

陈舒奕, 钟茂生, 江晓芬, 等. 液相色谱-串联质谱法测定食用菌中 20 种农药残留 [J]. 福建农业学报, 2016, 31 (12): 1334—1339.
CHEN S-Y, ZHONG M-S, JIANG X-F, et al. Determination of 20 Pesticide Residues in Edible Fungi by Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry [J]. *Fujian Journal of Agricultural Sciences*, 2016, 31 (12): 1334—1339.

液相色谱-串联质谱法测定食用菌中 20 种农药残留

陈舒奕¹, 钟茂生¹, 江晓芬¹, 朱品玲¹, 梁 剑², 叶 洪¹, 肖 颖¹

(1. 宁德出入境检验检疫局, 福建 宁德 352100; 2. 莆田出入境检验检疫局, 福建 莆田 351100)

摘要: 本研究建立了食用菌中 20 种农药残留同时检测的液相色谱-串联质谱 (LC-MS/MS) 检测方法。样品经含 0.1% 乙酸的乙腈提取, 经无水硫酸镁、N-丙基乙二胺 (PSA) 净化, 以电喷雾电离正离子 (ESI+)、多反应检测模式 (MRM) 进行检测, 外标法定量。20 种农药在 0.005~0.10 mg·kg⁻¹ 范围内线性关系良好, 相关系数大于 0.99。该分析方法快速、准确, 通过优化前处理和上机条件, 在最优条件下进行测试, 方法定量下限 ($S/N > 10$) 为 0.005 mg·kg⁻¹, 在香菇和白木耳中进行 0.05 mg·kg⁻¹ 加标水平测试, 其回收率为 65.1%~96.0%, RSD 为 2.5%~9.0%。该方法适用于食用菌中 20 种农药测定。

关键词: 液相色谱-串联质谱法; 食用菌; 农药残留

中图分类号: 0657

文献标识码: A

文章编号: 1008-0384 (2016) 12-1334-06

Determination of 20 Pesticide Residues in Edible Fungi by Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry

CHEN Shu-yi¹, ZHONG Mao-sheng¹, JIANG Xiao-fen¹, ZHU Pin-ling¹, LIANG Jian²,
YE Hong¹, XIAO Ying¹

(1. Ningde Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Ningde, Fujian 352100, China;

2. Putian Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Ningde, Fujian 351100, China)

Abstract: A method by combining liquid chromatography with tandem mass spectrometry was developed to determine the residues of 20 pesticides in edible fungi. Samples were extracted using acetonitrile containing 0.1% acetic acid cleaned-up with anhydrous magnesium sulfate and primary secondary amine (PSA). Measurement on the residues was conducted on the extracts under the modes of electrospray positive ionization (ESI+) and multiple reaction monitoring (MRM), using external standards. The calibration curves of the pesticides had a linear relationship with a correlation coefficients greater than 0.99 in the range of 0.005 to 0.10 mg·kg⁻¹. The optimized testing conditions included a lower limits of quantitation (LOQs, $S/N > 10$) at 0.005 mg·kg⁻¹. A test for recovery was performed by adding 0.05 mg·kg⁻¹ standard pesticides to the mushrooms and white fungi. It was found that the recovery rates ranged from 65.1% to 96.0%, with a relative standard deviations of 2.5%—9.0%. It was concluded that the newly developed methodology was rapid and accurate, and could be applied for the determination of the 20 pesticide residues in edible fungi.

Key words: liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS); edible fungi; pesticide residues

民以食为天, 食以安为先, 食品安全关乎国家的发展、社会稳定和每个人生命健康的重大问题。我国食用菌资源丰富, 也是最早栽培、利用食用菌的国家之一, 食用菌不仅味美, 而且营养丰富, 常被人们称作健康食品^[1]。食用菌从栽培到采收时间相对较短, 而且多以木屑和农作物下脚料为材料,

容易滋生病虫害, 农药的使用可大大提高食用菌的产量, 但农药残留污染问题严重危害人们的健康^[2]。美国、欧盟、日本、韩国等发达国家和地区都对食用菌中农药残留制定了严格的使用技术规范和最高残留限量要求。我国国家卫生和计划生育委员会与国家农业部也于 2014 年 3 月 20 日联合发布

收稿日期: 2016-08-26 初稿; 2016-09-29 修改稿

作者简介: 陈舒奕 (1982—), 男, 工程师, 主要从事食品安全检测和研究工作 (E-mail: fjsychen@126.com)

基金项目: 福建出入境检验检疫局科研项目 (FK2014-ND002)

了食品安全国家标准《食品中农药最大残留限量》(GB 2763-2014)^[3], 这对规范食品生产经营活动、保障食品安全发挥了重要作用。

农药残留检测主要方法有液相色谱法、气相色谱法、气相色谱-质谱联用法、液相色谱-质谱联用法等, 其中液相色谱-质谱联用法具有高灵敏度、高准确度、高通量等特点, 目前广泛运用于农药多残留分析中^[4-10]。目前, 食用菌中农药残留检测常用的方法有: GB/T 23202-2008《食用菌中 440 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法》、SN/T 0148-2011《进出口水果蔬菜中有机磷农药残留量检测方法气相色谱和气相色谱-质谱法》、SN/T 2441-2010《进出口食品中涕灭威、涕灭威砜、涕灭威亚砜残留量检测方法液相色谱-质谱/质谱法》、GB/T 23380-2009《水果、蔬菜中多菌灵残留的测定 高效液相色谱法》等^[11-14]。本研究针对美国、欧盟、日本、韩国及我国重点关注的甲胺磷、乙酰甲胺磷、多菌灵、啶虫脒等 20 种常见农药, 采用 QuEChERS 净化与液相色谱-质谱联用法检测技术, 建立了食用菌中 20 种农药多残留同时检测分析的方法, 为食用菌中农药残留快速检测提供了技术支持。

1 材料与方法

1.1 试验材料

香菇及白木耳样品, 购自福建省宁德市出口食用菌公共备案基地。鲜香菇选择采收不超过 48 h 的新鲜样品, 置于 4℃ 冰箱, 冷藏备用; 干香菇、干白木耳样品为产自出口食用菌公共备案基地的香菇、白木耳干制品, 置于干燥室温下, 密封备用。所有试验样品购入后均先采用 GB/T 23202-2008《食用菌中 440 种农药及相关化学品残留量的测定: 液相色谱-串联质谱法》、SN/T 0148-2011《进出口水果蔬菜中有机磷农药残留量检测方法 气相色谱和气相色谱-质谱法》、SN/T 2441-2010《进出口食品中涕灭威、涕灭威砜、涕灭威亚砜残留量检测方法: 液相色谱-质谱/质谱法》等方法进行农药残留检测, 确认不含待研究 20 种农药残留。

1.2 仪器与试剂

液相色谱-质谱联用仪: Agilent 1260 高效液相色谱仪, Agilent 6410 三重四级杆质谱仪 (配 ESI 电喷雾离子源, 美国 Agilent 公司); 色谱柱: Eclipse Plus C18, 3.0 × 100 mm, 1.8 μm (美国 Agilent 公司); Milli-Q Direct 16 超纯水机 (美国 MILLIPORE 公司); PM4800 电子天平 (瑞士

METTLER TOLEDO); 旋涡混合器 (IKA 公司); 超声波清洗机 (昆山舒美); 离心机 (德国 HETTICH 公司); 固相萃取装置 (美国 SUPELCO 公司); 0 ~ 25 mL 瓶口移液器 (Eppendorf); 全自动氮吹浓缩仪 (美国 Biotage 公司)。

乙腈、甲醇、正己烷、乙酸乙酯为色谱纯 (德国 Merk 公司); 乙酸为色谱纯 (Sigma 公司); 氯化钠、无水硫酸钠、无水硫酸镁, 分析纯 (国药集团化学试剂有限公司); N-丙基乙二胺 (PSA) 粉末: 粒径 40~63 μm (CNW 公司); 石墨化碳黑: 120~400 目 (CNW 公司); 20 种农药标准溶液: 甲胺磷、乙酰甲胺磷、氧化乐果、涕灭威亚砜、多菌灵、涕灭威砜、噻菌灵、灭多威、噻虫嗪、吡虫啉、乐果、啶虫脒、克百威、异丙威、三唑醇、多效唑、三唑酮、氟硅唑、马拉硫磷、乙草胺溶液, 浓度均为 100 μg · mL⁻¹, 中国农业部环境保护科研监测所提供的。

1.3 液相色谱条件

色谱柱: ZORBAX Eclipse Plus C18 柱 (3.0 × 100 mm, 1.8 μm; 安捷伦公司); 柱温: 35℃; 流动相: A=乙腈, B=0.47 g · L⁻¹乙酸铵水溶液 [含 0.2% (v/v) 甲酸]; 梯度洗脱程序: 0 ~ 1 min, 3% A; 1 ~ 10 min, 3% A ~ 50% A; 10 ~ 13 min, 50% A ~ 90% A; 13 ~ 15 min, 90% A; 15 ~ 16 min, 90% A ~ 3% A; 后运行时间: 2 min; 进样量: 20 μL; 流速: 0.3 mL · min⁻¹。

1.4 质谱条件

离子源为 ESI 电喷雾离子源; 采用正离子多反应监测 (MRM) 扫描模式采集数据; 碰撞气为氮气; 气流量 8 L · min⁻¹; 离子源温度 350℃; 毛细管电压 4 000 V; 光电倍增管电压 400 V; 喷雾器压力 45 psi; 其他质谱参数见表 1。

1.5 标准曲线制作

分别准确吸取 1 mL 上述 20 种标准溶液于 100 mL 容量瓶中, 加水定容, 配制成 1.0 μg · mL⁻¹ 标准混合溶液, 再根据需要用 30% (v/v) 乙腈水逐级稀释成 0.001、0.005、0.010、0.020、0.050、0.10 μg · mL⁻¹ 的系列混合标准工作溶液, 制作标准曲线。

1.6 样品前处理方法

1.6.1 鲜食用菌样品前处理 准确称取 10.00 g 研磨好的新鲜样品于 50 mL 具塞离心管中。加入 1 g 氯化钠, 接着加入 0.1% (v/v) 乙酸的乙腈溶液 20 mL, 盖好盖子, 高速旋涡混合 1 min, 再超

声 15 min, 以 $4500 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 速度离心 5 min, 取 10 mL 上清液于预先加有 50 mg PSA 粉末、150 mg 无水硫酸镁的离心管中, 高速旋涡 1 min, 离心后取上清液移入玻璃离心管中, 45℃水浴中氮吹

至近干, 准确加入 1.0 mL 30% 的乙腈水溶液, 旋涡洗脱 1 min, 用 $0.22 \mu\text{m}$ 滤膜过滤至 2 mL 的进样瓶, 供液相色谱-质谱联用仪检测分析。

表 1 20 种农药的保留时间及质谱分析参数

Table 1 Retention times and mass spectrometric parameters for 20 pesticides

序号	农药品种	保留时间 /min	定量定性离子对 / (m · z ⁻¹)	源内碎裂电压 /V	碰撞气能量 /eV
1	Methamidophos(甲胺磷)	4.10	142.1/94.0*, 142.1/125.0	80	15,10
2	Acephate(乙酰甲胺磷)	5.82	184.1/143.0*, 184.1/95.0	55	4,20
3	Omethoate(氧化乐果)	6.54	214.0/124.9*, 214.0/182.9	80	20,5
4	Aldicarb sulfoxide(涕灭威亚砜)	7.00	207.0/89.0*, 207.0/132.0	90	8,1
5	Carbendazim(多菌灵)	7.86	192.1/160.1*, 192.1/132.1	80	15,20
6	Aldicarb sulfone(涕灭威砜)	8.02	223.1/86.0*, 223.1/76.0	80	5,5
7	Thiabendazole(噻菌灵)	8.25	202.1/175.1*, 202.1/131.1	120	30,30
8	Methomyl(灭多威)	8.46	163.1/88.1*, 163.1/106.1	80	5,10
9	Thiamethoxam(噻虫嗪)	9.08	292.1/181.1*, 292.1/211.2	80	10,20
10	Imidacloprid(吡虫啉)	10.19	256.0/209.0*, 256.0/175.0	80	10,10
11	Dimethoate(乐果)	10.44	230.0/125.0*, 230.0/199.0	80	5,10
12	Acetamiprid(啶虫脒)	10.58	223.1/126.0*, 223.1/56.2	120	15,15
13	Carbofuran(克百威)	13.19	222.1/165.1*, 222.1/123.1	120	5,20
14	Isopropcarb(异丙威)	14.02	194.1/95.0*, 194.1/137.1	80	20,5
15	Triadimenol(三唑醇)	14.46	296.1/70.0*, 296.1/99.1	80	10,10
16	Paclobutrazol(多效唑)	14.46	294.2/70.0*, 294.2/125.0	100	15,25
17	Triadimefon(三唑酮)	15.00	294.2/69.0*, 294.2/197.1	100	20,15
18	Flusilazole(氟硅唑)	15.13	316.1/165.1*, 316.1/247.1	120	15,20
19	Malathion(马拉硫磷)	15.28	331.0/99.0*, 331.0/127.1	80	5,10
20	Acetochlor(乙草胺)	15.52	270.2/224.0*, 270.2/148.2	80	5,20

注: * 为定量离子。

1.6.2 千食用菌样品前处理 准确称取 2.00 g 研磨好的干燥样品于 50 mL 具塞离心管中, 加入 10 mL 超纯水, 旋涡混匀, 静置 30 min。按 1.6.1 方法进行前处理后装于进样瓶, 供液相色谱-质谱联用仪检测分析。

1.7 添加回收

对于鲜食用菌, 准确称取 10.00 g 研磨好的样品 6 份, 分别加入 $1.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的标准混合溶液 0、0.05、0.10、0.20、0.50、1.0 mL, 制作成 0、0.005、0.010、0.020、0.050、0.100 $\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 加标水平。使用 1.6.1 方法进行前处理后装于进样瓶, 供液相色谱-质谱联用仪检测分析。

对于干食用菌, 准确称取 2.00 g 研磨好的样

品 6 份, 分别加入 $0.20 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的标准混合溶液 0、0.05、0.10、0.20、0.50、1.0 mL, 制作成 0、0.005、0.010、0.020、0.050、0.100 $\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 加标水平。使用 1.6.2 方法进行前处理后装于进样瓶, 供液相色谱-质谱联用仪检测分析。

2 结果与分析

2.1 色谱图

在上述前处理及色谱、质谱条件下, 20 种农药均可实现快速、有效的分离。图 1 为液相色谱-串联质谱同时检测 20 种农药残留量的色谱图。

2.2 方法的准确度、精密度及灵敏度

用本方法对食用菌样品进行 0.005、0.010、

0.020、0.050、0.100 mg·kg⁻¹水平的加标回收实验,以待测物的响应值(y)对相应的含量(mg·kg⁻¹)制作加标回收校准曲线,试验结果表明其相关系数(R^2)均大于0.99,20种农药在0.005~0.100 mg·kg⁻¹范围内具有良好的线性关系。同时用本方法对香菇、白

木耳样品进行6次0.05 mg·kg⁻¹水平的加标试验,其回收率为65.1%~96.0%,相对标准偏差(RSD)为2.5%~9.0%(表2)。以信噪比S/N>10确定方法定量下限,20种农药的定量下限均可达到0.005 mg·kg⁻¹,结果较为理想。

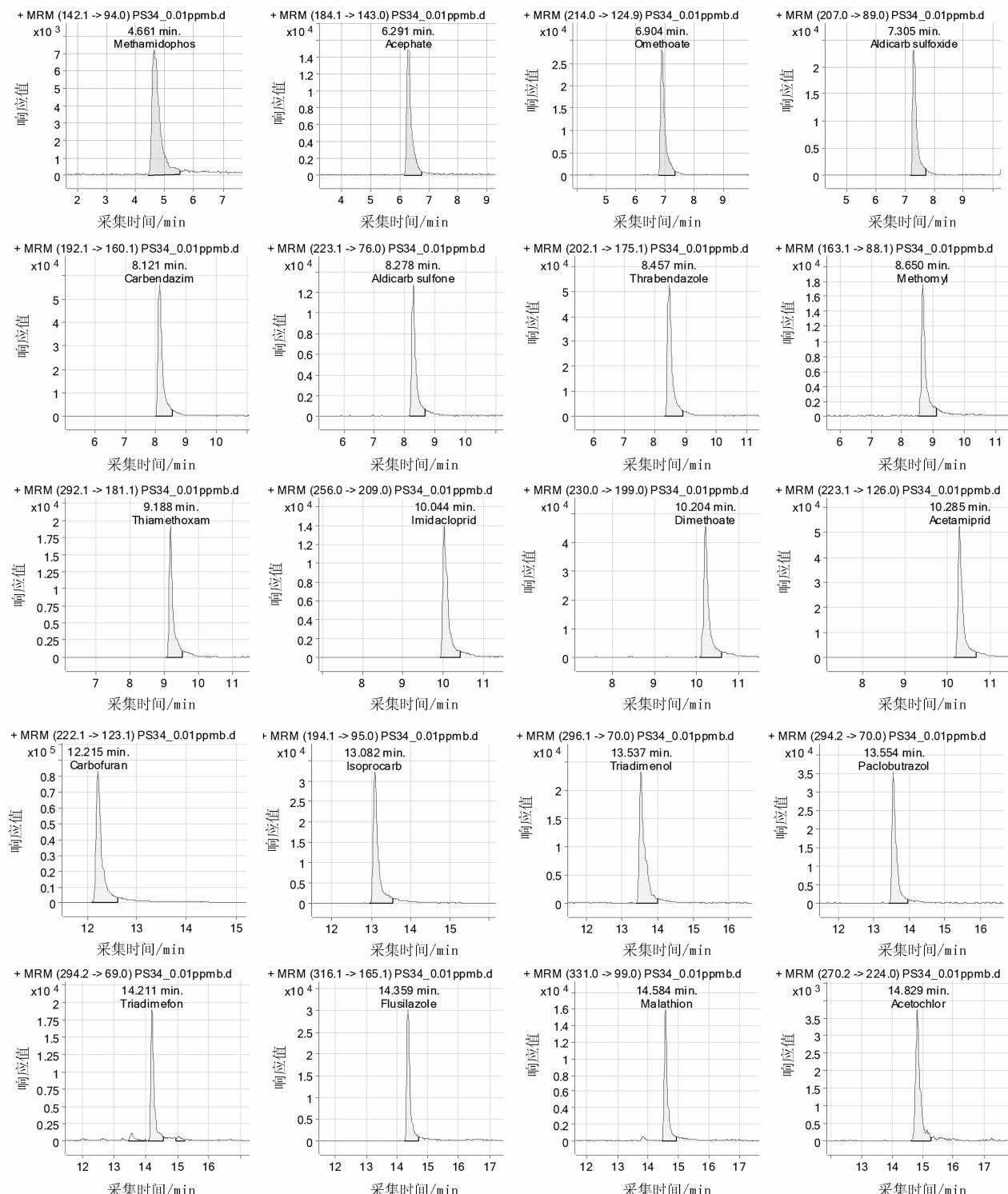


图1 20种农药标准品的MRM色谱

Fig. 1 MRM chromatograms of 20 pesticide standards

表 2 20 种农药线性方程、相关系数、回收率、精密度

Table 2 Regression equation, correlation coefficient (R^2), recovery and relative standard deviations (RSD) on 20 pesticides

序号	农药	线性方程	R^2	香菇($0.05 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)		白木耳($0.05 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)	
				回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
1	Methamidophos(甲胺磷)	$y=864234x + 1097$	0.9983	68.2	6.8	70.4	5.7
2	Acephate(乙酰甲胺磷)	$y=1350776x - 2371$	0.9949	65.1	7.0	69.0	5.0
3	Omethoate(氧化乐果)	$y=2746324x + 3810$	0.9982	70.5	3.5	68.6	4.8
4	Aldicarb sulfoxide(涕灭威亚砜)	$y=1617506x + 1051$	0.9995	71.5	8.5	76.8	4.6
5	Carbendazim(多菌灵)	$y=24154383x + 12146$	0.9984	94.7	2.6	90.5	3.2
6	Aldicarb sulfone(涕灭威砜)	$y=4285213x - 2027$	0.9998	88.0	4.7	92.3	4.0
7	Thiabendazole(噻菌灵)	$y=14466859x + 11043$	0.9996	92.5	3.6	90.1	6.1
8	Methomyl(灭多威)	$y=6847062x - 11964$	0.9981	82.5	2.5	88.0	3.8
9	Thiamethoxam(噻虫嗪)	$y=3443287x - 8810$	0.9947	84.1	7.8	80.3	5.5
10	Imidacloprid(啶虫啉)	$y=2561526x - 2609$	0.9995	91.3	4.9	93.5	3.2
11	Dimethoate(乐果)	$y=12982119x - 22186$	0.9991	85.1	3.7	90.2	5.9
12	Acetamiprid(啶虫脒)	$y=14460171x - 13829$	0.9994	92.2	4.1	87.1	5.0
13	Carbofuran(克百威)	$y=35659321x - 9149$	0.9990	90.8	5.7	96.0	3.3
14	Isoprocarb(异丙威)	$y=6959892x + 5673$	0.9980	80.5	6.1	86.6	4.8
15	Triadimenol(三唑醇)	$y=3950129x + 7471$	0.9987	77.3	9.0	72.0	7.2
16	Paclobutrazol(多效唑)	$y=4973457x + 14745$	0.9988	73.0	7.1	77.8	6.0
17	Triadimefon(三唑酮)	$y=2167825x + 7575$	0.9987	70.5	6.8	75.3	3.8
18	Flusilazole(氟硅唑)	$y=1462023x + 6800$	0.9961	90.2	3.2	94.8	4.0
19	Malathion(马拉硫磷)	$y=4287276x + 7269$	0.9976	76.2	4.6	73.1	3.9
20	Acetochlor(乙草胺)	$y=1307020x + 3363$	0.9975	79.6	3.5	84.5	4.8

3 讨论与结论

3.1 样品提取条件的优化

用于提取样品中农药常用的有机溶剂有乙腈、正己烷、乙酸乙酯、丙酮和二氯甲烷等, 本研究所检测的 20 种农药, 包含氨基甲酸酯类、有机磷类及其他类别农药, 其极性和溶解性差别比较大, 乙腈通用性比较强, 对不同类别的农药均具有较高的提取效率, 而且被溶入的杂质质量适中, 因此选择乙腈为提取溶液, 由于甲胺磷、乐果等农药属于遇碱易分解的农药, 所以在乙腈中加入 0.1% 的乙酸, 研究比较了含 0.1% 乙酸的乙腈溶液、乙腈、乙酸乙酯、正己烷等溶剂, 发现含 0.1% (v/v) 乙酸的乙腈溶液的提取效率最好, 因此选其作为提取溶剂。

3.2 净化条件的选择

由于食用菌中往往含有维生素、氨基酸、蛋白质及多糖等物质, 如果未经净化直接检测, 将影响分离效果和检测灵敏度。PSA 粉末的有效成分为其表面键合的官能团, 可有效净化样品中的糖类、

金属离子、氨基酸等物质, 但对色素的净化能力不理想, 色素的净化可以用石墨化炭黑 (GCB) 来净化, 本研究的食用菌其提取液颜色很浅, 净化过程中不加入 GCB 也可达到良好效果, 不会对仪器和待测农药产生不良影响。

3.3 定容溶剂的选择

对于定容溶剂的选择, 先后对比了不同比例的乙腈水溶液, 当乙腈比例超过 40% (v/v) 时, 甲胺磷、乙酰甲胺磷、氧化乐果等农药回收率下降, 当乙腈比例小于 20% (v/v) 时, 噻菌灵、乙草胺等农药回收率下降, 因此最终确定以 30% (v/v) 乙腈水溶液为定容溶剂时, 20 种农药均有较好的回收率。

3.4 液相色谱、质谱条件的优化

比较了甲醇、乙腈分别与水、0.47 g · L⁻¹ 乙酸铵水溶液 [含 0.2% (v/v) 甲酸] 和 0.5% (v/v) 甲酸水溶液组成的流动相系统的洗脱效果, 结果表明, 采用乙腈和 0.47 g · L⁻¹ 乙酸铵水溶液 [含 0.2% (v/v) 甲酸] 作为流动相时, 各目标物响应值较好。

在 ESI 电喷雾离子源正离子模式下, 分别对各目标物的标准溶液进行全扫描和子离子扫描, 确定定量、定性离子对, 再分别进行优化碎裂电压和碰撞能量等参数进行优化。

本研究以香菇、白木耳等食用菌为研究对象, 建立了液相色谱-串联质谱法 (LC-MS/MS) 测定 20 种常见农药的检测方法, 方法具有良好的精密度、较低的方法定量限和较稳定的回收率, 能满足实际样品中多种农药同时检测, 也为其他农药残留检测方法提供了参考。

本研究建立的食用菌中 20 种农药同时检测方法, 其前处理过程较目前已发布实施的 GB/T 23202-2008《食用菌中 440 种农药及相关化学品残留量的测定: 液相色谱-串联质谱法相关农药残留检测》^[11]等国家标准或行业标准的前处理方法简单、便捷、快速, 所使用的试剂耗材也相对较少, 是一种理想的多残留快速检测方法。

参考文献:

- [1] 张云野, 姜明, 孙传博, 等. 食用菌保健功效综述 [J]. 上海农业科技, 2016, (1): 19-21.
- [2] 彭卫红, 郑林用, 甘炳成. 食用菌生产中农药使用原则和安全性 [J]. 食用菌, 2002, 24 (1): 33-34.
- [3] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会, 中华人民共和国农业部. GB 2763-2014 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2014.
- [4] 杨群华, 徐伟松, 江燕玲, 等. 液相色谱法和液相色谱-串联质谱法测定蔬菜中多菌灵等 15 种农药残留量的研究 [J]. 安徽农业科学, 2014, 42 (25): 8593-8597.
- [5] 钟茂生, 朱品玲, 梁剑, 等. 用一种前处理方法同时测定食用菌中多种农药残留的研究 [J]. 安徽农业科学, 2010, 38 (6): 2777-2779.
- [6] 罗在粉, 黎进堂, 卿云光, 等. GC-ECD 法测定都匀毛尖茶中有机氯及拟除虫菊酯类农药残留 [J]. 广州化工, 2014, 42 (22): 125-127.
- [7] 苏建峰, 钟茂生, 陈晶, 等. 气相色谱-质谱法与气相色谱法测定茶叶及茶叶加工品中 295 种农药多残留 [J]. 分析测试学报, 2015, 34 (6): 625-638.
- [8] 孙涛, 刘圣红, 赵子刚, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定食用菌中农药多残留研究 [J]. 分析仪器, 2014, (2): 47-51.
- [9] 吴岩, 姜冰, 徐义刚, 等. QuEChERS-液相色谱-串联质谱法同时测定果蔬中 16 种农药残留 [J]. 色谱, 2015, 33 (3): 228-234.
- [10] 柳菡, 徐锦忠, 丁涛, 等. 蔬菜中 26 种农药残留的高效液相色谱-串联质谱法测定 [J]. 分析测试学报, 2009, 28 (2): 181-185.
- [11] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国标准化管理委员会. GB/T 23202-2008 食用菌中 440 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [12] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. SN/T 0148-2011 进出口水果蔬菜中有机磷农药残留量检测方法 气相色谱和气相色谱-质谱法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2011.
- [13] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. SN/T 2441-2010 进出口食品中涕灭威、涕灭威砜、涕灭威亚砜残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2010.
- [14] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国标准化管理委员会. GB/T 23380-2009 水果、蔬菜中多菌灵残留的测定 高效液相色谱法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.

(责任编辑: 林海清)