

超高效液相色谱-四极杆飞行时间质谱法快速筛查虾中 38 种农药残留

康俊杰^{1,2}, 王雪松^{1,2}, 董李学^{1,2}, 崔亚楠^{1,2}, 周鑫^{1,2}, 郑百芹^{1,2}, 刘洋^{1,2*}, 项爱丽^{1,2*}

(1.唐山市食品药品综合检验检测中心, 河北唐山 063000; 2.河北省农产品质量安全检测技术创新中心, 河北唐山 063000)

摘要 [目的]利用超高效液相色谱-四极杆飞行时间质谱技术建立虾中 38 种农药残留的快速筛查方法。[方法]采用 50% 乙腈水溶液作溶剂、QuEChERS 提取盐包和 Oasis PRiME HLB 固相萃取载体作吸附剂, 实现了虾肉样品中 38 种目标物的同时提取和有效净化。目标药物经 ACQUITY UPLC HSS T3 (1.8 μm , 21 mm \times 50 mm) 色谱柱分离, 以 10 mmol/L 乙酸铵-甲醇和 0.1% 甲酸水溶液为流动相进行梯度洗脱, 使用电喷雾离子源, 在正离子模式下进行全扫描, 可在 10 min 内实现 38 种农药的良好分离。[结果]虾中 38 种农药的定量限 (LOQ) 为 0.5~1.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$; 3 个加标水平的平均回收率为 71.4%~97.9%, 相对标准偏差 (RSD) 为 4.1%~7.6%。[结论]该方法简便快速、灵敏度较高, 可用于虾中 38 种农药的快速筛查。

关键词 超高效液相色谱-四极杆飞行时间质谱; 农药残留; 虾; 快速筛查

中图分类号 TS 254.7 文献标识码 A

文章编号 0517-6611(2021)16-0193-03

doi: 10.3969/j.issn.0517-6611.2021.16.052



开放科学(资源服务)标识码(OSID):

Rapid Screening of 38 Pesticide Residues in Shrimp by Ultra Performance Liquid Chromatography-Quadrupole Time-of-Flight Mass Spectrometry

KANG Jun-jie^{1,2}, WANG Xue-song^{1,2}, DONG Li-xue^{1,2} et al (1. Tangshan City Food and Drug Comprehensive Inspection and Testing Center, Tangshan, Hebei 063000; 2. Hebei Agricultural Product Quality and Safety Testing Technology Innovation Center, Tangshan, Hebei 063000)

Abstract [Objective] An analytical method was established for the simultaneous determination of 38 pesticide residues in shrimp by ultra performance liquid chromatography-quadrupole time-of-flight mass spectrometry. [Method] Using 50% acetonitrile aqueous solution as the solvent, QuEChERS extraction salt packet and Oasis PRiME HLB solid-phase extraction carrier as the adsorbent, the simultaneous extraction and effective purification of 38 target substances in shrimp samples were achieved. The target drug was separated by ACQUITY UPLC HSS T3 (1.8 μm , 21 mm \times 50 mm) chromatographic column, and 10 mmol/L ammonium acetate-methanol and 0.1% formic acid aqueous solution were used as mobile phases for gradient elution. The electrospray ion source was used for a full scan in positive ion mode could achieve good separation of 38 pesticides within 10 minutes. [Result] The limit of quantification (LOQ) of 38 pesticides in shrimp was 0.5-1.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$; the average recovery of the three spiked levels was 71.4%-97.9%, and the relative standard deviation (RSD) was 4.1%-7.6%. [Conclusion] The method is simple, rapid and highly sensitive, and can be used for rapid screening of 38 pesticides in shrimp.

Key words Ultra performance liquid chromatography-quadrupole time-of-flight mass spectrometry; Pesticides residues; Shrimp; Rapid screening

随着人们生活水平的提高, 虾已经成为日常生活的营养品之一, 其安全性问题受到越来越多的关注。虾的安全问题的主要表现是水体环境的污染, 有机磷类农药由于杀虫效果好、价格低、范围广等特点, 使其成为农业生产中主要的农药品种。农药在水生生物体中富集, 对人类的健康造成很大的隐患, 亟需对其进行监控^[1-3]。人类长期进食含农药残留的虾肉, 会对身体造成不良影响, 如急性中毒、慢性中毒、干扰内分泌系统、毒害全身脏器等危害, 对身体健康的危害不容忽视^[4-6]。农药一直以来是蔬菜水果中检测的重点参数, 但近几年根据报道虾肉中农药有检出的现象。考虑到养殖者用药的不确定性和复杂性, 建立一种同时快速测定多种农药残留的检测方法刻不容缓。

目前, 水产品中农药的快速检测方法大都采用气相质谱法和气相色谱-质谱法^[7-10], 而虾中农药残留的检测报道较少^[11-12]。为了提高大批量样品的检测效率, 该研究采用超高效液相色谱-四级杆飞行时间质谱法 (UPLC-Q-TOF-MS 法) 快速筛查虾中 38 种农药残留, 样品经过简单的 QuECh-

ERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe) 前处理后, 直接过 Oasis PRiME HLB 固相萃取柱净化, 以期对虾的快速筛查提供参考。

1 材料与方法

1.1 仪器 X500R 超高效液相色谱-四极杆飞行时间质谱 (美国 SCIEX 公司); 高速冷冻离心机 (湖南 cence 湘仪产品)。

1.2 试剂 乙腈、甲酸、甲醇均为色谱纯 (美国 Merck 公司); 乙酸铵 (色谱纯, 美国 Sigma 公司); Oasis HLB、Oasis PRIME HLB 固相萃取柱、QuEChERS 提取盐包 (美国 Waters 公司); 十八烷基硅烷 (ODS C₁₈, 美国 Agilent 公司); 试验用水为超纯水 (Millipore 公司)。标准品: 甲胺磷、甲拌磷、甲拌磷砒、甲拌磷亚砒、氧乐果、毒死蜱、敌敌畏、敌百虫、三唑磷、杀螟硫磷、马拉硫磷、伏杀硫磷、亚胺硫磷、特丁硫磷砒、倍硫磷、辛硫磷、丙溴磷、治螟磷、蝇毒磷、灭线磷、杀扑磷、乐果、甲基异柳磷、二嗪磷、甲氰菊酯、三唑酮、异菌脲、异丙甲草胺、秀灭净、氯苯嘧啶醇、涕灭威、涕灭威砒、克百威、3-羟基克百威、甲萘威、异丙威、多菌灵、吡虫啉, 纯度均 \geq 98%, 天津阿尔塔科技有限公司。

1.3 标准溶液配制 分别吸取 1 mL 上述标准品, 置于 10 mL 棕色容量瓶中, 用丙酮定容至刻度, 制成 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储

基金项目 河北省重点研发计划项目 (20327505D)。

作者简介 康俊杰 (1985—), 女, 河北唐山人, 兽医师, 硕士, 从事畜产品检测和食品安全检测研究。* 通信作者: 刘洋, 高级工程师, 硕士, 从事农产品质量安全研究; 项爱丽, 兽医师, 从事兽医方面的研究。

收稿日期 2021-01-18

备液, -20 ℃保存。试验用丙酮稀释上述标准储备液, 配制不同浓度的混合标准使用液, 于4 ℃保存。

1.4 样品预处理 取2.00 g均质的虾肉样品至50 mL离心管中, 加入50%乙腈水20 mL混匀, 用手振摇样品1 min。然后加入QuEChERS提取包, 并大力振摇离心管1 min。在3 500 r/min高速离心5 min, 取5 mL上清液直接过Oasis PRIME HLB固相萃取柱, 收集流出液。在40 ℃下氮吹近干, 用1 mL流动相复溶, 过0.22 μm滤膜, 上机待测定。

取2.00 g虾肉空白样品, 每份样品按上述过程进行处理, 得到的基质提取液用来稀释标准储备液。

1.5 色谱-质谱条件

1.5.1 液相色谱条件。色谱柱ACQUITY UPLC HSS T3 (1.8 μm, 21 mm×50 mm); 柱温45 ℃; 进样体积10 μL; 流速0.300 mL/min; 流动相A为水相体积分数0.1%甲酸水, B为有机相10 mmol/L乙酸铵-甲醇。梯度洗脱程序为0~0.5 min, A为95%, 0.5~2.0 min, A由95%线性降至70%, 2.0~8.0 min, A由70%线性降至5%, 再回到初始状态保持2 min。

1.5.2 质谱条件。采用电喷雾离子源(ESI), 扫描方式为正离子模式(ESI⁺), 扫描范围为m/z 80~1 000, 毛细管电压5.5 kV; 鞘气压力344.7 kPa, 气帘气压力241.3 kPa, 温度500 ℃, 辅助气压力344.7 kPa, 碰撞反应气压力48.3 kPa; 去簇电压80 V, 碰撞能量10 V; 为了保障质量数精度, 用SEIEX公司提供的ESI+溶液, 对仪器质量轴进行质量校正, 参比离子为m/z 132.904 88, m/z 266.159 81, m/z 354.212 24, m/z 442.264 67, m/z 609.280 66, m/z 829.539 33, m/z 961.436 94, m/z 146.732 24, m/z 1 561.603 30, m/z 2 034.625 45和m/z 2 149.496 51。

2 结果与分析

2.1 液相色谱条件优化 该试验选用ACQUITY UPLC HSS T3色谱柱进行分析, 考察了0.1%甲酸水、1%甲酸水、10 mmol/L乙酸铵-甲醇、10 mmol/L乙酸铵-乙腈、乙腈和甲醇6种流动相对38种农药的分离、离子化效率和峰型的影响。结果表明, 当流动相不加酸或酸度较高时, 38种目标化合物的响应值都偏小, 提取的效率低。当选用0.1%甲酸水时, 目标化合物的峰分离较好, 响应值增大, 峰形好。而不加10 mmol/L乙酸铵的甲醇或乙腈的色谱峰明显提前, 分离效果较差, 部分化合物的提取效率低。与乙腈相比, 甲醇作为流动相可以获得更好的分离度, 所以试验水相采用0.1%甲酸水, 有机相采用10 mmol/L乙酸铵-甲醇作为流动相进行梯度洗脱, 实现目标化合物的有效分离。

2.2 质谱条件优化 根据国内近几年在虾、蟹等水产品中农药残留的检出情况, 最终确定了38种常用农药。将这38种目标化合物配制成质量浓度为100 ng/mL的混合标准溶液。应用超高效液相色谱仪进行色谱分离, Q-TOF进行质谱信息采集, 在ESI正离子模式下, 在m/z 80~1 000范围内进行一级质谱全扫描分析, 在不同的碰撞电压下进行二级质谱扫描分析, 收集化合物的保留时间、母离子精确分子质量、质量误差、二级全扫描图及质谱碎片数据等信息, 以此建立完整的38种农药的质谱筛查谱库。谱库中应包含38种目标化

化合物的名称、保留时间等信息, 具体分析参数见表1。通过比较各目标化合物的离子色谱峰的响应值和分离度, 分别优化毛细管电压、鞘气压力、辅助气压力、去簇电压、碰撞能量等质谱参数, 38种农药的提取离子色谱图见图1, 以毒死蜥为例, 其一级质谱图和二级质谱图见图2。

表1 38种农药的质谱分析参数

Table 1 MS paraments of 38 pesticides

序号 No.	化合物名称 Compound name	保留时间 Retention time//min	母离子 Parent ion (m/z)	子离子 Production (m/z)
1	甲胺磷	0.62	142.008 6	94.006 5, 78.995 6
2	甲拌磷	2.98	278.046 7	149.024 6, 57.070 4
3	甲拌磷砒	5.04	293.009 9	96.952 2, 114.963 1
4	甲拌磷亚砒	5.89	260.030 0	176.952 0, 193.979 8
5	氧乐果	2.17	214.029 7	124.984 0, 109.006 7
6	毒死蜥	7.43	349.933 6	197.930 3, 96.952 7
7	敌敌畏	4.34	220.953 2	109.006 5, 78.995 8
8	敌百虫	3.29	256.929 9	109.006 8, 78.996 0
9	三唑磷	6.00	314.072 3	162.066 9, 96.952 1
10	杀螟硫磷	5.89	278.024 7	149.024 1, 149.031 4
11	马拉硫磷	5.89	311.043 3	99.008 6, 124.984 0
12	伏杀硫磷	6.74	367.994 1	182.002 4, 138.012 6
13	亚胺硫磷	5.46	318.001 8	160.040 7, 133.030 1
14	特丁硫磷砒	5.60	321.041 2	114.963 2, 96.952 3
15	倍硫磷	6.50	279.027 3	149.024 8, 169.016 7
16	辛硫磷	6.44	299.061 4	96.952 3, 163.034 5
17	丙溴磷	7.12	372.942 4	302.866 6, 143.981 5
18	治螟磷	6.50	323.030 0	96.952 0, 142.994 6
19	蝇毒磷	6.61	363.021 7	226.994 8, 288.952 0
20	灭线磷	6.21	243.063 7	130.940 2, 96.952 1
21	杀扑磷	5.34	202.969 1	85.040 8, 145.008 9
22	乐果	3.28	230.006 9	124.984 0, 78.996 5
23	甲基异柳磷	6.21	332.108 0	121.047 1, 123.025 3
24	二嗪磷	6.64	305.108 3	169.080 8, 153.103 8
25	甲氰菊酯	7.60	350.175 1	125.097 6, 97.102 9
26	三唑酮	5.94	294.100 4	197.075 5, 96.071 2
27	异菌脲	6.22	330.040 7	121.046 6, 123.026 3
28	异丙甲草胺	6.31	248.141 2	252.115 6, 176.144 9
29	秀灭净	5.56	228.127 7	186.081 8, 228.128 7
30	氯苯啶啉醇	5.89	331.039 9	99.008 6, 124.984 0
31	涕灭威	4.46	223.111 1	149.025 8, 109.006 2
32	涕灭威砒	3.28	223.074 7	126.012 4, 90.035 1
33	克百威	4.46	222.112 5	123.045 4, 165.092 6
34	3-羟基克百威	3.28	238.107 4	163.077 8, 135.082 7
35	甲萘威	4.63	202.086 3	127.056 1, 145.066 4
36	异丙威	5.04	194.117 6	95.050 5, 77.039 9
37	多菌灵	3.13	192.076 8	160.051 6, 132.057 3
38	吡虫啉	2.98	256.059 6	175.100 3, 209.061 8

2.3 样品前处理方法的选择 该试验比较不同提取溶剂, 提取目标化合物, 同时沉淀蛋白。选择体积分数10%乙腈水、50%乙腈水、80%乙腈水作为3种提取液, 进行加标水平为50 μg/kg的回收率试验, 平行测定3次。结果显示, 不同提取溶剂对38种农药残留的提取效果相差不多。50%乙腈水的提取回收率为78.2%~92.4%, 相对标准偏差(RSD)为3.5%~5.3%, 优于10%乙腈水(回收率为53.8%~82.1%, RSD为4.2%~7.1%)和80%乙腈水(回收率为67.0%~83.2%, RSD为4.1%~8.2%)。因此该试验最终选择50%乙腈水作为提取溶剂。

虾肉样品中含有丰富的蛋白和脂肪等干扰物会造成试

验过程基质干扰,因此对虾样品进行净化处理是必要的。该试验选取了 Oasis PRIME HLB、Oasis HLB、C₁₈ 这 3 种固相萃取柱进行比较试验,结果表明,与 Oasis HLB 和 C₁₈ 相比,Oasis PRIME HLB 固相萃取柱能有效去除基质干扰,基质抑制改善明显,目标化合物均有较高的回收率。同时比较了 Oasis PRIME HLB 柱无活化和平衡过程,采用直接上样品净化方式,对 38 种农药目标化合物进行处理,结果表明,此固相萃取柱活化平衡步骤对此次试验的 38 种目标化合物回收率影响不大,故选用 Oasis PRIME HLB 小柱进行净化,达到样品中目标化合物快速筛查的目的。

2.4 方法学验证

2.4.1 标准曲线和定量限。用空白的虾肉样品基质,配制标准溶液。以化合物的离子峰面积 *Y* 为纵坐标、相应质量浓度 *X* (μg/kg) 为横坐标绘制标准曲线,38 种农药的相关系数、线

性范围和定量限见表 2。取空白虾肉样品,按该试验方法进行样品的预处理,得到各目标化合物的信噪比为 10(*S/N* = 10)

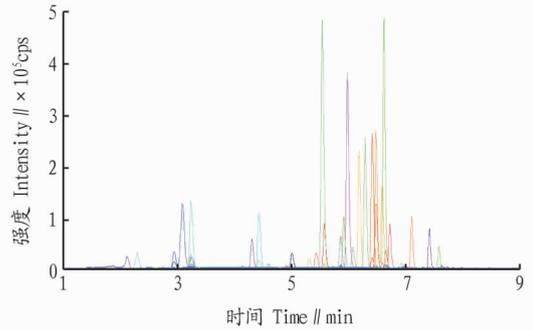


图 1 38 种农药的混合标准溶液的总离子流色谱图 (正离子)
Fig.1 Total ion current chromatogram of 38 pesticides standards solutions (ESI⁺)

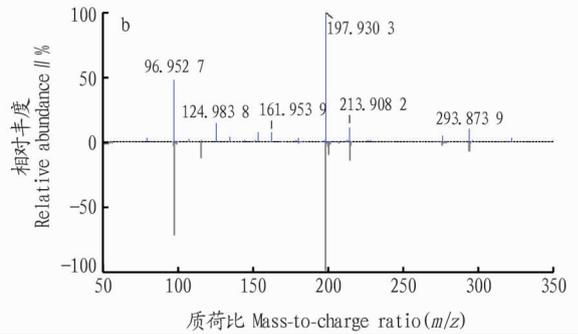
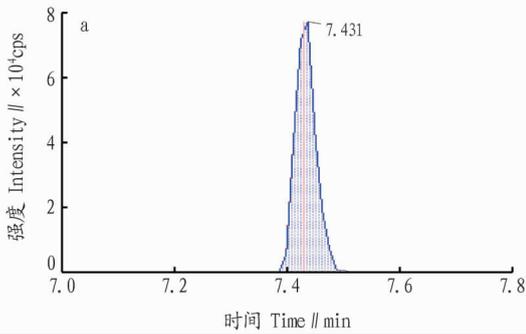


图 2 毒死蜱一级 (a) 和二级 (b) 质谱图

Fig.2 The primary (a) and secondary (b) mass spectra of chlorpyrifos

的浓度,确定各目标化合物的定量限 (LOQ)。从表 2 可看出,在 0.5~50.0 μg/kg 38 种目标化合物的线性关系良好

(*R*²>0.99),且其定量限为 0.5~1.5 μg/kg。

表 2 38 种农药的决定系数、线性范围及定量限

Table 2 Determination coefficient, linear ranges and limits of quantitation of 38 pesticides

序号 No.	化合物名称 Compound name	<i>R</i> ²	线性范围 Linear ranges μg/kg	定量限 LOQ μg/kg	序号 No.	化合物名称 Compound name	<i>R</i> ²	线性范围 Linear ranges μg/kg	定量限 LOQ μg/kg
1	甲胺磷	0.999 4	0.5~50.0	1.0	20	灭线磷	0.999 6	0.5~50.0	1.0
2	甲拌磷	0.999 5	0.5~50.0	1.0	21	杀扑磷	0.999 9	0.5~50.0	1.0
3	甲拌磷砒	0.999 9	0.5~50.0	1.0	22	乐果	0.997 8	0.5~50.0	0.5
4	甲拌磷亚砒	0.998 6	0.5~50.0	1.5	23	甲基异柳磷	0.999 2	0.5~50.0	1.5
5	氧乐果	0.997 4	0.5~50.0	0.5	24	二嗪磷	0.999 3	0.5~50.0	1.0
6	毒死蜱	0.998 3	0.5~50.0	0.5	25	甲氧菊酯	0.999 8	0.5~50.0	1.0
7	敌敌畏	0.999 5	0.5~50.0	0.5	26	三唑酮	0.999 9	0.5~50.0	1.0
8	敌百虫	0.997 8	0.5~50.0	0.8	27	异菌脲	0.998 3	0.5~50.0	1.0
9	三唑磷	0.997 0	0.5~50.0	0.5	28	异丙甲草胺	0.999 2	0.5~50.0	1.5
10	杀螟硫磷	0.993 6	0.5~50.0	0.8	29	秀灭净	0.997 8	0.5~50.0	1.5
11	马拉硫磷	0.992 8	0.5~50.0	1.0	30	氯苯嘧啶醇	0.995 7	0.5~50.0	1.0
12	伏杀硫磷	0.992 7	0.5~50.0	0.5	31	涕灭威	0.999 6	0.5~50.0	0.5
13	亚胺硫磷	0.999 9	0.5~50.0	1.0	32	涕灭威砒	0.994 9	0.5~50.0	1.0
14	特丁硫磷砒	0.997 1	0.5~50.0	1.0	33	克百威	0.999 1	0.5~50.0	1.0
15	倍硫磷	0.996 2	0.5~50.0	1.0	34	3-羟基克百威	0.990 1	0.5~50.0	1.5
16	辛硫磷	0.992 5	0.5~50.0	1.0	35	甲萘威	0.998 0	0.5~50.0	1.0
17	丙溴磷	0.997 4	0.5~50.0	0.5	36	异丙威	0.999 9	0.5~50.0	1.0
18	治螟磷	0.997 8	0.5~50.0	0.5	37	多菌灵	0.996 0	0.5~50.0	0.5
19	蝇毒磷	0.999 1	0.5~50.0	0.5	38	吡虫啉	0.999 2	0.5~50.0	0.5

2.4.2 回收率和精密度。在空白虾肉样品中添加 3 个不同浓度 (5、10、20 μg/kg) 的 38 种混合标准溶液,按“1.4”方法进行提取,用 UPLC-Q-TOF 进行测定目标化合物。每一个添

加浓度重复测定 6 次进行试验,计算平均回收率和 RSD。结果发现,虾肉中 38 种农药的加标回收率为 71.4%~97.9%, (下转第 199 页)

表 3 热解曲线的特征参数

Table 3 Characteristic parameters of thermal decomposition curve

样品 Sample	热解阶段 Thermal decom- position stages	温度区间 Temperature range//°C	峰值温度 Peak tempe- rature//°C	最大失重速率 Maximum weight loss rate//%/min	失重 Weightle- ssness//%
小桐子油 <i>J.curcas</i> L. oil	第一阶段	325.4~489.9	415.1	51.876 0	96.15
发酵前泥油 Sludge oil before fermentation	第一阶段	96.8~159.6	125.7	14.592 5	22.10
	第二阶段	280.5~489.6	404.8	21.564 5	67.44
发酵后泥油 Sludge oil after fermentation	第一阶段	60.5~221.7	113.4	26.139 6	68.76
	第二阶段	221.7~494.7	459.8	2.036 7	16.96

(3) 小桐子油发酵前后泥油热解特性分析表明,在厌氧条件下小桐子油中高分子脂肪酸被分解成以甲酸和乙酸为主的小分子脂肪酸。

参考文献

[1] 李一哲,李法社,包桂蓉,等.小桐子及其油脂的理化特性分析[J].中国油脂,2013,38(3):87-89.

[2] 张琳叶,李志业,魏光涛,等.高酸值麻疯树籽油制备生物柴油的杂多酸催化预酯化研究[J].中国油脂,2014,39(2):63-66.

[3] 崔锡红,张尚勇,赵光辉,等.小桐子油理化性质及脂肪酸组成分析[J].石油化工,2012,41(S1):885-887.

[4] 徐婷婷.油脂降解菌的筛选及降解条件的研究[D].西安:陕西科技大学,2011.

[5] 石利军,黄淼,刘慧芬,等.干物质浓度对牛粪秸秆厌氧发酵产沼气的影 响[J].农机化研究,2013,35(8):208-211.

[6] 施翔星,谢建,黄遵锡,等.小桐子油厌氧消化产气潜力研究[J].可再生 能源,2009,27(3):81-83,97.

[7] 吴桢芬,苏有勇,孔琳.小桐子油饼发酵产沼气潜力的试验研究[J].云 南师范大学学报,2011,31(增刊):107-109.

[8] NALLATHAMBI GUNASEELAN V. Biomass estimates, characteristics, bi- ochemical methane potential, kinetics and energy flow from *Jatropha cur-*

cus on dry lands[J].Biomass and bioenergy,2009,33(4):589-596.

[9] 刘精今,陈竹新.植物油脂废水预处理技术[J].中国油脂,2001,26(3):9 -10.

[10] 闫亚娟,秦广雍,李宗义,等.油脂废水的生物处理研究进展[J].环境 科学与技术,2007,30(10):86-89.

[11] 罗福强,王子玉,梁昱,等.作为燃油的小桐子油的物化性质及黏温特 性[J].农业工程学报,2010,26(5):227-231.

[12] 苏有勇.沼气发酵检测技术[M].北京:冶金工业出版社,2011.

[13] 李军,杨洪旭,刘强.稻秆组合预处理沼气干发酵试验[J].沈阳建筑大 学学报(自然科学版),2013,29(2):344-348.

[14] 任海伟,王宇杰,李金平,等.温度对蔬菜垃圾与猪粪混合消化产沼气 特性的影响[J].太阳能学报,2018,39(8):2088-2095.

[15] 魏本平,陈闯,卢秀红,等.醋糟干发酵产沼气潜力研究[J].中国沼气, 2012,30(3):30-33.

[16] 中华人民共和国农业部.沼气工程规模分类:NY/T 667—2011[S].北 京:中国农业出版社,2011.

[17] 杜静,严少华,常志州,等.太湖蓝藻产沼气潜力及复合折流板反应器 (ABR) 工艺中试[J].江苏农业学报,2008,24(6):948-953.

[18] 茹征微,彭武厚.有机物产甲烷量的计算和测定[J].太阳能学报,1983, 4(4):363-368.

[19] 邵希豪,徐建华.沼气发酵工艺中的几个计算问题[J].江西省科学院 院刊,1983,1(1):54-61.

(上接第 195 页)

RSD 为 4.1%~7.6%。

2.5 样品分析 按该试验方法对唐山地区超市、农贸市场采 集到的 30 批虾样品进行筛查检测分析,结果发现均未检出 该研究的 38 种农药。

3 小结

该研究建立了超高效液相色谱-四级杆飞行时间质谱 (UPLC-Q-TOF) 测定虾肉样品中 38 种农药残留的快速筛查 方法,其前处理过程简单、快速、通量大、准确性高。UPLC- Q-TOF 法在虾肉样品中农药残留快速筛查检测方面有明显 优势,可一次分析出数百种不同目标化合物,在农药残留筛 查领域值得深入研究。

参考文献

[1] 李建科.食品毒理学[M].北京:中国计量出版社,2007:277-283.

[2] RAGNARSDOTTIR K V. Environmental fate and toxicology of organophos- phate pesticides[J].J Geol Soc,2000,157(4):859-876.

[3] 徐佳艳,彭自然,和庆,等.长三角地区池塘养殖水产品体内农药类污染

与食用风险评价[J].生态毒理学报,2017,12(3):485-495.

[4] 高平,黄国方,谢晓琳,等.水产品中有机磷农药残留分析方法研究进展 [J].广东农业科学,2014,41(15):83-88.

[5] 王耀,刘少彬,谢翠美,等.加速溶剂萃取凝胶渗透色谱/固相萃取净化 气相色谱质谱法测定咸鱼中有机磷农药残留[J].分析化学,2011,39 (1):67-71.

[6] 赵李娜.珠三角河网水环境中 7 种拟除虫菊酯类农药残留及风险评价 研究[D].上海:上海海洋大学,2014.

[7] 余霞奎,王晓娟,王贤波,等.气相色谱法测定水产品中 10 种有机磷农 药残留研究[J].安徽农业科学,2014,42(24):8165-8166.

[8] 孙晓杰,郭萌萌,孙伟红,等.QuEChERS 在线凝胶色谱-气相色谱/质谱 快速检测水产品中农药多残留[J].分析科学学报,2014,30(6):868- 872.

[9] 孟祥龙,夏梦,张青青,等.气相色谱串联质谱法检测水产品中有机氯和 菊酯农药残留[J].食品研究与开发,2019,40(16):153-158.

[10] 陈湘艺,李小玲,黄华伟,等.气相色谱法测定养殖水体及水产品组织 中的拟除虫菊酯[J].安徽农业科学,2015,43(14):96-98,114.

[11] 田良良,史永富,王媛,等.气相色谱法测定虾中有机氯农药和多氯联 苯残留量[J].分析试验室,2014,33(9):1043-1046.

[12] 宋鑫,杭宇宇,王芹,等.全自动 GPC-SPE 联合净化气相色谱-质谱检 测小龙虾中有机氯类农药残留[J].分析测试学报,2016,35(5):539- 544.