

固相萃取—液相色谱串联质谱法测定鸡蛋中 8 种杀菌剂残留量

梁 军¹ 陈 雄¹ 王 宇¹ 瞿子豪¹ 张 威¹ 李 青²

(1. 广电计量检测(湖南)有限公司, 湖南 长沙 410221; 2. 中国检验认证集团湖南有限公司, 湖南 长沙 410007)

摘要: [目的] 建立一种固相萃取结合液相色谱串联质谱测定鸡蛋中 8 种杀菌剂(啉嘧菌胺、三唑酮、三唑醇、粉唑醇、双炔酰菌胺、吡唑啉胺、吡唑茶菌胺、咪鲜胺)残留的分析方法。[方法] 样品经乙腈超声提取, 提取液过 ProElut DPC 固相萃取柱净化, 净化液减压浓缩后用乙腈定容, 采用 Kinetex C₁₈ 色谱柱(2.6 μ m, 2.1 mm $\times$ 100 mm), 以 0.1% 甲酸水—乙腈为流动相梯度洗脱, 电喷雾电离, 正离子模式下多反应检测, 外标法定量。[结果] 8 种杀菌剂在一定浓度范围内线性关系良好($R^2>0.99$), 方法检出限为 0.03~0.50 μ g/kg, 定量限为 0.10~2.00 μ g/kg, 平均回收率为 81.6%~107.0%。[结论] 该方法操作简便、准确度高、再现性好, 适用于鸡蛋中杀菌剂残留量的检测。

关键词: 鸡蛋; 杀菌剂; 固相萃取; 液相色谱串联质谱法

Determination of eight fungicide residues in eggs by solid-phase extraction coupled with liquid chromatography-tandem mass spectrometry

LIANG Jun¹ CHEN Xiong¹ WANG Yu¹ QU Zihao¹ ZHANG Wei¹ LI Qing²

(1. GRG Metrology & TEST (Hunan) Co., Ltd., Changsha, Hunan 410221, China; 2. China Certification & Inspection Group Hunan Co., Ltd., Changsha, Hunan 410007, China)

Abstract: [Objective] To establish an analytical method for the determination of residues of eight fungicides (ametoctradin, triadimefon, triadimenol, flutriafol, mandipropamid, penthiopyrad, isopyrazam, and prochloraz) in eggs by solid-phase extraction (SPE) coupled with liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). [Methods] The samples are ultrasonically extracted with acetonitrile. The extracts are purified using ProElut DPC solid-phase extraction cartridges. The purified eluate is concentrated under reduced pressure and reconstituted with acetonitrile. Chromatographic separation is performed on a Kinetex C₁₈ column (2.6 μ m, 2.1 mm $\times$ 100 mm) with gradient elution using 0.1% formic acid in water and acetonitrile as the mobile phase. Detection is carried out using electrospray ionization (ESI) in positive ion mode with multiple reaction monitoring (MRM), and quantification is performed using the external standard method. [Results] The eight fungicides exhibit good linearity within their respective concentration ranges ($R^2>0.99$). The limits of detection (LODs) range from 0.03 to 0.50 μ g/kg, and the limits of quantification (LOQs) range from 0.10 to 2.00 μ g/kg. The average recoveries range from 81.6% to 107.0%. [Conclusion] The established method is simple, accurate, and reproducible, making it suitable for the determination of fungicide residues in eggs.

Keywords: egg; fungicide; solid phase extraction (SPE); liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS)

啉嘧菌胺是一种高选择性杀菌剂, 可高效灵活地防 特殊作物, 包括葡萄、土豆、西红柿、生菜及其他蔬菜等。
治霜霉病和晚疫病。在 50 多个国家中已被用于 30 多种 2026 年 1 月, 英国健康与安全执行局(HSE)发布公告, 拟

基金项目: 湖南省自然科学基金项目(编号: 2024JJ8259)

通信作者: 李青(1987—), 男, 中国检验认证集团湖南有限公司高级工程师, 硕士。E-mail: 287476045@qq.com

收稿日期: 2026-02-25 改回日期: 2026-05-06

引用格式: 梁军, 陈雄, 王宇, 等. 固相萃取—液相色谱串联质谱法测定鸡蛋中 8 种杀菌剂残留量[J]. 食品与机械, 2026, 42(5): 77-83.

Citation: LIANG Jun, CHEN Xiong, WANG Yu, et al. Determination of eight fungicide residues in eggs by solid-phase extraction coupled with liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Food & Machinery, 2026, 42(5): 77-83.

修订唑啉菌胺在蜂蜜中的最大残留限量,从 0.05 mg/kg 调整为 5 mg/kg。吡唑菌胺是吡唑酰胺类杀菌剂,通过抑制琥珀酸脱氢酶干扰病原菌线粒体呼吸链电子传递而发挥杀菌作用^[1-2],用于防治对其他杀菌剂具抗性的灰霉病和白粉病。欧盟提前终止了吡唑菌胺的批准有效期,自 2025 年 11 月 1 日起,吡唑菌胺在欧盟境内已禁止销售和使用,出口欧盟的农产品不得检出该成分。2025 年 11 月,加拿大卫生部发布通告,拟修订吡唑菌胺在部分食品中的最大残留限量,显示其在北美市场仍在正常使用和评估中。吡唑菌胺是一种琥珀酸脱氢酶抑制剂(SDHI)类杀菌剂,具有广谱杀菌活性,主要用于防治小麦白粉病、锈病,以及柑橘、火龙果、芒果等作物上的多种真菌病害^[3]。欧盟此前已通过法规撤销了对吡唑菌胺的部分登记或正在重新评估其安全性。2024 年 9 月,日本修订了吡唑菌胺在部分食品中的最大残留限量,出口日本的产品需符合新标准。吡唑菌胺在巴西获得新登记,显示其在南美市场的应用也在扩大。因此,食品中琥珀酸脱氢酶抑制剂类农药的残留研究具有重大的意义。

目前鸡蛋中农药残留的研究主要为杀虫剂^[4-7]和拟除虫菊酯类^[8],琥珀酸脱氢酶抑制剂类农药在鸡蛋中的残留研究鲜有报道。农药残留检测技术发展迅速,前处理技术多种多样,如凝胶渗透色谱(GPC)^[9]、QuEChERS^[10-12]、固相萃取技术^[13-14]、微萃取^[15-16]。其中,GPC 前处理技术操作时间长、回收率偏低;QuEChERS 和微萃取技术操作简便,但是杂质干扰多、灵敏度有限;常规固相萃取回收率不稳定。目前液相色谱串联质谱仪是痕量物质和农兽药残留量检测中重要的科研仪器,仪器灵敏度能覆盖常规农兽药残留量限值的数量级^[17-20]。GB 2763—2026《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》对鸡蛋中的三唑酮、三唑醇、粉唑醇、吡唑菌胺、吡唑萘菌胺、咪唑胺均规定了临时限量,但未指定可同时检测该类农药的标准检测方法。研究拟开发一种使用液相色谱串联质谱仪可同时高灵敏度、高准确度检测鸡蛋中 8 种琥珀酸脱氢酶抑制剂类杀菌剂的检测方法,以期在鸡蛋中上述杀菌剂的日常监管提供检测技术支撑。

1 材料与方法

1.1 设备与设备

液相色谱—三重四极杆质谱仪串联质谱仪: TripleQuad 4500 型,美国 AB SCIEX 公司;

分析天平:JEA2001 型,上海浦春计量仪器有限公司;

离心机:LD4-2A 型,北京京立离心机公司;

超纯水仪:GZY-P120-B 型,湖南科尔顿水务集团有限公司;

固相萃取仪:FG-24B 型,广州市丹安仪器仪表有限公司;

固相萃取柱:ProElut DPC 型,上海迪柯马科技发展有

限公司。

1.2 材料与试剂

唑啉菌胺(ametotradin, CAS 号 865318-97-4)、三唑酮(triadimefon, CAS 号 43121-43-3)、三唑醇(triadimenol, CAS 号 55219-65-3)、粉唑醇(flutriafol, CAS 号 76674-21-0)、双炔酰菌胺(mandipropamid, CAS 号 374726-62-2)、吡唑菌胺(penthiopyrad, CAS 号 183675-82-3)、吡唑萘菌胺(isopyrazam, CAS 号 881685-58-1)、咪唑胺(prochloraz, CAS 号 67747-09-5):质量浓度为 100 μg/mL,北京曼哈格生物科技有限公司;

氯化钠:分析纯,国药集团化学试剂有限公司;

乙腈、甲酸:色谱纯,上海安谱实验科技股份有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 标准溶液配制

(1) 标准储备液:精确称取一定质量的各标准物质于 10 mL 容量瓶,用乙腈定容至刻度,配制成质量浓度为 1.00 mg/L 的标准储备液,0~4 °C 冷藏保存。

(2) 标准混合工作液:准确移取一定体积的标准储备液于 10 mL 容量瓶,用乙腈定容至刻度,配制成质量浓度为 1.00 μg/L 的标准中间液,0~4 °C 保存。

(3) 基质匹配标准工作液:取空白基质鸡蛋经乙腈提取净化后用乙腈溶解得到空白基质溶液,准确移取一定体积标准混合工作液于容量瓶中,用空白基质溶液逐级稀释,配制成质量浓度为 10, 20, 50, 80, 100, 200 ng/mL 的基质匹配标准工作液。

1.3.2 样品制备 取 500 g 鸡蛋,去壳后搅拌均匀,放入聚乙烯瓶冷冻保存。取 2 g 制备均匀的鸡蛋样液,加入 4 g 氯化钠,10 mL 乙腈混合涡旋 1 min,超声提取 30 min,4 000 r/min 离心 5 min,取 5 mL 上清液,待净化;取固相萃取柱加入 10 mL 乙腈活化,取样液过柱,收集流出液,加 5 mL 乙腈淋洗,合并两次流出液,于 40 °C 减压蒸至近干,加入 2 mL 乙腈溶解,过滤膜后供高效液相色谱质谱仪测定。

1.3.3 仪器条件

(1) 色谱条件:Kinetex C₁₈ 色谱柱(2.6 μm, 2.1 mm × 100 mm);进样量 2 μL;流量 0.4 mL/min;柱温 40 °C;以 0.1% 甲酸水为 A 流动相,以乙腈为 B 流动相,梯度洗脱:0~0.5 min, 90% A;0.5~1.0 min, 90%~80% A;1.0~2.5 min, 80%~10% A, 2.5~4.0 min, 10% A, 4.0~4.1 min, 10%~90% A, 4.1~5.0 min, 90% A。

(2) 质谱条件:离子源类型 ESI,离子源温度 150 °C,采集方式为多反应离子监测(MRM),离子化方式为正离子,气帘气压 20 685 Pa,离子化电压 5 500 V,去溶剂气温度 550 °C,喷雾气压 379 212 Pa,辅助加热气压 379 212 Pa,杀菌剂物质关键质谱参数见表 1。

1.3.4 基质效应 基质效应对目标化合物的定量准确性

表 1 杀菌剂关键质谱参数[†]

Table 1 Key mass spectrometry parameters of fungicides

杀菌剂	保留时间/min	母离子 (<i>m/z</i>)	子离子 (<i>m/z</i>)	去簇电 压/V	碰撞电 压/V
唑啉菌胺	2.88	276.2	149.1*	92	31
		276.2	175.9		67
三唑酮	2.78	294.1	197.1*	56	20
		294.1	225.1		20
三唑醇	2.70	296.1	70.0*	23	22
		296.1	227.0		20
粉唑醇	2.53	302.1	123.0*	74	29
		302.1	109.0		28
双炔酰菌胺	2.76	412.1	328.0*	96	22
		412.1	356.0		16
吡唑菌胺	2.93	360.1	276.0*	56	21
		360.1	256.0		25
吡唑萘菌胺	3.02	360.2	244.1*	85	28
		360.2	340.2		23
咪鲜胺	2.79	378.1	70.1*	65	43
		378.1	310.1		17

[†] *定量离子。

会造成影响,采用基质配制曲线与溶剂曲线的斜率来评价基质效应,计算方法见式(1)。 $|M_e|>50\%$ 为强基质效应, $20\%\leq|M_e|\leq 50\%$ 为中等程度基质效应, $|M_e|<20\%$ 为弱基质效应。

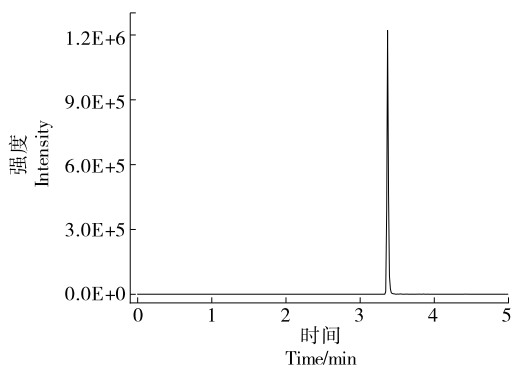
$$M_e = \left(\frac{b_1}{b_2} - 1 \right) \times 100\%, \quad (1)$$

式中:

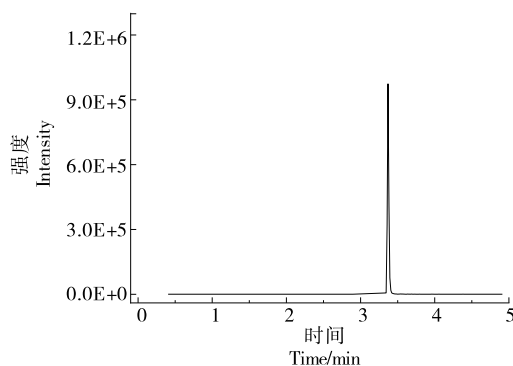
M_e ——基质效应, %;

b_1 ——基质标准曲线斜率;

b_2 ——溶剂标准曲线斜率。



(a) 0.1%甲酸水—乙腈



(b) 5 mmol/L 乙酸铵—乙腈

图 1 不同流动相下吡唑菌胺响应值比对

Figure 1 Comparison of response values of penthiopyrad under different mobile phases

1.4 数据处理

AB TripleQuad 4500 配有 MultiQuant 数据处理软件,可进行图谱采集及数据定性定量分析,采用 Excel 对数据进行处理,采用 Origin 2018 绘制图表,利用基质曲线校正,通过外标法定量。

2 结果与讨论

2.1 色谱条件

三唑酮、三唑醇、粉唑醇为三唑类化合物,含有氮原子(三唑环),具有弱碱性。在酸性条件下,目标物易质子化形成阳离子,如果 pH 过高(中性或碱性),部分目标物可能以中性形式存在,导致离子化效率下降,灵敏度降低。咪鲜胺碱性较强,酸性流动相有助于其质子化,提高灵敏度。吡唑菌胺和吡唑萘菌胺是吡唑酰胺类,含有吡唑环和酰胺键,吡唑环上的氮原子具有一定的碱性,酸性条件有助于质子化吡唑环上的氮,提高正离子的离子化效率,同时能防止分子与色谱柱活性位点的非特异性吸附,保证高灵敏度。唑啉菌胺在酸性条件利于离子化,双炔酰菌胺在酸性体系下也能获得良好响应。综合上述目标物的性质选择 0.1% 甲酸水—乙腈和 5 mmol/L 乙酸铵—乙腈组合进行比对研究。如图 1~图 2 所示,吡唑菌胺、三唑醇在 0.1% 甲酸水—乙腈流动相条件下的响应明显高于 5 mmol/L 乙酸铵—乙腈流动相,而其他化合物在两种流动相中的响应无显著差别。综合考虑,选用 0.1% 甲酸水—乙腈作为流动相。

2.2 前处理条件优化

2.2.1 超声提取时间的选择 称取 5 份 2 g 阴性样品,加入一定体积杀菌剂标准溶液使其质量分数为 50 $\mu\text{g/kg}$,考察超声提取时间对回收率的影响,除超声时间不一致外其余操作按照 1.3.2。分别选择 10, 20, 30, 45, 60 min 5 组不同的超声提取时间,平行处理 3 次,结果如图 3 所示。超声提取时间 <30 min 时,目标物提取不完全导致回收率偏低;超声时间过长 (>30 min) 可能导致化合物分解,

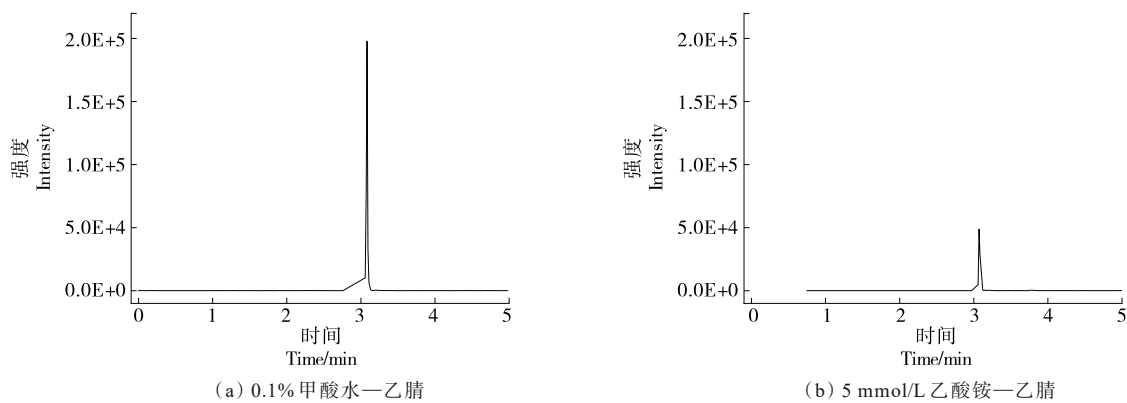


图2 不同流动相下三唑醇响应值比对

Figure 2 Comparison of response values of triadimenol under different mobile phases

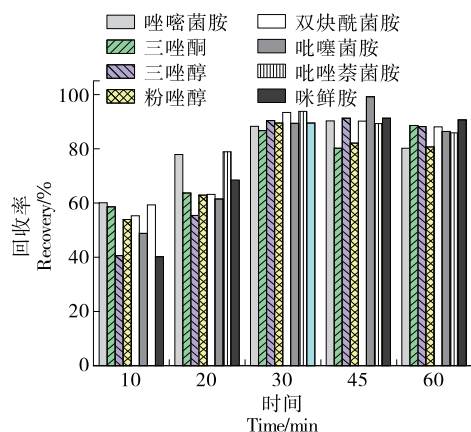


图3 超声提取时间对杀菌剂回收率的影响

Figure 3 Influence of ultrasonic extraction time on fungicide recovery

使回收率降低。因此,选择超声提取时间为 30 min。

2.2.2 固相萃取柱的选择 研究的 8 种杀菌剂均具有一定的亲脂疏水的性质,选择固相萃取柱时需兼顾保留能力和抗基质干扰能力。研究比对了 C_{18} 固相萃取柱、HLB 固相萃取柱和 DPC 固相萃取柱的效果,结果如图 4 所示。HLB 固相萃取柱和 DPC 固相萃取柱均表现出较好的回收率,而 C_{18} 固相萃取柱对于唑啉菌胺和吡唑萘菌胺的回收率偏低。综合试验操作效率考虑,DPC 固相萃取柱操作更简便。

2.2.3 洗脱液体积的选择 称取 5 份 2 g 阴性样品,加入一定体积杀菌剂标准溶液使其质量分数为 $50 \mu\text{g}/\text{kg}$,考察洗脱液体积(0, 2, 5, 10 mL)对杀菌剂回收率的影响,除洗脱体积不一致外其余操作按照 1.3.2。如图 5 所示,洗脱液体积为 0 mL 时,目标物残留在固相萃取柱上的量较大。当洗脱液体积为 2 mL 时,目标物的回收率有较大提升,但是双炔酰菌胺的回收率依然较低。当洗脱液体积为 5, 10 mL 时,目标物的回收率均大于 80%,并且随着洗脱液

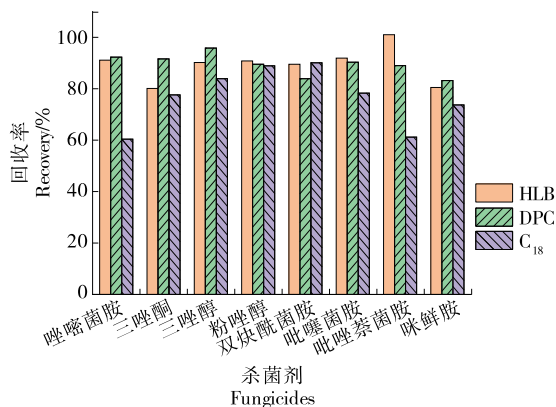


图4 固相萃取柱对杀菌剂回收率的影响

Figure 4 Influence of SPE cartridges on fungicide recovery

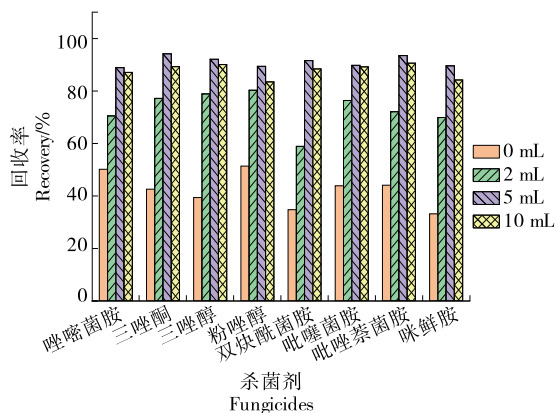


图5 洗脱液体积对杀菌剂回收率的影响

Figure 5 Influence of eluent volume on fungicide recovery

体积的增加,回收率无较大差异,表明目标物在洗脱液体积为 5 mL 时已完全洗脱,因此洗脱液体积选择 5 mL。

2.3 方法学评价

2.3.1 ME 评估 参照 1.3.2 的方法获得基质溶液,用基质溶液配制基质标准曲线,与溶剂曲线同时进行仪器测定,

具体数据见表2。

在动物源性食品检测中,样品对大部分目标物的响应存在一定程度的增强或抑制的基质效应^[21-23]。由表2可知,8种杀菌剂均呈现明显的基质效应。咪鲜胺、双炔

酰菌胺、三唑醇的 $|M_c|$ 均大于70%,基质效应较强,吡唑萘菌胺、三唑酮、粉唑醇、唑啉菌胺均表现出中等程度的基质效应。因此,采用基质匹配校准曲线,以消除基质干扰,确保检测结果的准确性。

表2 基质效应数据				
Table 2 Matrix effect data				
杀菌剂	基质类型	线性方程	相关系数(R^2)	基质效应/%
唑啉菌胺	溶剂	$y=1\ 868.578\ 63x+15\ 758.6$	0.996 7	0
	鸡蛋	$y=471.916\ 49x+3\ 341.29$	0.995 2	-74
三唑酮	溶剂	$y=22\ 055.474\ 45x+24\ 299.9$	0.998 7	0
	鸡蛋	$y=10\ 692.018\ 83x+33\ 145$	0.997 9	-51
三唑醇	溶剂	$y=11\ 375.995\ 30x+61\ 073.3$	0.996 8	0
	鸡蛋	$y=2\ 350.275\ 39x+8\ 670.86$	0.995 2	-79
粉唑醇	溶剂	$y=6\ 037.951\ 49x+4\ 333.57$	0.996 8	0
	鸡蛋	$y=2\ 446.132\ 82x+2\ 122.55$	0.996 4	-59
双炔酰菌胺	溶剂	$y=6\ 600.928\ 13x+79\ 483$	0.997 5	0
	鸡蛋	$y=1\ 281.440\ 59x+4\ 601.77$	0.996 1	-80
吡唑菌胺	溶剂	$y=31\ 807.31x+147\ 062$	0.996 8	0
	鸡蛋	$y=22\ 020.398\ 23x+91\ 498.1$	0.997 9	-30
吡唑萘菌胺	溶剂	$y=23\ 237.338\ 97x+113\ 836$	0.997 8	0
	鸡蛋	$y=11\ 993.312\ 21x+19\ 619.6$	0.995 9	-48
咪鲜胺	溶剂	$y=1\ 327.230\ 33x+7\ 277.9$	0.995 6	0
	鸡蛋	$y=318.102\ 16x+3\ 197.73$	0.998 3	-76

2.3.2 线性范围、检出限和定量限 选择空白样品按照1.3.2中的前处理步骤进行处理,得到空白基质溶液。用空白基质溶液分别配制质量浓度为10,20,50,80,100,200 $\mu\text{g/L}$ 的基质标准曲线,线性范围相关数据见表3。以3倍信噪比($S/N=3$)确定方法检出限(LOD),8种杀菌剂的LOD为0.03~0.50 $\mu\text{g/kg}$;以10倍信噪比($S/N=10$)确定方法定量限(LOQ),8种杀菌剂的LOQ为0.10~2.00 $\mu\text{g/kg}$ 。

表3 线性范围、检出限和定量限数据				
Table 3 Data for linear range, detection limit, and quantification limit				
杀菌剂	基质类型	线性范围/ ($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)	检出限/ ($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)	定量限/ ($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)
唑啉菌胺	鸡蛋	0.01~0.80	0.50	2.00
三唑酮	鸡蛋	0.01~0.80	0.10	0.40
三唑醇	鸡蛋	0.01~0.80	0.10	0.40
粉唑醇	鸡蛋	0.01~0.80	0.40	1.30
双炔酰菌胺	鸡蛋	0.01~0.80	0.05	0.18
吡唑菌胺	鸡蛋	0.01~0.80	0.03	0.10
吡唑萘菌胺	鸡蛋	0.01~0.80	0.10	0.40
咪鲜胺	鸡蛋	0.01~0.80	0.50	1.50

2.3.3 回收率试验 分别在2 g空白鸡蛋试样中添加3个水平的混合杀菌剂中间溶液,使其质量分数为0.01,0.05,0.20 mg/kg ,每个水平平行测定3次,计算相对标准偏差及加标回收率。如表4所示,目标物的平均回收率为81.6%~107.0%,相对标准偏差(RSD)均低于10%,表明该方法的准确度和精密度较好,满足试验要求。

2.4 实际样品

为进一步验证方法的可行性,课题组随机购买市售鸡蛋60批次样品,其中农贸市场、大型超市及小卖部各购买20批次。每批次10个样品充分混匀后,采用研究建立的方法进行8种杀菌剂残留量的分析检测。在农贸市场购买的样品中有3批次检测出咪鲜胺,质量分数分别为(0.185±0.016),(0.163±0.022),(0.113±0.010) mg/kg ;在小卖部购买的样品中2批次检出三唑醇,质量分数分别为(0.028±0.002),(0.036±0.002) mg/kg ;在超市购买的20份样品中均未检出杀菌剂成分。GB 2763—2026规定,咪鲜胺在蛋类的限量值为0.1 mg/kg (临时限量),三唑醇和三唑酮在蛋类的限量值为0.01 mg/kg (临时限量)。农贸市场来源的3批次鸡蛋样品咪鲜胺均超出限量值,推测与进货渠道有关,农贸市场进货检验要求相对于超市较低,在小卖部购买的2批次样品未超出限量值。

表 4 加标回收率和相对标准偏差
Table 4 Spiked recovery and relative standard deviations

杀菌剂	加标水平/(mg·kg ⁻¹)	回收率平均值/%	RSD/%
唑啉菌胺	0.01	90.2	3.3
	0.05	87.0	2.5
	0.20	104.0	1.8
三唑酮	0.01	88.1	5.2
	0.05	103.0	3.4
	0.20	95.8	1.6
三唑醇	0.01	82.5	2.9
	0.05	93.5	3.7
	0.20	98.6	6.0
粉唑醇	0.01	98.6	2.5
	0.05	103.0	4.3
	0.20	81.6	6.9
双炔酰菌胺	0.01	102.0	7.2
	0.05	105.0	4.1
	0.20	84.8	2.8
吡啉菌胺	0.01	93.0	3.0
	0.05	105.0	2.9
	0.20	88.2	3.2
吡啉萘菌胺	0.01	107.0	1.1
	0.05	87.6	6.0
	0.20	86.1	2.2
咪鲜胺	0.01	83.4	1.8
	0.05	93.9	3.9
	0.20	96.5	4.3

3 结论

研究建立了一种同时测定鸡蛋中 8 种杀菌剂残留量的液相色谱串联质谱分析方法。通过对提取时间的优化,提升了目标物的提取效率。利用 DPC 固相萃取柱填料优势,高效吸附杂质,减少操作步骤,提升工作效率。选择基质溶液配制标准曲线,有效减少基质干扰。研究结果表明,该方法灵敏度高、准确度好,并在实际应用中取得了良好的效果。

参考文献

[1] 秦晓彤, 王东, 赵尔成, 等. 基于 UPLC-MS/MS 技术的黄瓜中吡啉菌胺和氟菌唑残留特征解析与风险评估[J]. 食品科学, 2025, 46(19): 265-272.
QIN X T, WANG D, ZHAO E C, et al. Residue characteristics and health risk assessment of penthiopyrad and triflumizole in cucumber using UPLC-MS/MS[J]. Food Science, 2025, 46(19): 265-272.
[2] MAO J C, WU X D, LUO F M, et al. Determination of 19

succinate dehydrogenase inhibitor fungicides pesticide residues in green coffee by quechers-liquid chromatography tandem mass spectrometry[J]. Science & Technology of Cereals, Oils & Foods, 2023, 31(3): 159-167.
[3] 岑建斌, 罗先勇, 李吉龙, 等. 固相萃取—高效液相色谱—串联质谱法同时测定水果中 9 种琥珀酸脱氢酶杀菌剂[J]. 分析科学学报, 2025, 41(3): 299-306.
CEN J B, LUO X Y, LI J L, et al. Simultaneous determination of nine succinate dehydrogenase fungicides in fruits by solid phase extraction and high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Journal of Analytical Science, 2025, 41(3): 299-306.
[4] MASÍS-MORA M, BEITA-SANDÍ W, RODRÍGUEZ-YÁÑEZ J, et al. Validation of a methodology by LC-MS/MS for the determination of triazine, triazole and organophosphate pesticide residues in biopurification systems[J]. Journal of Chromatography B: Analytical Technologies in the Biomedical and Life Sciences, 2020, 1 156: 122296.
[5] SUN Q R, HUANG Y K, LIU J, et al. Method development, residue level analysis, and dietary risk assessment of 25 novel pesticide residues in animal-derived foods based on modified QuEChERS-HPLC-MS/MS[J]. Microchemical Journal, 2025, 208(1): 112586.
[6] 罗景阳, 王岩松, 李巧莲, 等. QuEChERS-超高效液相色谱—三重四极杆复合线性离子阱质谱法测定鸡蛋中 34 种新型杀虫剂的残留量[J]. 理化检验: 化学分册, 2025, 61(9): 1 101-1 109.
LUO J Y, WANG Y S, LI Q L, et al. Determination of residues of 34 novel insecticides in eggs by ultra-high performance liquid chromatography-triple quadrupole composite linear ion trap mass spectrometry with QuEChERS[J]. Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis, 2025, 61(9): 1 101-1 109.
[7] 袁帅, 罗景阳, 宋健, 等. QuEChERS-液相色谱串联高分辨质谱法同时测定鸡蛋中 34 种杀虫剂的农药残留[J]. 食品科技, 2025, 50(8): 326-333.
YUAN S, LUO J Y, SONG J, et al. Simultaneous detection of 34 pesticides residues in eggs by QuEChERS-liquid chromatography tandem high resolution mass spectrometry[J]. Food Science and Technology, 2025, 50(8): 326-333.
[8] 唐俗, 卓程柳, 朱雨田, 等. 高效液相色谱—串联质谱法测定鸡蛋中 18 种拟除虫菊酯类农药残留[J]. 粮食与油脂, 2025, 38(1): 157-162.
TANG S, ZHUO C B, ZHU Y T, et al. Determination of 18 pyrethroid pesticide residues in eggs by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry[J]. Cereals & Oils, 2025, 38(1): 157-162.
[9] QIAN J R, ZHANG Y F, LI X W, et al. Determination of four pesticide residues in pepper oleoresin and pepper essential oil using GPC-QuEChERS-GC-MS/MS and dietary risk assessment

- [J]. Journal of chinese mass spectrometry society, 2025, 46(2): 233-241.
- [10] 李敏青, 陈姿竹, 李菊, 等. QuEChERS-高效液相色谱—串联质谱法同时测定动物源性食品中21种琥珀酸脱氢酶抑制剂类杀菌剂的残留量[J]. 分析科学学报, 2024, 40(5): 501-510.
- LI M Q, CHEN Z Z, LI J, et al. QuEChERS-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry for determination of 21 succinate dehydrogenase inhibitor fungicides in animal foods[J]. Journal of Analytical Science, 2024, 40(5): 501-510.
- [11] HOU X G, HOU Z G, WEI L P, et al. Simultaneous determination of multiple pyrazole amide fungicide residues in 12 foodstuffs by QuEChERS-HPLC-MS/MS[J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2025, 148(11): 108182.
- [12] 李巧莲, 罗景阳, 张宏宏, 等. 多壁碳纳米管改进 QuEChERS-液相色谱—串联质谱法测定豆类中12种酰胺类杀菌剂残留量[J]. 粮食与油脂, 2023, 36(1): 157-162.
- LI Q L, LUO J Y, ZHANG H H, et al. Determination of 12 amide fungicides in legumes by multi-walled carbon nanotubes QuEChERS-liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Cereals & Oils, 2023, 36(1): 157-162.
- [13] 沈霞. 分散固相萃取/超高效液相色谱—串联质谱法测定食用菌中19种杀虫剂、杀菌剂及其代谢物[J]. 分析测试学报, 2020, 39(9): 1105-1111.
- SHEN X. Determination of 19 insecticides, fungicides and their metabolites in edible fungi by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry with dispersed solid phase extraction[J]. Journal of Instrumental Analysis, 2020, 39(9): 1105-1111.
- [14] 黄彪, 刘文静, 吴建鸿. 分散固相萃取法结合 UPLC-MS/MS 同时分析茶叶中13种杀菌剂[J]. 福建茶叶, 2019, 41(5): 13-15.
- HUANG B, LIU W J, WU J H. Simultaneous analysis of 13 fungicides in tea leaves by dispersive solid-phase extraction combined with UPLC-MS/MS[J]. Tea in Fujian, 2019, 41(5): 13-15.
- [15] 刘瑾, 李利, 李莉, 等. 乳化液液微萃取—超高效液相色谱—串联质谱法检测食品中的三唑类杀菌剂[J]. 分析试验室, 2024, 43(8): 1094-1101.
- LIU J, LI L, LI L, et al. Emulsive liquid-liquid microextraction-ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry for detecting triazole fungicides in food[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2024, 43(8): 1094-1101.
- [16] 康琬琳, 张艳超, 宋惜木, 等. 抽拔辅助分散固相微萃取技术用于饮料中5种杀菌剂残留检测研究[J]. 农药学报, 2023, 25(6): 1340-1348.
- KANG W L, ZHANG Y C, SONG X M, et al. Employing syringe-assisted dispersive solid phase microextraction for precision detection of five fungicide residues in beverages[J]. Chinese Journal of Pesticide Science, 2023, 25(6): 1340-1348.
- [17] 罗宽能, 黄子杰, 黄朋勉, 等. Sin-QuEChERS Nano-UPLC-MS/MS 检测大米中甲氨基阿维菌素苯甲酸盐残留[J]. 食品与机械, 2025, 41(8): 61-65.
- LUO K N, HUANG Z J, HUANG P M, et al. Determination of residual emamectin benzoate in rice by Sin-QuEChERS Nano-UPLC-MS/MS[J]. Food & Machinery, 2025, 41(8): 61-65.
- [18] KEKLIK M, GOLGE O, GONZALEZ-CURBELO M A, et al. Determination of pesticide residues in vine leaves using the QuEChERS method and liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Foods, 2024, 13(6): 909.
- [19] 康绍英, 李灿, 赵红清, 等. 高效液相色谱—三重四极杆质谱法测定酒类产品中59种非法添加药物[J]. 食品与机械, 2025, 41(1): 86-96.
- KANG S Y, LI C, ZHAO H Q, et al. Determination of 59 illegal drugs in alcoholic products by high performance liquid chromatography-triple quadrupole mass spectrometry[J]. Food & Machinery, 2025, 41(1): 86-96.
- [20] 徐曼, 宋少龙, 胡俊, 等. QuEChERS 结合超高效液相色谱—串联质谱法测定新疆饅饅制品中丙烯酰胺[J]. 食品与机械, 2024, 40(11): 61-68.
- XU M, SONG S L, HU J, et al. QuEChERS combined with ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry to determine acrylamide in Xinjiang Naan products[J]. Food & Machinery, 2024, 40(11): 61-68.
- [21] 朱礼, 邓航, 袁列江, 等. QuEChERS 净化结合超高效液相色谱串联质谱法快速测定动物源性食品中溴虫氟苯双酰胺残留[J]. 食品与发酵工业, 2024, 50(17): 336-342.
- ZHU L, DENG H, YUAN L J, et al. Rapid determination of broflanilide residues in animal-derived foods by QuEChERS purification combined with UPLC-MS/MS[J]. Food and Fermentation Industries, 2024, 50(17): 336-342.
- [22] UCLÉS S, LOZANO A, SOSA A, et al. Matrix interference evaluation employing GC and LC coupled to triple quadrupole tandem mass spectrometry[J]. Talanta, 2017, 174: 72-81.
- [23] LY T K, HO T D, BEHRA P, et al. Determination of 400 pesticide residues in green tea leaves by UPLC-MS/MS and GC-MS/MS combined with QuEChERS extraction and mixed-mode SPE cleanup method[J]. Food Chemistry, 2020, 326: 126928.