

· 实验技术及其应用 ·

QuEChERs 结合气相色谱 - 串联质谱法测定 不同果蔬基质中 33 种有机磷类农药残留量

夏仕青, 吴桃丽, 薛云, 李晓慧

贵州省黔东南州疾病预防控制中心监测检验科, 贵州 兴义 562400

摘要:目的 采用 QuEChERs 前处理结合气相色谱 - 串联质谱技术, 建立四种不同果蔬基质 (普通型、高色素型、高脂肪型及高糖型) 中 33 种有机磷类农药残留量快速检测方法, 为不同水果、蔬菜中多种有机磷农药同时检测和食品安全风险评估提供技术支持。方法 样品经乙腈及柠檬酸钠 - 柠檬酸氢二钠缓冲液同时提取, 乙二胺 - N- 丙基硅烷 (PSA)、十八烷基硅烷键合硅胶 (C_{18}) 及石墨化炭黑 (GCB) 三种吸附剂净化, 氮吹浓缩后用丙酮复溶, 采用气相色谱 - 串联质谱仪在多反应离子监测 (MRM) 模式下进行检测, 内标法定量。结果 四种不同果蔬基质中 33 种有机磷类农药在 50 ~ 500 $\mu\text{g/L}$ 的浓度范围内相关系数均大于 0.995 0, 方法检出限为 1.50 ~ 5.04 $\mu\text{g/kg}$, 定量限为 5.01 ~ 16.78 $\mu\text{g/kg}$; 在添加 0.040 ~ 0.200 mg/kg 水平范围内, 农药的平均回收率为 71.4% ~ 119.1%, 相对标准偏差均低于 12%。结论 该方法简单快速、准确度高、精密性好, 适用于不同果蔬基质中 33 种有机磷类农药残留的快速检测和定量分析。

关键词: 有机磷类农药; 果蔬; QuEChERs; 气相色谱 - 串联质谱法

中图分类号: O657.71; TS255.7 文献标志码: A 文章编号: 1003-8507(2024)03-523-06

DOI: 10.20043/j.cnki.MPM.202308392

Determination of 33 organophosphorus pesticide residues in different fruit and vegetable substrates by QuEChERs combined with gas chromatography-tandem mass spectrometry

XIA Shi-qing, WU Tao-li, XUE Yun, LI Xiao-hui

Department of Surveillance, Center for Disease Control and Prevention, Qianxinan Prefecture, Guizhou Province, Xingyi, Guizhou 562400, China

Abstract: Objective To establish a rapid method for the determination of 33 organophosphorus pesticide residues in four different fruit and vegetable substrates (common type, high pigment type, high fat type, and high sugar type) by QuEChERs pretreatment combined with gas chromatography-tandem mass spectrometry (GC-MS), so as to provide technical support for simultaneous detection and food safety risk assessment of organophosphorus pesticides in different fruits and vegetables. **Methods** The samples were extracted with acetonitrile and sodium citrate-disodium hydrogen citrate buffer at the same time, purified with ethylenediamine-N-propyl silane (PSA), octadecylsilane bonded silica gel (C_{18}), and graphitized carbon black (GCB). After nitrogen blowing concentration, the samples were re-dissolved with acetone and detected by gas chromatography-tandem mass spectrometry under multi-reaction ion monitoring (MRM) mode. Quantifications were based on internal standard curves. **Results** The method had good linear relationship in the range of 50 $\mu\text{g/L}$ to 500 $\mu\text{g/L}$, with the correlation coefficients greater than 0.9950. The detection limits were within 1.50 to 5.04 $\mu\text{g/kg}$, and the limits of quantification were within 5.01 to 16.78 $\mu\text{g/kg}$. In the range of 0.040 to 0.200 mg/kg , the average recoveries ranged from 71.4% to 119.1%, with the relative standard deviations less than 12%. **Conclusion** The method is simple and rapid, with high accuracy and precision, which is suitable for the rapid detection and quantitative analysis of 33 organophosphorus pesticide residues in different fruit and vegetable substrates.

Keywords: Organophosphorus pesticides; Fruits and vegetables; QuEChERs; Gas chromatography-tandem mass spectrometry

水果和蔬菜因各类杀虫剂、杀菌剂等种植过程中的广泛使用, 其农药残留造成的危害逐渐成为人们重点关注的食品安全问题^[1-2]。其中有机磷类农药是

作者简介: 夏仕青(1990—), 女, 硕士, 主管技师及公卫医师, 研究方向: 环境及食品卫生检测

通信作者: 夏仕青, E-mail: 992025664@qq.com

我国使用广泛、用量最大的一类杀虫剂, 其可通过抑制乙酰胆碱酶的活性, 破坏乙酰胆碱的正常传导功能, 从而导致机体出现一系列神经系统损害^[3]。较多监测数据表明果蔬中农药残留总体超标率虽较低, 但叶菜类蔬菜中有机磷农药检测率较其他蔬菜明显提高, 且仍存在禁用农药使用的现象^[4-5]。因此, 建立高

效、简便的果蔬中有机磷类农药多残留分析方法对及时了解果蔬中有机磷农药污染现状及针对性采取监管措施具有重要意义。

果蔬基质较复杂,其中色素、脂肪、糖分等组分是影响样品前处理效率及待测物准确性定量的重要因素^[6]。近年来,分散固相萃取(QuEChERS)方法因其简便、快速及高效等优点已逐渐成为果蔬中农药残留分析的优选前处理技术^[7],而气相色谱法-串联质谱法有效地利用了质谱鉴定能力和气相色谱高分离能力,可极大地提升多种有机磷类农药同时检测的精准度^[8]。目前,虽已有部分学者研究报道了关于 QuEChERS 前处理结合气相色谱-串联质谱技术在水果、蔬菜中有机磷类农药的检测应用,但大多只采用了单一基质,如黄瓜^[9]、苦瓜^[10]及苹果^[11]等对样品前处理条件进行优化及方法参数的验证,且提取、净化方法不尽一致;此外,少数学者只分析了豇豆^[12]、大蒜^[13]及猕猴桃^[14]等某一类果蔬品种中有机磷农药的检测技术,研究结果代表性不足,不利于日常大批量不同基质类型的果蔬中有机磷农药的快速、准确定量。因此,本文以四种不同类型的果蔬基质,即普通型、高色素型、高脂肪型及高糖型为样品,优化了不同基质下提取溶剂、净化剂及仪器测定参数,建立 QuEChERS 前处理结合气相色谱-串联质谱测定不同果蔬基质中 33 种有机磷类农药残留量快速检测方法,以期对果蔬中有机磷类农药残留量的准确监测及风险评估提供参考。

1 材料与方法

1.1 样品 四种不同类型的果蔬基质样品:普通型(苹果、黄瓜)、高色素型(草莓、菠菜)、高脂肪型(牛油果、黄豆芽)及高糖型(香蕉、土豆),采自黔西南州内农贸市场。样品取可食部分后,用匀浆机进行充分混匀,冷冻保存。

1.2 仪器与试剂

1.2.1 Trace 1300-TSQ8000 Evo 气相色谱-质谱联用仪(美国 Thermo 公司);BHL-2200H 型分析天平(日本岛津有限公司);UMV-2 多管涡旋混合器(北京优晟联合科技有限公司);H-1850R 台式高速冷冻离心机(长沙湘仪公司);AutoEVA-2plus 全自动平行浓缩仪(曾科集团股份有限公司);快速混匀器(heidolph 公司);Mili-Q 纯水处理机(美国 MILLIPORE 有限公司)。

1.2.2 33 种有机磷农药标准品(浓度均为 1 000 mg/L,北京坛墨质检科技有限公司);环氧七氯 B 内标(质量浓度为 100 mg/L,北京坛墨质检科技有限公司);乙腈(色谱纯,Puredil 有限公司);丙酮(色谱纯,

西陇科学股份有限公司);乙酸(色谱纯,川东化工);乙酸钠(分析纯,成都金山化学试剂有限公司);柠檬酸钠(分析纯,天津市津科精细化工研究所);柠檬酸氢二钠、氯化钠、无水硫酸镁(优级纯,成都艾克达化学试剂有限公司);乙二胺-N-丙基硅烷(primary secondary amine, PSA)(深圳逗点生物公司);十八烷基硅烷键合硅胶(C₁₈)(Sigma-Aldrich 公司);石墨化碳黑(GCB, 120~400 目,天津博纳艾杰尔科技有限公司)。

1.3 标准溶液及内标的配制

1.3.1 33 种有机磷类农药的混合标准溶液 分别吸取 1.00 ml 各标准储备液(1 000 mg/L)于 100 ml 容量瓶中,用丙酮定容至刻度,配制成 10 mg/L 的混合标准中间溶液;再吸取 1.00 ml 混合标准中间溶液(10 mg/L)于 10 ml 容量瓶中,用丙酮定容至刻度,配制成 1.00 mg/L 的混合标准使用溶液,在 -20℃ 避光保存。

1.3.2 内标溶液 将环氧七氯 B 标准液(100 mg/L)用丙酮准确稀释 20 倍后,即浓度为 5.00 mg/L 的内标溶液。

1.3.3 基质混合标准工作溶液 空白基质溶液氮气吹干,加入 30 μl 内标溶液,加入 1.00 ml 相应质量浓度的混合标准溶液复溶后过微孔滤膜,现用现配。

1.4 仪器工作条件

1.4.1 气相色谱条件 HP-5 MS Ultra Inert 色谱柱(30 m×250 μm,0.25 μm,美国 Agilent 公司);柱温(升温程序):40℃保持 1.5 min,以 25℃/min 升温至 90℃保持 1.5 min,以 25℃/min 升温至 180℃,再以 5℃/min 升温至 280℃,再以 10℃/min 升温至 300℃,保持 5 min;运行时间 35 min。载气为氦气(纯度≥99.999%),流速 1.0 ml/min。不分流进样,进样体积 2 μl,进样口温度 250℃,接口温度 280℃。

1.4.2 质谱条件 离子源温度:300℃;传输线温度:280℃;电离模式:电子轰击电离(EI);轰击能量:70 eV;灯丝电流:80 μA;碰撞气:氦气(纯度≥99.999%);溶剂延迟时间:4.5 min;数据采集模式:多反应监测(MRM)。被监测离子及碰撞能量见表 1。

1.5 样品的处理 准确称取 10.00 g 试样于 50 ml 塑料离心管中,加入 10.0 ml 乙腈、1.0 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸氢二钠,盖上离心管盖,剧烈振荡 5 min 后,加入 1.0 g 氯化钠后混匀 1 min,再加入 4.0 g 无水硫酸镁混匀 2 min,4 200 r/min 离心 5 min。吸取 4.00 ml 上清液加到内含 900 mg 无水硫酸镁、150 mg PSA、75 mg C₁₈ 及 15 mg GCB 的 15 ml 塑料离心管中,涡旋混匀 1 min。4 200 r/min 离心 5 min,准确吸取 2.00 ml 上清于 15 ml 试管中,40℃ 水浴中氮气吹至近干。加入 1.00 ml 丙酮复溶,再加入 30 μl 的内标溶液,过微孔

滤膜后上机测定。

2 结果

2.1 有机磷农药保留时间及 MRM 质谱参数的确定

采用全扫描模式对 33 种有机磷农药及内标标准品溶液进行扫描,确定各农药的保留时间,并在各农

药的质谱图中选取强度高且质荷比大的特征离子作为母离子,采用子离子扫描,对选定的母离子打碎,获得其子离子谱图,最后在 MRM 模式下优化所选子离子的最佳碰撞能量,结果见表 1。各农药组分的 MRM 总离子流色谱见图 1。

表 1 方法的质谱参数

Table 1 Mass spectrometric parameters of the method

农药编号	农药名称	保留时间(min)	离子对(m/z)	碰撞电压(V)
1	乙酰甲胺磷(Acephate)	9.71	136/42.1 [*] , 94/64	8, 8
2	莎稗磷(Anilofos)	24.08	225.9/157 [*] , 183.7/157	14, 8
3	乙基谷硫磷(Azinphos-ethyl)	25.51	160/77 [*] , 132/51	16, 26
4	溴苯烯磷(Bromfenvinphos)	18.71	323.1/266.9 [*] , 266.9/159	10, 14
5	乙基溴硫磷(Bromophos-ethyl)	18.06	358.7/302.8 [*] , 96.9/65	15, 16
6	溴硫磷(Bromophos)	16.75	330.8/315.8 [*] , 125/79	14, 6
7	虫螨磷(Chlorthiophos)	20.31	324.9/269 [*] , 268.9/205	12, 14
8	蝇毒磷(Coumaphos)	27.11	361.9/109 [*] , 209.9/119	15, 22
9	百治磷(Dicrotophos)	12.08	192.7/127 [*] , 127/94.9	8, 16
10	敌瘟磷(Edifenphos)	21.46	310/109 [*] , 172.9/65.1	26, 30
11	灭线磷(Ethoprophos)	11.71	200/158 [*] , 157.9/96.9	6, 16
12	丰索磷(Fensulfothion)	20.26	307.9/96.9 [*] , 292/109	26, 15
13	倍硫磷砒(Fenthion sulfone)	20.46	309.9/105 [*] , 135.9/92	10, 10
14	倍硫磷亚砒(Fenthion sulfoxide)	20.29	278/109 [*] , 109/79	15, 8
15	噻唑磷(Fosthiazate peak 1)	16.73	194.9/59.9 [*] , 194.9/102.9	16, 8
16	异稻瘟净(Iprobenfos)	14.15	203.9/91.1 [*] , 91.1/65	8, 16
17	异柳磷(Isofenphos)	17.44	213/121 [*] , 185/121	14, 10
18	氧异柳磷(Isofenfos oxon)	16.38	228.9/121.1 [*] , 200.8/121.1	24, 16
19	马拉氧磷(Malaoxon)	14.80	127/55 [*] , 99/71	5, 8
20	虫螨畏(Methacrifos)	10.43	240/180 [*] , 125/79	10, 8
21	速灭磷(Mevinphos)	9.86	192/127 [*] , 127/95	10, 14
22	对氧磷(Paraoxon-ethyl)	15.15	149/91.1 [*] , 109/81	10, 10
23	硫环磷(Phosfolan)	17.34	195.8/139.9 [*] , 139.9/60	10, 15
24	磷胺(Phosphamidon)	14.59	264.1/127 [*] , 127/94.9	12, 16
25	哌草磷(Piperophos)	23.60	320.1/122.1 [*] , 122.1/53	10, 20
26	嘧啶磷(Pirimiphos-ethyl)	16.83	318.1/166.1 [*] , 304/168.1	12, 12
27	哒嗪硫磷(Pyridaphenthion)	23.20	340/199.1 [*] , 199/77.1	8, 24
28	喹硫磷(Quinalphos)	17.54	157.1/102 [*] , 146/91	22, 30
29	治螟磷(Sulfotep)	12.21	322/202 [*] , 202/145.9	10, 10
30	丁基嘧啶磷(Tebupirimfos)	14.08	261/137.1 [*] , 233.8/110.1	15, 10
31	特丁硫磷砒(Terbufos sulfone)	17.21	199/97 [*] , 125/97	20, 6
32	甲基立枯磷(Tolclofos-methyl)	14.17	266.8/252 [*] , 265/93	12, 25
33	脱叶磷(Tolclofos-methyl)	18.29	202/112.9 [*] , 169.3/57.1	16, 6
34	环氧七氯(Heptachlor epoxide B)	17.00	354.8/264.9 [*] , 352.8/262.9	12, 16

注: * 为定量离子对。

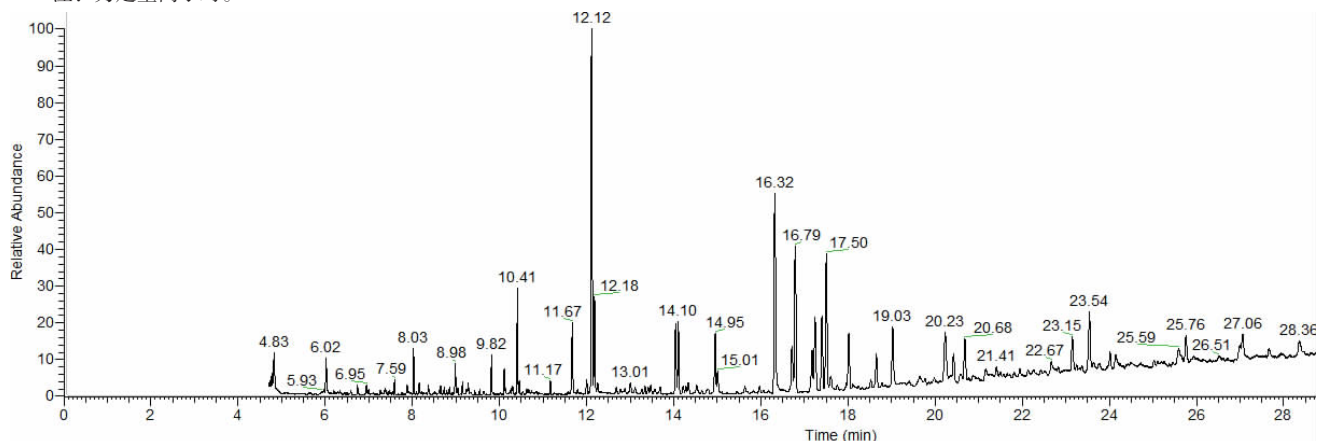


图 1 33 种有机磷农药及内标混合标准溶液(5 mg/L)的 MRM 总离子流色谱图

Figure 1 MRM total ion flow chromatogram of the mixed solution of 33 organophosphorus pesticides and internal standard (5 mg/L)

2.2 样品量的选择 文中考察了取样量为 2.00、5.00、10.00 和 15.00 g 时 8 种果蔬基质中 33 种有机磷有机农药回收率情况。结果表明,与取 5.00 g 样品相比,当取 10.00 g 样品分析时 8 种果蔬基质中回收率为 70%~120%的农药组分占农药总数的平均比例明显提高,可达 82.2%。而取样量过低(2.00 g)或过高(15.00 g)时,可引起农药回收率波动大,结果不稳定或必须加大萃取剂及净化剂量等问题。故取样量为 10.00 g。

2.3 提取溶剂的优化 农残分析中,选择合适的提取剂是提高检测准确度及精密度的关键。研究表明,乙腈因其极性较强,对农残具有较高的提取效率并能有效减少油脂、色素等对农药的干扰;此外,通过加入乙酸盐或柠檬酸钠及柠檬酸氢二钠缓冲盐使样品提取液处于偏酸状态,可明显提高酸碱敏感性农药的回收率^[15]。因此,本文在空白苹果、菠菜和黄豆芽等 8 种果蔬样品中分别添加 0.200 mg/kg 的 33 种有机磷农药混合标准溶液,对比分析了 3 种提取方法的提取效率,即:(1)直接用乙腈提取;(2)采用 10 ml 乙腈 + 1.0 g 柠檬酸钠 + 0.5 g 柠檬酸氢二钠缓冲体系提取;(3)采用 10 ml 1% 乙酸乙腈 + 1.5 g 乙酸钠缓冲体系进行提取。由图 2 可知,当采用方法(2)提取时,33 种有机磷农药在 8 种果蔬基质中均有较好回收率,回收率在 70%~120%之间的农药组分最多,占农药总数的 89.4%,说明该方法的萃取效果最好。因此,实验选择乙腈 + 柠檬酸钠 + 柠檬酸氢二钠缓冲体系进行提取。

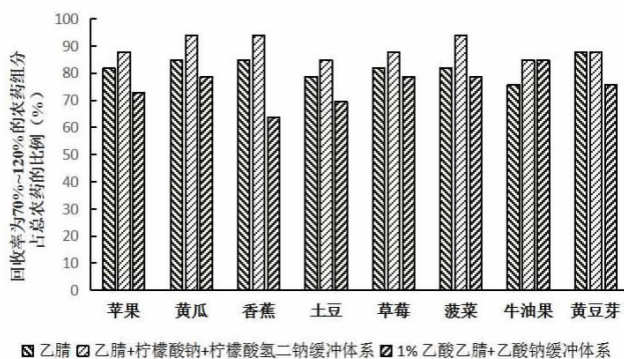


图 2 不同提取方法和基质的加标回收率
Figure 2 Recovery rates of different extraction methods in different substrates

2.4 净化剂的选择 QuEChERS 法常用的净化剂有 PSA、C₁₈ 及 GCB 等。其中,PSA 可有效除去基质中的糖类、脂肪酸和甾醇等成分;C₁₈ 主要用于吸附基质中的脂肪、脂溶性维生素等;而 GCB 除色素、维生素的能力较好,但对含有芳香环、结构具有一定对称性的农药有较强的吸附作用^[16]。通过在 8 种果蔬样品的空

白提取液中分别添加 0.200 mg/kg 的 33 种有机磷农药混合标准溶液,对比分析了 6 种提取方法的农药回收率情况。包括(1)900 mg 无水硫酸镁 + 150 mgPSA;(2)900 mg 无水硫酸镁 + 150 mgPSA + 15 mgGCB;(3)900 mg 无水硫酸镁 + 150 mgPSA + 75 mgC₁₈;(4)900 mg 无水硫酸镁 + 150 mgPSA + 75 mgC₁₈ + 15 mgGCB;(5)900 mg 无水硫酸镁 + 150 mgPSA + 100 mgGCB;(6)900 mg 无水硫酸镁 + 150 mgPSA + 75 mgC₁₈ + 100 mgGCB。由图 3 可知,浅色或无色样品基质样品(如苹果、黄瓜、土豆等)采用方法(1)、(3)、(4)进行净化时,大多数农药具有较好的回收率,而随着 GCB 含量的提高,回收率为 70%~120%的农药组分占农药总数的比例显著降低。深色样品(如菠菜、草莓、牛油果等)在 GCB 含量为 15 mg 时具有较好回收率,随着 GCB 含量提高到 100 mg 时,提取溶液呈澄清透明,但回收率为 70%~120%的农药组分占农药总数的比例明显降低。6 种净化方法下回收率为 70%~120%的农药组分占农药总数的平均比例分别为 60.2%、86.4%、72.7%、92.4%、45.1%、51.1%,即采用方法(4)净化时,8 种果蔬样品的净化效果最好,回收率在 70%~120%之间的农药组分最多。因此,实验选择 900 mg 无水硫酸镁 + 150 mgPSA+75 mgC₁₈+15 mgGCB 对不同果蔬样品进行净化。

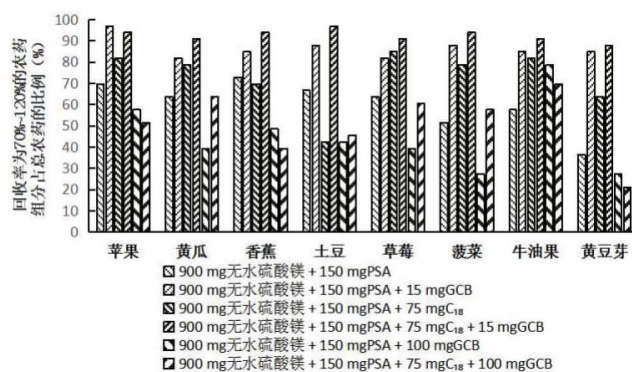


图 3 不同净化方法的回收率
Figure 3 Recovery rates of different purification methods

2.5 基质效应的考察 采用标准曲线斜率比较法考察了 33 种有机磷农药在 8 种不同样品中的基质效应(matrix effect, ME),即 $ME(\%) = (B/A - 1) \times 100$,其中 B 为基质标准曲线斜率,A 为溶剂标准曲线斜率。当 ME 绝对值小于 20%时,表现为弱基质效应;20%~50%表现为中等基质效应;而大于 50%时表现为较强的基质效应^[17]。结果显示,8 种果蔬样品中基质效应大于 50%的有机磷农药组分占农药总数的比例为 45.5%~100%,提示大多数有机磷农药在果蔬中均表现为中强基质效应,这与许炳雯等^[17]研究报道一致。

因此,为了校正基质效应的影响,实验中采用基质配制标准曲线,内标法进行定量。

2.6 方法线性范围和检出限 在空白苹果、菠菜和黄豆芽等 8 种不同基质样品中准确配制含量为 0.05、0.10、0.15、0.20、0.25、0.30、0.35、0.40、0.45 和 0.50 mg/L 的混合标准系列溶液,本法分析后,以组分的质量浓度为横坐标,峰面积与内标峰面积比值为纵坐标绘制标准工作曲线,并以各目标物在阴性样品中的 3 倍、10 倍信噪比分别计算方法的检出限及定量限。结果表明,33 种有机磷农药在 50 ~ 500 $\mu\text{g/L}$ 的浓度范围

内有良好的线性关系,相关系数为 0.995 4 ~ 0.999 2,方法检出限为 1.50 ~ 5.04 $\mu\text{g/kg}$,定量限为 5.01 ~ 16.78 $\mu\text{g/kg}$,均低于 0.02 mg/kg。

2.7 方法加标回收率及精密度 在不同基质空白样品中分别加入 3 个不同浓度的混合标准溶液(加标后含量分别为 0.040、0.125 和 0.200 mg/kg)。放置过夜后,按本法进行平行 6 次测定,以分析不同基质下方法的加标回收率及精密度情况。结果表明,在 3 个加标水平下的平均回收率为 71.4% ~ 119.1%,相对标准偏差均低于 12%。见表 2。

表 2 不同加标水平和基质的回收率及相对标准偏差(%)

Table 2 Recovery rates and relative standard deviations (%) of different spiked levels in different substrates

样品名称	加标 1(0.040 mg/kg)		加标 2(0.125 mg/kg)		加标 3(0.200 mg/kg)	
	平均回收率	相对标准偏差	平均回收率	相对标准偏差	平均回收率	相对标准偏差
苹果	80.5 ~ 117.3	2.6 ~ 9.6	94.3 ~ 114.6	1.6 ~ 6.6	75.0 ~ 111.8	2.2 ~ 9.7
黄瓜	81.9 ~ 118.3	3.3 ~ 10.2	81.1 ~ 107.9	4.1 ~ 9.8	72.8 ~ 108.6	1.2 ~ 6.4
香蕉	76.0 ~ 118.0	3.0 ~ 8.1	77.7 ~ 109.9	3.6 ~ 7.9	74.5 ~ 116.1	3.1 ~ 9.4
土豆	73.8 ~ 113.9	2.3 ~ 9.5	74.3 ~ 103.2	2.1 ~ 7.6	72.0 ~ 100.2	3.8 ~ 12.0
草莓	82.5 ~ 118.0	1.9 ~ 9.2	89.2 ~ 118.9	3.1 ~ 10.2	73.3 ~ 110.1	1.9 ~ 9.0
菠菜	83.4 ~ 118.7	1.5 ~ 7.9	91.0 ~ 117.7	3.8 ~ 11.0	72.7 ~ 119.1	4.1 ~ 10.6
牛油果	73.2 ~ 118.9	2.4 ~ 9.9	74.8 ~ 117.0	4.4 ~ 11.9	80.5 ~ 117.6	4.9 ~ 11.0
黄豆芽	97.2 ~ 118.8	3.4 ~ 12.0	76.0 ~ 118.0	1.8 ~ 9.9	71.4 ~ 118.9	1.7 ~ 10.1

2.8 实际样品的检测 将本实验建立的方法应用于韭菜、菠菜、土豆、黄豆芽、黄瓜、西红柿等 46 份蔬菜以及苹果、香蕉、火龙果、草莓、猕猴桃等 13 份水果,共 59 份,结果显示,1 份香菜检出乙酰甲胺磷,1 份圆白菜检出啶硫磷农药残留,其他样品均未检出相应农药。

3 结论

本文采用 QuEChERS 结合气相色谱-串联质谱技术测定了不同基质类型的水果、蔬菜中 33 种有机磷类农药,通过优化样品提取、净化及仪器工作条件,有效简化了操作流程,建立了不同果蔬样品中有机磷农药残留的气质联用法定性定量分析方法。该方法简单快速、灵敏度高、重现性较好,适用于大批量不同果蔬基质中有机磷类农药残留检测,为果蔬产品中农药残留污染的安全风险评估工作提供了技术支持。

利益冲突声明 本研究不存在任何利益冲突

参考文献

- [1] 伍婷,李备,吴龙. 海南热带果蔬农药残留现状分析及对策研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2023, 14(13): 117-125.
Wu T, Li B, Wu L. Research on current situation and countermeasures of pesticide residues in tropical fruit and vegetable in Hainan [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2023, 14(13): 117-125.
- [2] 孙钰洁,刁春友,闫晓阳,等. 江苏省蔬菜中农药残留超标风险

状况分析及对策建议 [J]. 江苏农业科学, 2022, 50(17): 205-210.

Sun YJ, Diao CY, Yan XY, et al. Analysis and suggestions for the risk of pesticides in vegetable residues in Jiangsu Province[J]. Jiangsu Agricultural Sciences, 2022, 50(17): 205-210.

- [3] Sagiv SK, Mora AM, Rauch S, et al. Prenatal and childhood exposure to organophosphate pesticides and behavior problems in adolescents and young adults in the CHAMACOS study[J]. Environmental Health Perspectives, 2023, 131(6): 67008.

- [4] 聂丹丹,徐斌,代飞飞,等. 2018-2021 年潍坊市市售蔬菜水果中有机磷农药残留状况调查 [J]. 食品安全导刊, 2022(11): 101-103.

Nie DD, Xu B, Dai FF, et al. Investigation of organophosphorus pesticide residues in vegetables and fruits Sold in Weifang from 2018 to 2021[J]. China Food Safety Magazine, 2022(11): 101-103.

- [5] 张倩,郭学斌,刘大晶,等. 2017-2019 年青海省市售蔬菜、水果和茶叶中农药残留状况分析 [J]. 医学动物防制, 2022, 38(4): 345-348, 353.

Zhang Q, Guo XB, Liu DJ, et al. Analysis of pesticide residues in commercial vegetables, fruits and tea in Qinghai Province from 2017 to 2019 [J]. Journal of Medical Pest Control, 2022, 38(4): 345-348, 353.

- [6] 罗茜,郭洪梅,蔡函青,等. 分析保护剂补偿基质效应 GC-MS/MS 测定果蔬中 24 种有机磷农药残留[J]. 中国测试, 2023, 49(7): 69-75.

Luo Q, Guo HM, Cai HQ, et al. Determination of 24 organophosphorus pesticide residues in fruits and vegetables by GC-MS/MS based on matrix effect compensation of analyte protectants [J]. China Mea-

- surement & Testing Technology, 2023, 49(7): 69-75.
- [7] 陈玲, 刘霜霜, 王锡兰, 等. QuEChERS 技术净化材料在果蔬农药残留检测中的应用进展 [J]. 食品安全质量检测学报, 2023, 14(3): 1-9.
Chen L, Liu SS, Wang XL, et al. Application progress of QuEChERS technique purify agent in pesticide residue detection of fruit and vegetables[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2023, 14(3): 1-9.
- [8] 范小振, 郭琳琳, 刘博静, 等. 新国标背景下食品中残留有机磷农药检测方法研究进展[J]. 沧州师范学院学报, 2023, 39(1): 1-8.
Fan XZ, Guo LL, Liu BJ, et al. Research progress of detection methods of organophosphorus pesticides residues in food under the background of the new National standard[J]. Journal of Cangzhou Teachers' College, 2023, 39(1): 1-8.
- [9] 李敏, 王蓓蓓, 卫星华, 等. QuEChERS-气相色谱-三重四极杆-串联质谱法测定果蔬中 222 种农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(16): 6513-6521.
Li M, Wang BB, Wei XH, et al. Determination of 222 kinds of pesticide residues in vegetables and fruits by QuEChERS-gas chromatography-triple quadrupole-tandem mass spectrometry[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2021, 12(16): 6513-6521.
- [10] 杨玉平, 谢柏艳. QuEChERS-气相色谱-串联质谱法测定蔬菜水果中 48 种农药及其代谢物残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(9): 3700-3708.
Yang YP, Xie BY. Determination of 48 kinds of pesticide and its metabolite residues in vegetables and fruits by QuEChERS-gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2021, 12(9): 3700-3708.
- [11] 段夏菲, 曾雅, 李映霞, 等. QuEChERS-气相色谱-质谱法检测果品中 41 种有机磷类农药残留 [J]. 中国卫生检验杂志, 2018, 28(15): 1797-1802.
Duan XF, Zeng Y, Li YX, et al. Determination of 41 organophosphorus pesticide residues in fruits by QuEChERS and gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2018, 28(15): 1797-1802.
- [12] 刘进进, 王利民. 基于 QuEChERS-GC-MS/MS 法同时测定豇豆中 15 种有机磷农药残留[J]. 中国食品添加剂, 2023, 34(5): 274-280.
Liu JJ, Wang LM. Determination of 15 organophosphorus pesticide residues in cowpea by GC-MS/MS with QuEChERS method[J]. China Food Additives, 2023, 34(5): 274-280.
- [13] 陈燕敏, 陈丽香, 郭海柔, 等. QuEChERS-气相色谱-三重四极杆质谱法测定大蒜中 3 种农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(10): 4202-4209.
Chen YM, Chen LX, Guo HR, et al. Determination of 3 kinds of pesticide residues in garlic by QuEChERS-gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2021, 12(10): 4202-4209.
- [14] 韩世明, 李志, 王月霞, 等. 基于 QuEChERS-GC-MS/MS 法同时测定猕猴桃中 15 种有机磷农药残留[J]. 中国酿造, 2022, 41(5): 223-228.
Han SM, Li Z, Wang YX, et al. Simultaneous determination of 15 kinds of organophosphorus pesticides residues in kiwifruit based on QuEChERS-GC-MS/MS[J]. China Brewing, 2022, 41(5): 223-228.
- [15] Wondimu KT, Geletu AK. Residue analysis of selected organophosphorus and organochlorine pesticides in commercial tomato fruits by gas chromatography mass spectrometry [J]. Heliyon, 2023, 9(3): e14121.
- [16] 司露露, 梁杨琳, 吕春秋, 等. QuEChERS-气相色谱-串联质谱法和高效液相色谱-串联质谱法快速检测蔬菜中 267 种香港规例中的农药残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(1): 122-136.
Si LL, Liang YL, Lv CQ, et al. Rapid determination of 267 kinds of Hong Kong regulatory pesticide residues in vegetables by QuEChERS combined with gas chromatography-tandem mass spectrometry and high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2021, 12(1): 122-136.
- [17] 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]. Journal of Food Safety & Quality, 2020, 11(23): 8784-8792.

收稿日期: 2023-08-20

读者·作者·编者

作者撰写论文时使用参考文献的要求

参考文献不仅增加论文的学术性, 而且表明论文的科学依据, 也是对他人劳动成果的尊重。凡无参考文献的文章, 国家进行论文统计时不予统计。因此, 希望作者撰写论文时, 凡在文中引用他人数据或观点时, 应使用参考文献。并按参考文献的书写要求书写完整, 按论文中引用出现的先后进行参考文献排序和在论文中作相应标注。参考文献宜选用新近 1~5 年内的权威性学术期刊。欢迎引用本刊论文。未公开发表的文献不宜引用。