晓旭[4,5*], 许秀丽[1,3*]

[1. 国家食品安全检验检测技术研究中心, 北京 100045; 2. 河北农业大学食品科技学院, 保定 071001; 3. 国家市场监督管理总局重点实验室(食品质量与安全), 北京 100176; 4. 国家乳业技术创新中心, 呼和浩特 010010; 5. 国家市场监督管理总局重点实验室(牛羊乳肉制品风险防控与关键技术), 呼和浩特 010010; 6. 湖北省食品质量安全监督检验研究院, 武汉 430075]

FAN Zi-Zhao[1,2,3#], LIU Tong[1,3#], HE Jian[4,5], XIA Jin-Tao[1,3,6], WANG Xiu-Juan[1,3], PEI Xiao-Yan[4,5], HAN Xiao-Xu[4,5*], XU Xiu-Li[1,3*]

(1. *China National Research Center for Food Safety Inspection and Testing*, *Beijing* 100045, *China*; 2. *College of Food Science and Technology*, *Hebei Agricultural University*, *Baoding* 071001, *China*; 3. *Key Laboratory of Food Quality and Safety*, *State Administration for Market Regulation*, *Beijing* 100176, *China*; 4. *National Technology Innovation Center for Dairy*, *Hohhot* 010010, *China*; 5. *Key Laboratory of Cattle and Sheep Milk and Meat Products Risk Control and Key Technology*, *State Administration for Market Regulation*, *Hohhot* 010010, *China*; 6. *Hubei Provincial Institute for Food Supervision and Test*, *Wuhan* 430075, *China*)

更正为:

樊紫朝[1,2,3#], 刘 通[1,3#], 何 剑[4,5], 夏金涛[1,3,6], 王秀娟[7], 裴晓燕[4,5], 韩晓旭[4,5*], 许秀丽[1,3*]

[1. 国家食品安全检验检测技术研究中心, 北京 100045; 2. 河北农业大学食品科技学院, 保定 071001; 3. 国家市场监督管理总局重点实验室(食品质量与安全), 北京 100176; 4. 国家乳业技术创新中心, 呼和浩特 010010; 5. 国家市场监督管理总局重点实验室(牛羊乳肉制品风险防控与关键技术), 呼和浩特 010010; 6. 湖北省食品质量安全监督检验研究院, 武汉 430075; 7. 中国质量检验检测科学研究院, 北京 100176]

FAN Zi-Zhao[1,2,3#], LIU Tong[1,3#], HE Jian[4,5], XIA Jin-Tao[1,3,6], WANG Xiu-Juan[7], PEI Xiao-Yan[4,5], HAN Xiao-Xu[4,5*], XU Xiu-Li[1,3*]

(1. *China National Research Center for Food Safety Inspection and Testing*, *Beijing* 100045, *China*; 2. *College of Food Science and Technology*, *Hebei Agricultural University*, *Baoding* 071001, *China*; 3. *Key Laboratory of Food Quality and Safety*, *State Administration for Market Regulation*, *Beijing* 100176, *China*; 4. *National Technology Innovation Center for Dairy*, *Hohhot* 010010, *China*; 5. *Key Laboratory of Cattle and Sheep Milk and Meat Products Risk Control and Key Technology*, *State Administration for Market Regulation*, *Hohhot* 010010, *China*; 6. *Hubei Provincial Institute for Food Supervision and Test*, *Wuhan* 430075, *China*; 7. *Chinese Academy of Quality and Inspection & Testing*, *Beijing* 100176, *China*)

《食品安全质量检测学报》编辑部