

实验技术与方法

# 通过式固相萃取净化/超高效液相色谱-串联质谱法测定黄瓜、番茄及豇豆中的克百威与涕灭威残留

覃国新<sup>1\*</sup>, 劳水兵<sup>1</sup>, 莫仁甫<sup>1</sup>, 闫飞燕<sup>1</sup>, 王静<sup>2</sup>, 金茂俊<sup>2</sup>,  
何洁<sup>1</sup>, 周其峰<sup>1</sup>, 杨玉霞<sup>1</sup>, 王海军<sup>1</sup>, 陈伟<sup>1</sup>

(1. 广西壮族自治区农业科学院 农产品质量安全与检测技术研究所, 农业部甘蔗品质监督检验测试中心(南宁), 广西 南宁 530007; 2. 中国农业科学院 农业质量标准与检测技术研究所, 农业部农产品质量安全重点实验室, 北京 100081)

**摘要:**建立了黄瓜、番茄和豇豆中克百威和涕灭威及其代谢物3-羟基克百威、涕灭威砒、涕灭威亚砒的超高效液相色谱-串联质谱检测方法。样品经乙腈和 QuEChERS (0.5 g 柠檬酸二钠盐合物、1 g 无水柠檬酸钠、1 g 氯化钠、4 g MgSO<sub>4</sub>) 提取盐包提取, Oasis PRiME HLB 固相萃取柱通过式净化, 超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS)进行检测, 采用空白基质匹配的校准曲线外标法定量。结果显示, 2种农药及其代谢物均在0.001~0.5 mg/L 范围内呈良好的线性关系, 相关系数均大于0.996 0。在0.02~0.2 mg/kg 加标浓度范围内的平均回收率为80.4%~110%, 相对标准偏差(RSD)为1.1%~4.8%。克百威、3-羟基克百威、涕灭威、涕灭威砒和涕灭威亚砒的检出限(LOD)分别为0.07、0.3、1.0、4.0、13 μg/kg, 定量下限(LOQ)分别为0.2、1.0、2.0、13、42 μg/kg。

**关键词:** 通过式固相萃取; 超高效液相色谱-串联质谱; 黄瓜; 番茄; 豇豆; 克百威; 涕灭威; 代谢物  
**中图分类号:** O657.72 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-4957(2019)08-0967-06

## Determination of Carbofuran and Aldicarb Residues in Cucumber, Tomato and Cowpea by Ultra Performance Liquid Chromatography - Tandem Mass Spectrometry with Pass-through Solid Phase Extraction

QIN Guo-xin<sup>1\*</sup>, LAO Shui-bing<sup>1</sup>, MO Ren-fu<sup>1</sup>, YAN Fei-yan<sup>1</sup>, WANG Jing<sup>2</sup>, JIN Mao-jun<sup>2</sup>,  
HE Jie<sup>1</sup>, ZHOU Qi-feng<sup>1</sup>, YANG Yu-xia<sup>1</sup>, WANG Hai-jun<sup>1</sup>, CHEN Wei<sup>1</sup>

(1. Institute for Agricultural Product Quality Safety and Testing Technology, Guangxi Academy of Agricultural Sciences, Quality Inspection and Test Center for Sugarcane and Its Product, China Ministry of Agriculture(Nanning), Nanning 530007, China; 2. Key Laboratory for Agro-Product Quality and Safety, Ministry of Agriculture, Institute of Quality Standard and Testing Technology for Agro-Products, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Beijing 100081, China)

**Abstract:** An ultra performance liquid chromatography - tandem mass spectrometric (UPLC - MS/MS) method was developed for the determination of carbofuran and aldicarb, as well as their metabolites carbofuran-3-hydroxy, aldicarb-sulfone and aldicarb-sulfoxide in cucumber, tomato and cowpea. The samples were extracted with acetonitrile and QuEChERS salt packets containing 0.5 g sodium sesquihydrate, 1 g sodium citrate, 1 g NaCl and 4 g MgSO<sub>4</sub>, and purified by pass-through solid phase extraction using an Oasis PRiME HLB column, then analyzed by UPLC - MS/MS. The matrix effects were observed in the analysis of the analytes in sample. The quantitations were performed by

收稿日期: 2019-03-14; 修回日期: 2019-04-22

基金项目: 广西省自然科学基金面上项目(2017GXNSFAA198231); 广西省自然科学基金青年基金项目(2016GXNSFBA380147); 广西科技重大专项(桂科 AA17204043-2); 广西农业科学院基本科研业务专项(2017YZ04, 桂农科2018YT34); 广西农业科学院科技发展基金项目(桂农科2018JZ09, 桂农科2018JZ10, 桂农科2018JZ11)

\* 通讯作者: 覃国新, 硕士, 工程师, 研究方向: 农产品质量安全风险评估, E-mail: qinguoxin168@163.com

the external standard method with matrix-matched calibration standards. There were linear relationships for carbofuran, carbofuran-3-hydroxy, aldicarb, aldicarb-sulfone and aldicarb-sulfoxide in the range of 0.001 – 0.5 mg/L with their correlation coefficients( $r$ ) larger than 0.996 0. Recoveries for cucumber, tomato and cowpea at spiked levels of 0.02 – 0.2 mg/kg ranged from 80.4% to 110%, with relative standard deviations(RSDs) of 1.1% – 4.8%. The limits of detection(LOD,  $S/N=3$ ) for carbofuran, carbofuran-3-hydroxy, aldicarb, aldicarb-sulfone and aldicarb-sulfoxide were 0.07, 0.3, 1.0, 4.0 and 13  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , respectively, and the limits of quantitation(LOQ,  $S/N=10$ ) were 0.2, 1.0, 2.0, 13 and 42  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , respectively.

**Key words:** pass-through solid phase extraction; ultra performance liquid chromatography – tandem mass spectrometry; cucumber; tomato; cowpea; carbofuran; aldicarb; metabolites

黄瓜、番茄和豇豆是人们日常生活中常见的蔬菜,具有生长期较短、市场流通快等特点,但容易受霜霉病、灰霉病、根腐病、灰色疫等病虫害的危害,虽然杀虫剂、杀菌剂等农药的使用在一定程度上防治了病虫害,并提高了蔬菜产量,但也造成了蔬菜中的农药残留。克百威、涕灭威属于氨基甲酸酯类农药,常用作杀虫剂和杀菌剂而被广泛应用<sup>[1-3]</sup>,虽然国家已禁止使用克百威和涕灭威,但其作为高效广谱的杀虫剂仍广泛用于农业生产中<sup>[4-5]</sup>,克百威和涕灭威在自然界中降解比较快,在农作物中主要以 3-羟基克百威、涕灭威砒、涕灭威亚砒等代谢产物形式存在,对人类健康和生态环境势必会造成严重的毒害<sup>[6-7]</sup>。因此,需同时监测农药母体及其代谢物的残留量,才能达到有效监控食品安全的目的。

我国国家强制性标准《食品中农药最大残留限量》(GB 2763 – 2016)<sup>[8]</sup>规定瓜类和豆类蔬菜中克百威及 3-羟基克百威之和的最大残留量为 0.02 mg/kg,涕灭威及涕灭威砒、涕灭威亚砒之和的最大残留量为 0.03 mg/kg。已有检测克百威和涕灭威的方法主要为气相色谱法<sup>[9]</sup>、气相色谱 – 串联质谱法<sup>[10-11]</sup>、液相色谱<sup>[12-13]</sup>、液相色谱 – 串联质谱法<sup>[14-15]</sup>等。但这些方法的样品前处理需多次提取、固相萃取净化、衍生化等操作,操作繁琐、费时,很难满足大批样品的快速、高通量检测需求。

目前,蔬菜中克百威等氨基甲酸酯类农药残留一般采用固相萃取或 QuEChERS 方法进行前处理,高效液相色谱 – 串联质谱法(HPLC – MS/MS)进行检测<sup>[16-17]</sup>;而采用通过式固相萃取净化进行样品前处理的研究仅有几篇文献报道,如励炯等采用通过式固相萃取技术,提取液使用 Oasis PRiME HLB 固相萃取柱通过式净化,建立了特殊医学用途配方食品中 13 种非法添加降糖类化学成分的分析方法,方法无需复杂的样品前处理,不仅有效降低了基质效应,而且提高了分析的灵敏度和选择性<sup>[18]</sup>;高洁等采用新型通过式固相萃取技术结合超高效液相色谱 – 串联质谱法,建立了同时测定猪肉中 52 种同化激素的快速分析方法,样品经乙腈涡旋提取后,用 Oasis PRiME HLB 固相萃取柱通过式净化,多反应监测模式检测,不仅操作简单,分析速度快;而且灵敏度高,准确可靠<sup>[19]</sup>。可见,采用通过式固相萃取净化技术,大大缩短了样品前处理时间,从而有效提高检测效率。但目前未见采用通过式固相萃取技术对黄瓜、番茄和豇豆等蔬菜中克百威和涕灭威及其代谢物残留进行前处理的研究报道。因此,本研究采用乙腈和 QuEChERS 提取盐包提取,经 Oasis PRiME HLB 柱通过式固相萃取净化,超高效液相色谱 – 串联质谱(UPLC – MS/MS)法测定,建立了同时检测黄瓜、番茄和豇豆中克百威、3-羟基克百威、涕灭威、涕灭威砒和涕灭威亚砒残留的分析方法。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

Xevo TQ – S 型超高效液相色谱 – 三重四极杆串联质谱仪(UPLC – MS/MS)(配有电喷雾离子源,美国 Waters 公司);DS – 1 型高速组织捣碎机(上海标模仪器厂);LD5 – 2A 型低速离心机(北京京立离心机有限公司);Oasis PRiME HLB 通过式固相萃取柱(3 cc, 150 mg, 2 mL, 部件号 186008717, 使用前无需活化,沃特世科技(上海)有限公司);克百威(1 000 mg/L)和 3-羟基克百威(1 000 mg/L)标准品购于北京振翔科技有限公司;涕灭威(100 mg/L)、涕灭威砒(100 mg/L)和涕灭威亚砒(100 mg/L)标准品均购于上海安普实验科技股份有限公司;QuEChERS 提取盐包(含 0.5 g 柠檬酸二钠盐合物、1 g 无

水柠檬酸钠、1 g 氯化钠、4 g  $MgSO_4$ , 部件号 186006813, 沃特世科技(上海)有限公司); 乙腈(色谱纯, 赛默飞世尔(中国)科技有限公司)。

## 1.2 标准溶液的配制

准确移取 2 种农药及其代谢物标准溶液, 用乙腈配成质量浓度为 10 mg/L 的标准中间混合溶液, 使用时用溶剂或空白基质提取液逐级稀释至所需浓度。

## 1.3 样品前处理

取新鲜黄瓜、番茄和豇豆试样(购于本地市场), 用组织捣碎机粉碎并混匀, 准确称取 10.00 g, 加入 20.0 mL 乙腈, 涡旋提取 1 min, 再加入 QuEChERS 提取盐包, 涡旋提取 1 min, 以 4 000 r/min 离心 5 min, 收集上清液, 供 Oasis PRiME HLB 固相萃取柱净化。

将 Oasis PRiME HLB 固相萃取柱(无需活化)安装到预先清洁过的锥形瓶上, 取 2 mL 上清液通过 Oasis PRiME HLB 柱并收集全部滤液, 过 0.22  $\mu m$  有机微孔滤膜, 供 UPLC-MS/MS 测定。

## 1.4 超高效液相色谱-质谱条件

**1.4.1 色谱条件** 色谱柱: ACQUITY UPLC BEH  $C_{18}$  色谱柱(2.1 mm  $\times$  100 mm, 1.7  $\mu m$ , 美国 Waters 公司); 流动相: A 为乙腈, B 为 0.1% 甲酸溶液。梯度洗脱程序: 0~0.8 min, 10%~40% A; 0.8~2.8 min, 40%~60% A; 2.8~3.8 min, 60%~80% A; 3.8~4.7 min, 80%~90% A; 4.7~5.7 min, 90% A; 5.7~6.0 min, 90%~10% A; 6.0~7.0 min, 10% A; 柱温 35  $^{\circ}C$ , 流速 0.3 mL/min, 进样体积 2.0  $\mu L$ 。

**1.4.2 质谱条件** 采用电喷雾 ESI<sup>+</sup> 离子源, 多反应监测(MRM)模式, 脱溶剂气温度 400  $^{\circ}C$ , 电喷雾电压 3.0 kV, 离子源温度 150  $^{\circ}C$ , 脱溶剂气流速 700 L/h。在分析过程中, 以离子对(母离子和两个子离子)信息进行定性分析; 以母离子和响应值最高的子离子进行定量分析。克百威、3-羟基克百威、涕灭威、涕灭威砒、涕灭威亚砒在多反应监测模式下的质谱参数见表 1。

表 1 克百威、3-羟基克百威、涕灭威、涕灭威砒和涕灭威亚砒的质谱参数

Table 1 MS/MS parameters for the analysis of carbofuran, carbofuran-3-hydroxy, aldicarb, aldicarb-sulfone and aldicarb-sulfoxide

Insecticides	Precursor ion( $m/z$ )	Product ion( $m/z$ )	Declustering potential/V	Collision energy/V
Carbofuran(克百威)	222.1	123.0, 165.1*	30, 30	16, 16
Carbofuran-3-hydroxy(3-羟基克百威)	238.0	163.0, 181.0*	28, 28	16, 10
Aldicarb(涕灭威)	213.1	116.1, 89.1*	24, 24	11, 16
Aldicarb-sulfone(涕灭威砒)	223.0	86.0*, 148.0	30, 30	14, 10
Aldicarb-sulfoxide(涕灭威亚砒)	207.0	89.0*, 132.0	30, 30	14, 10

\* quantitative ion

## 2 结果与讨论

### 2.1 仪器条件的优化

**2.1.1 质谱条件的优化** 采用 0.5 mg/L 待测化合物标准溶液, 分别在正离子(ESI<sup>+</sup>)和负离子(ESI<sup>-</sup>)模式下进行全扫描。结果显示, 2 种杀虫剂及其代谢物均在 ESI<sup>+</sup> 模式下响应值更高, 因此选择正离子扫描方式, 并确定了克百威、3-羟基克百威、涕灭威、涕灭威砒、涕灭威亚砒母离子分别为  $m/z$  222.1、238.0、213.1、223.0、207.0。其它优化后的质谱参数见表 1。

**2.1.2 色谱条件的优化** 实验对比了甲醇和乙腈为有机流动相的分析效果, 发现采用乙腈时各待测物峰形较好且响应值更高, 因此选择乙腈-0.1% 甲酸溶液为流动相, 并优化了流动相梯度洗脱条件, 使待测农药的灵敏度和重现性均较好。另外, 实验比较了 BEH  $C_{18}$ (2.1 mm  $\times$  100 mm, 1.7  $\mu m$ )和 HSS T3(2.1 mm  $\times$  100 mm, 1.8  $\mu m$ )2 种色谱柱的分离效果, 结果发现采用 BEH  $C_{18}$  色谱柱分析时, 待测农药的峰形和保留时间均较理想。在优化色谱-质谱条件下, 2 种农药及其代谢物在黄瓜、番茄和豇豆加标样品中的 MRM 色谱图如图 1 所示, 由图可见, 样品基质不干扰 2 种农药及其代谢物的测定。

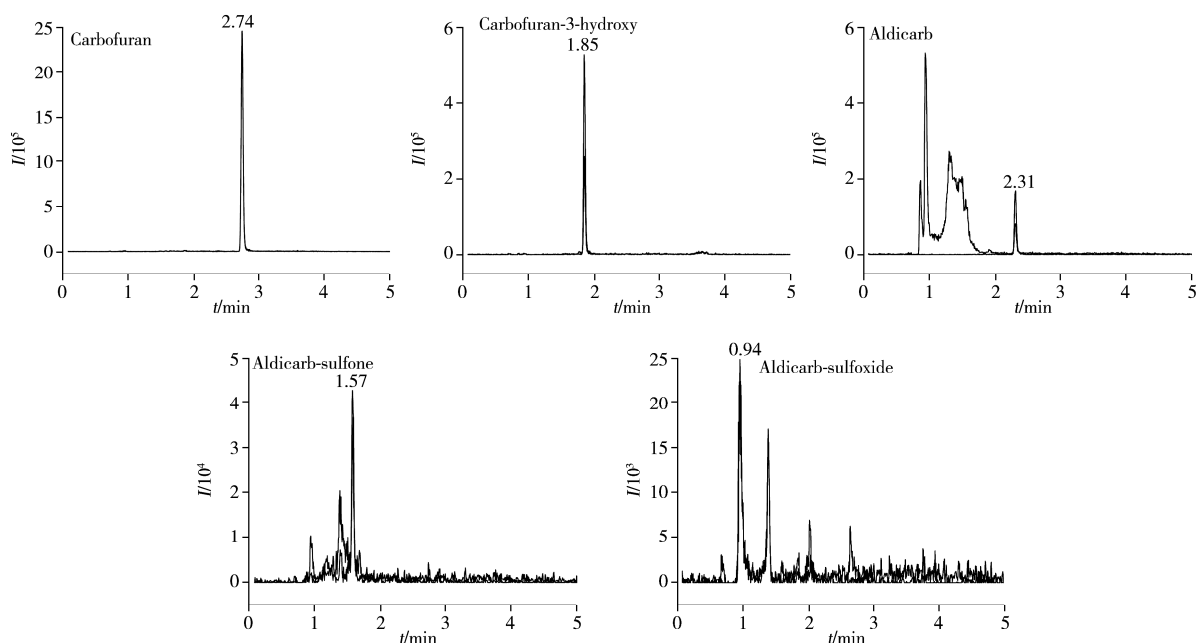


图 1 2 种杀虫剂及其代谢物在黄瓜、番茄和豇豆混合空白样品基质加标(0.05 mg/kg)下的 MRM 色谱图  
Fig. 1 MRM chromatograms of 2 kinds of insecticides and its metabolites of mixed blank samples of cucumber, tomato and cowpea spiked at 0.05 mg/kg level

## 2.2 净化方式的选择

样品的提取和净化作为检测方法的关键技术,直接影响方法的回收率、灵敏度和精密度,尤其是植物源性食品中存在的大量色素会随着目标化合物被提取出来,基质干扰严重。本文采用乙腈涡旋提取 1 min,加入 QuEChERS 提取盐包,再涡旋提取 1 min,离心后,上清液直接加载至 Oasis PRiME HLB 固相萃取柱以吸附色素等干扰物质,与传统非通过式固相萃取净化比较,本方法上样前无需活化和平衡柱子,且不涉及洗脱和浓缩程序,显著缩短了样品前处理时间,操作更简单,且方法回收率和精密度均满足检测要求。

## 2.3 样品基质效应的考察

取不含待测物的黄瓜、番茄和豇豆空白样品,经“1.3”方法处理后,到空白基质提取净化液,用此基质提取净化液逐级稀释 10 mg/L 的待测物混合标准溶液,配成 0.001、0.005、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L 的基质提取净化标准工作液。在优化的条件下进样测定,以待测物质量浓度( $X$ , mg/L)为横坐标,对应定量离子对峰面积( $Y$ )为纵坐标绘制基质匹配标准曲线。以基质匹配标准曲线斜率/纯溶剂标准曲线斜率计算基质效应(ME),斜率比越接近 1,表示基质效应越小,结果见表 2。结果显示,克百威和涕灭威及其代谢物 3-羟基克百威、涕灭威砒、涕灭威亚砒均存在较大的基质效应( $ME < 0.8$ ),这可能与样品基质、化合物性质和离子化效果等因素相关。因此,为减小样品基质效应,本实验选择基质匹配标准曲线外标法定量。

表 2 黄瓜、番茄和豇豆中 2 种杀虫剂及其代谢物的基质效应

Table 2 Matrix effects of 2 kinds of insecticides and its metabolites residues in matrix of cucumber, tomato and cowpea

Insecticides	Calibration equation				Slope matrix/slope solvent		
	Acetonitrile	Cucumber	Tomato	Cowpea	Cucumber	Tomato	Cowpea
Carbofuran	$Y = 8152.5X + 2777.6$	$Y = 4271.9X + 3514.1$	$Y = 4747.6X + 2313.3$	$Y = 2715.9X + 3508.6$	0.523	0.582	0.333
Carbofuran-3-hydroxy	$Y = 2669.1X + 1029.8$	$Y = 993.3X + 646.5$	$Y = 1104.1X + 844.5$	$Y = 548.0X + 197.1$	0.372	0.414	0.205
Aldicarb	$Y = 815.76X + 50.19$	$Y = 563.5X + 123.45$	$Y = 582.1X + 162.2$	$Y = 157.1X + 43.6$	0.691	0.714	0.193
Aldicarb-sulfone	$Y = 335.46X + 117.25$	$Y = 116.2X + 182.95$	$Y = 98.2X + 223.1$	$Y = 48.22X + 109.3$	0.347	0.293	0.144
Aldicarb-sulfoxide	$Y = 16.14X + 69.36$	$Y = 12.80X + 40.98$	$Y = 11.99X + 317.22$	$Y = 7.06X - 9.9$	0.793	0.743	0.437

## 2.4 方法的线性范围、检出限与定量下限

在优化条件下, 黄瓜、番茄和豇豆中的克百威、3-羟基克百威、涕灭威、涕灭威砒和涕灭威亚砒在0.001~0.5 mg/L 范围内具有良好的线性关系(见表2), 相关系数均大于0.996 0。以3倍信噪比( $S/N=3$ )计算得克百威、3-羟基克百威、涕灭威、涕灭威砒和涕灭威亚砒的检出限(LOD)分别为0.07、0.3、1.0、4.0、13  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 以 $S/N=10$ 计算得其定量下限(LOQ)分别为0.2、1.0、2.0、13、42  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。方法中各待测物的LOD均比国家限量标准值低<sup>[8]</sup>, 完全满足日常检测需求。

## 2.5 回收率与精密度

取市售未检出2种农药及其代谢物的黄瓜、番茄和豇豆样品为空白进行低、中、高3个浓度水平的加标回收实验(通过式净化方式和非通过式净化方式比较), 10 g 匀浆样品中克百威、3-羟基克百威、涕灭威和涕灭威砒加标浓度为0.02、0.05、0.2 mg/kg, 涕灭威亚砒为0.05、0.1、0.2 mg/kg, 在优化条件下测定, 结果见表3。结果显示, 克百威和涕灭威及其代谢物3-羟基克百威、涕灭威砒、涕灭威亚砒在黄瓜、番茄和豇豆中通过式和非通过式2种净化方式的平均回收率分别为80.4%~110%和74.5%~99.6%, 相对标准偏差(RSD)分别为1.1%~4.8%和1.4%~5.9%。由此可见, 2种方法的回收率和精密度均满足检测要求, 但本方法操作更简单, 样品前处理时间更短, 且回收率整体较高。

表3 实际样品中2种杀虫剂及其代谢物残留量回收率和相对标准偏差( $n=6$ )  
Table 3 Recoveries and RSD( $n=6$ ) of 2 kinds of insecticides and its metabolites residues in real samples

Sample	Insecticides	Spiked(mg/kg)	Recovery/%		RSD/%	
			Pass-through extraction	Non pass-through extraction	Pass-through extraction	Non pass-through extraction
Cucumber	Carbofuran	0.02, 0.05, 0.2	94.6, 95.8, 96.6	93.0, 94.7, 95.6	2.0, 1.9, 1.5	3.0, 2.9, 1.4
	Carbofuran-3-hydroxy	0.02, 0.05, 0.2	87.6, 89.4, 96.6	85.6, 88.4, 96.0	1.6, 2.1, 2.4	2.6, 2.7, 1.5
	Aldicarb	0.02, 0.05, 0.2	80.5, 100, 105	78.5, 90.5, 89.6	3.5, 1.8, 2.9	3.8, 2.8, 4.9
	Aldicarb-sulfone	0.02, 0.05, 0.2	102, 91.0, 100	77.3, 84.0, 86.5	3.6, 2.1, 1.6	4.2, 2.7, 3.6
	Aldicarb-sulfoxide	0.05, 0.1, 0.2	89.7, 87.4, 98.8	75.7, 80.4, 85.8	3.2, 2.5, 1.3	5.2, 2.9, 3.3
Tomato	Carbofuran	0.02, 0.05, 0.2	92.1, 95.9, 101	90.3, 95.5, 99.6	1.8, 2.2, 1.3	4.1, 3.2, 2.3
	Carbofuran-3-hydroxy	0.02, 0.05, 0.2	85.6, 89.9, 98.6	83.6, 85.9, 97.6	2.6, 1.9, 1.8	2.9, 2.1, 3.1
	Aldicarb	0.02, 0.05, 0.2	82.5, 90.4, 109	80.0, 89.4, 98.6	3.4, 2.1, 1.5	3.6, 3.1, 2.5
	Aldicarb-sulfone	0.02, 0.05, 0.2	110, 95.0, 103	79.3, 85.0, 87.1	2.6, 2.1, 1.9	4.5, 3.3, 4.1
	Aldicarb-sulfoxide	0.05, 0.1, 0.2	84.7, 89.4, 95.8	74.7, 84.4, 85.8	4.8, 2.5, 1.9	5.9, 3.4, 2.5
Cowpea	Carbofuran	0.02, 0.05, 0.2	92.6, 97.8, 98.6	91.8, 94.5, 95.0	2.0, 1.3, 1.1	2.7, 3.3, 1.9
	Carbofuran-3-hydroxy	0.02, 0.05, 0.2	83.6, 82.4, 95.6	82.5, 83.6, 92.8	1.8, 2.1, 1.8	2.9, 3.3, 4.1
	Aldicarb	0.02, 0.05, 0.2	81.5, 80.4, 94.6	74.5, 79.8, 88.6	3.5, 2.6, 1.9	4.2, 3.2, 3.0
	Aldicarb-sulfone	0.02, 0.05, 0.2	109, 86.0, 90.1	79.3, 83.0, 86.2	2.9, 3.1, 2.0	3.8, 4.1, 3.9
	Aldicarb-sulfoxide	0.05, 0.1, 0.2	106, 83.4, 90.8	75.9, 82.2, 84.8	4.2, 1.9, 2.3	4.8, 2.4, 2.6

## 2.6 实际样品检测

从本地农贸市场分别随机抽取10份黄瓜、番茄和豇豆对其中的克百威、3-羟基克百威、涕灭威、涕灭威砒和涕灭威亚砒进行检测, 均未检出上述农药残留。

## 3 结论

本研究采用新型通过式固相萃取技术, 建立了超高效液相色谱-串联质谱法测定黄瓜、番茄和豇豆中克百威和涕灭威及其代谢物(3-羟基克百威、涕灭威砒、涕灭威亚砒)残留的分析方法。采用通过式固相萃取技术, 上样前无需活化和平衡, 以Oasis PRiME HLB替代常规填料GCB对样品进行净化, 不但能去除色素、磷脂等干扰杂质且能保持待测物较高的回收率, 同时有效的缩短了样品前处理时间, 方法操作简便、灵敏度高、定量下限低、稳定可靠, 满足蔬菜中克百威和涕灭威及其代谢物残留检测与确证的需要。将其用于黄瓜、番茄和豇豆中克百威和涕灭威及其代谢物残留的检测分析, 结果令人满意。

### 参考文献:

- [1] Li Y M, Zhao Y, Xiao S, Liu T, Sun X H. *Chin. J. Health Lab. Technol.* (李迎梅, 赵悦, 肖姗, 刘彤, 孙晓红. 中国卫生检验杂志), 2018, 28(14): 1687-1688, 1692.

- [2] Song Y, Zhang C P, Zhao H, Wang Q, Wu L Y, Zhu C H. *Agrochemicals*(宋禹, 张昌朋, 赵华, 王强, 吴莉宇, 朱朝华. 农药), **2014**, 53(10): 739 – 741, 770.
- [3] Nantia E A, González D M, Manfo F, Gracia L G, García – Campaña A. *Food Chem.*, **2017**, 216(1): 334 – 341.
- [4] Prasad R, Upadhyay N, Kumar V. *Microchem. J.*, **2013**, 111: 91 – 96.
- [5] Yao L J, Yang L, Dai D, Wang Q Y, Xu J, Cao J J. *J. Food Saf. Qual.* (姚丽君, 杨璐, 代弟, 王秋艳, 徐静, 曹际娟. 食品安全质量检测学报), **2017**, 8(4): 1370 – 1375.
- [6] Ding K Y, Xu W J, Li K, Guo L Q, Sun J. *Chin. J. Chromatogr.* (丁葵英, 许文娟, 李凯, 郭礼强, 孙军. 色谱), **2016**, 34(2): 165 – 169.
- [7] Amatongchai M, Sroysee W, Jarujamrus P, Nacapricha D, Lieberzeit P. *Talanta*, **2018**, 179: 700 – 709.
- [8] GB/T 2763 – 2016. National Food Safety Standard—Maximum Residue Limits for Pesticides in Food. National Standards of the People's Republic of China(GB/T 2763 – 2016. 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量. 中华人民共和国国家标准).
- [9] Zhang Y, Wu X L, Wang Y G, Zhou H. *Chin. J. Health Lab. Technol.* (张蕴, 吴香伦, 汪尤刚, 周华. 中国卫生检验杂志), **2016**, 26(11): 1521 – 1523, 1528.
- [10] Yang J, Liu C, Xu S Z. *J. Food Saf. Qual.* (杨静, 刘超, 徐善智. 食品安全质量检测学报), **2018**, 9(6): 1395 – 1399.
- [11] Li D X, Zhang M L, Li S Y, Kan Y R, Liu T. *Chin. J. Health Lab. Technol.* (李读兴, 张孟林, 李士永, 阚延荣, 刘婷. 中国卫生检验杂志), **2017**, 27(17): 2478 – 2480.
- [12] Zhou Z H, Wu Y Y, Yin B, Gu H D. *Chin. J. Anal. Lab.* (周震华, 吴友谊, 殷斌, 顾海东. 分析试验室), **2015**, 34(12): 1388 – 1391.
- [13] Lü P, Du G D, Wei L J, Huang Q, Nong Y J, Lü L L. *J. Anal. Sci.* (吕平, 杜国冬, 韦丽君, 黄强, 农耀京, 吕丽兰. 分析科学学报), **2015**, 31(4): 589 – 592.
- [14] Zhou C P, Yang L J, Xu C G, Shi W C, Wang J. *J. Anal. Sci.* (周长朋, 杨丽君, 徐成钢, 时文春, 王静. 分析科学学报), **2011**, 27(4): 487 – 490.
- [15] Wu J P, Zhou Y R, Zhang J, Li D N, Yan F, Pan J. *J. Instrum. Anal.* (吴剑平, 周悦榕, 张婧, 李丹妮, 严凤, 潘娟. 分析测试学报), **2017**, 36(11): 1363 – 1369.
- [16] Ma L L, Jia L, Zhou X R, Liu Y, Fan X J, Pan C P. *Chin. J. Chromatogr.* (马立利, 贾丽, 周欣燃, 刘艳, 范筱京, 潘灿平. 色谱), **2014**, 32(6): 635 – 639.
- [17] Cui S H, Li R J, Zhang X M, Cheng G, Wang Y, Li Z Y. *Chin. J. Anal. Chem.* (崔淑华, 李瑞娟, 张晓梅, 程刚, 王宇, 李正义. 分析化学), **2017**, 45(4): 545 – 552.
- [18] Li J, Qiu H Y, Jia Y B, Wang H Q, Li W. *J. Instrum. Anal.* (励炯, 邱红钰, 贾彦博, 王红青, 李玮. 分析测试学报), **2018**, 37(3): 307 – 312.
- [19] Gao J, Chen D W, Zhao Y F. *Chin. J. Health Lab. Technol.* (高洁, 陈达炜, 赵云峰. 中国卫生检验杂志), **2018**, 28(12): 1422 – 1425.

(责任编辑: 周启动)