东北农业科学　2023，48(3)：138-144
Journal of Northeast Agricultural Sciences　DOI: 10.16423/j.cnki.1003-8701.2023.03.029

超高效液相色谱-串联质谱法测定食用菌中9种常见农药残留

杨　明[1]，陈丽娜[1]，时东方[1]，刘春明[1]*，李忠和[2]，高星爱[2]，刘宝林[1]
(1. 长春师范大学中心实验室，长春 130032；2. 吉林省农业科学院，长春 130033)

摘　要：建立一种同时测定猴头菇、榛蘑、香菇、榆黄蘑和珊瑚菌5种食用菌中9种常用农药残留的QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱方法。样品经0.1%乙酸乙腈-水(1∶1)振荡提取，NaCl和无水$MgSO_4$盐析后，用N-丙基乙二胺(PSA)、石墨化碳(GCB)、C_{18}和无水硫酸镁净化。以0.01%甲酸水-乙腈系统为流动相，梯度洗脱，BEH C_{18}色谱柱分离，利用UPLC-MS/MS进行确证和测定。在各自的线性范围内，9种农药的质量浓度与峰面积呈良好的线性关系，相关系数r>0.99，检出限(S/N=3)为0.05~0.50 μg/kg，定量限(S/N=10)为0.1~1.0 μg/kg，加标回收率在74.58%~115.95%，相对标准偏差为1.28%~16.42%。该方法操作简单、快速且灵敏度高，适用于检测食用菌中9种常用农药残留。

关键词：QuEChERS;超高液相色谱-串联质谱法;食用菌;农药残留
中图分类号：S481$^+$.8　　**文献标识码**：A　　**文章编号**：2096-5877(2023)03-0138-07

Determination of 9 Common Pesticide Residues in Edible Fungi by Ultra-High Performance Liquid Chromatography Tandem Mass Spectrometry

YANG Ming[1], CHEN Lina[1], SHI Dongfang[1], LIU Chunming[1]*, LI Zhonghe[2], GAO Xing′ai[2], LIU Baolin[1]
(1. *Central laboratory of Changchun normal university, Changchun* 130032; 2. *Jilin Academy of Agricultural Sciences, Changchun* 130033, China)

Abstract: QuEChERS combined with ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry was established for the determination of 9 pesticide residues in edible fungi, including hericium, hazel mushroom, shiitake, pleurotus ostreatus and coral fungus. The samples were extracted with a solution of acetonitrile containing 0.1% acetate and water (1∶1). After salting out by NaCl and anhydrous $MgSO_4$, the extract was purified by N-propyl ethylenediamine (PSA), graphenized carbon (GCB), C_{18} and anhydrous magnesium sulfate. The 0.01% formic acid water-acetonitrile system was used as the mobile phase in gradient elution, the BEH C_{18} chromatographic column was used as stationary phase for separation, and UPLC-MS /MS was used for confirmation and determination. Good linear relationships of the 9 pesticides between the mass concentrations and peak area have been obtained with r>0.99 in their respective linear ranges. The detection limits (S/N=3) were 0.05-0.50 μg/kg, the quantitative limits (S/N=10) were 0.1-1.0 μg/kg, the spiked recoveries were 74.58%-115.95%, and the relative standard deviations were 1.28%-16.42%. This method is simple, rapid, highly sensitive, and is suitable for the determination of 9 pesticide residues in edible fungi.

Key words: QuEChERS; UPLC-MS/MS; Edible fungi; Pesticide residue

食用菌是我国最早栽培、利用的物种之一，因其含有丰富的蛋白质、氨基酸[1]、不饱和脂肪酸[2]与维生素等营养物质，受到广泛欢迎。研究发现食用菌还具有很好的抗癌、抗菌、抗病毒等功效，不仅能降低某些物质诱发肿瘤的发生率，而且对高血压、高血脂、心律失常等疾病具有一定的疗效[3]。食用菌生产过程具有密闭、潮湿和不见光等特点，所以病虫害一直是影响食用菌生产和品质的主要因素之一[4]，近年来防治食用菌病虫害的主要方法是农药防治，如高效氟氯氰菊酯、甲

收稿日期：2020-03-10
基金项目：吉林省应用生态工程实验室自主创新能力建设项目(2018C0022)；吉林省教育厅“十三五”科学技术项目(JJKH20170658KJ)；长春师范大学自然科学基金项目(长师大自科合字【2016】第002号)
作者简介：杨　明(1994-)，男，在读硕士，研究方向：天然药物分析。
通讯作者：刘春明(1964-)，女，博士，教授，E-mail: ccsf777@163.com

维盐、噻菌灵和咪鲜胺等均在我国食用菌允许使用的农药中有所登记[5-7]。但是很多未登记的农药也会被用到食用菌病虫害防治中,如农业生产上经常使用的氟虫腈、阿维菌素、吡虫啉、除虫脲及植物源性农药等,这些农药并未获得农业农村部批准应用于食用菌病虫害防治[8-11]。因此,建立食用菌中农药残留检测方法,对食用菌的农药残留量进行检测和监控具有重要意义。

目前,国内外对农药残留的研究主要集中在水[12]、食品[13-16]和果蔬[17-18]等样品,主要检测方法有气相色谱-串联质谱法(GC-MS/MS)、液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)等[19-20]。本试验通过优化QuEChERS方法及超高效液相色谱-质谱条件,建立一种可同时检测食用菌中苯并咪唑类、新烟碱类、有机磷类共9种农药残留的分析检测方法,该方法分析速度快、灵敏度高、准确性好。

1　材料与方法

1.1　仪器与试剂

仪器:超高效液相色谱-三级四极杆质谱联用仪 Acquity Xevo TQ-S,美国 Waters 公司;高速冷冻离心机 3-30K,美国 Sigma 公司;实验室纯水制备系统 Milli-Q Integral 3,美国 Millipor 公司。

试剂:甲醇、乙腈色谱纯,美国 Fisher Science 公司;甲酸、乙酸色谱纯,阿拉丁公司;PSA、C_{18}、GCB 固相萃取填料,美国 Sigma 公司;0.22 μm 有机系滤膜,天津美瑞泰克公司;无水硫酸镁分析纯,北京化工;氯化钠分析纯、甲酸铵分析纯,天津市科密欧化学试剂有限公司;农药标准品:噻菌灵(thiabendazole)、啶虫脒(acetamiprid)、乐果(Dimethoate)、噻虫啉(Thiacloprid)、吡虫啉(Imidacloprid)、氯噻啉(imidaclothiz)、咪鲜胺(Prochloraz)、烯啶虫胺(nitenpyram)、噻虫嗪(Thiamethoxam)纯度均大于99.99%,德国 Dr.EhrenstorferGmbH 公司。

标准溶液制备方法:准确称取各农药标准品于10 mL容量瓶中,用乙腈定容后配制成浓度为100 μg/mL的标准储备液。准确量取各农药标准储备液混合后,用乙腈配制成500 ng/mL的混合标准储备液,使用时用乙腈逐级稀释成系列混合标准工作溶液,于4 ℃下保存。

本试验涉及食用菌种类有猴头菇、榛蘑、香菇、榆黄蘑和珊瑚菌,购自当地市场,由实验室老师进行鉴定。

1.2　试验方法

色谱条件:采用超高效液相色谱系统,耐压能力为15 000 psi,色谱分析柱为 Waters Acquity UPLC BEH C_{18}柱(50 mm×2.1 mm,1.7 μm);流动相A为乙腈,流动相B为0.01% 甲酸水溶液,梯度洗脱程序: 0~3.0 min,90%~80%A;3.0~5.0 min,80%~20%A;5.0~7.0 min,20%~0%A;7.0~8.0 min,0%~90%A。流速0.3 mL/min;柱温30 ℃;进样体积2.0 μL。

质谱条件:离子源为电喷雾离子源(ESI),正离子扫描方式,多反应监测模式(MRM),其离子源参数:毛细管电压1.00 kV;脱溶剂气温度350 ℃;脱溶剂气流量700 L/h;锥孔气流量150 L/h;碰撞气为氩气,流速0.15 mL/min;离子源温度150 ℃。

1.3　样品前处理方法

提取:称取1.0 g食用菌样品置于50 mL离心管中,加入10 mL超纯水,混匀后静置1 h;再加入10 mL 0.1% 乙酸乙腈,涡旋混匀1 min;接下来加入4 g无水硫酸镁和1 g氯化钠,涡旋混匀1 min,在4 000 r/min条件下离心10 min。

净化:取上清液2.5 mL加入75 mg PSA、150 mg C_{18}、20 mg GCB和800 mg无水硫酸镁涡旋混匀1 min,在4 000 r/min条件下离心10 min;取4 mL上层清液,于30 ℃氮气吹干后用甲醇:水(V/V, 1∶4)定容至0.8 mL;过0.22 μm滤膜;UPLC-MS/MS进样分析。

2　结果与讨论

2.1　色谱-质谱条件优化

以 BEH C_{18}柱(50 mm×2.1 mm,1.7 μm,Waters公司)为分离柱,比较甲醇、乙腈作为流动相以及添加甲酸、甲酸铵对目标物分离行为及响应的影响。结果表明,采用乙腈-0.01% 甲酸(V/V)溶液作为流动相,梯度洗脱时,化合物分离效果及峰形较好,灵敏度较高,9种农药的提取离子流图见图1。

采用直接进样方式,分别对浓度为200 ng/mL的9种农药标准溶液做正离子和负离子全扫描分析,以获得丰度较高的母离子。在此基础上,对各待测物的母离子进行子离子扫描,选择丰度最高的两个子离子作为定量离子和定性离子,优化碰撞池能量,确定最佳碰撞池参数。结果表明9种农药都具有较高的质谱响应,满足试验要求。9种农药质谱参数见表1。

2.2　样品前处理条件优化

2.2.1　提取方法选择

本试验在QuEChERS方法的基础上进行改进。为了满足方法对样品含水量的要求,考察了样品质量与超纯水添加量的比例,当样品量大于

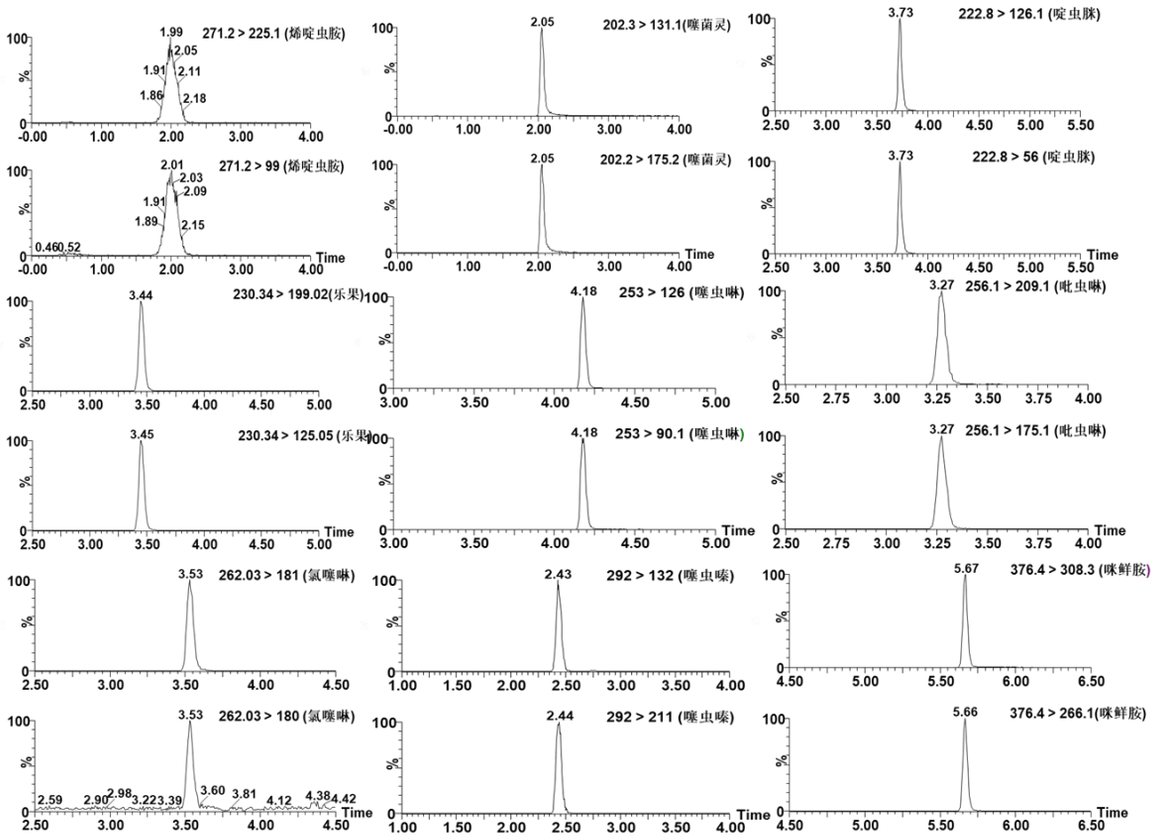

图1 9种农药的提取离子流图

1.0 g时,加入的水大部分被样品吸收,在用提取溶剂进行振荡提取时提取不完全。所以选择1.0 g样品添加10 mL超纯水作为最终物的添加比例。

本试验所选择的农药种类涉及有机磷、新烟碱类等多个种类,其理化性质相差较大。乙腈具有极性大、穿透性强的特点,在农药多残留提取领域应用较为广泛。本试验考察了纯乙腈和酸化乙腈(含0.1%乙酸、1%乙酸和0.1%甲酸)为提取液时对目标物的提取效率。通过加标回收法,在空白食用菌中加入9种目标农药混合标准溶液,添加水平均为5.0 μg /kg,混匀静置24 h后,再加入10 mL提取溶液进行提取。4种溶液的提取效率见图2。结果表明采用含0.1%乙酸乙腈为提取溶液时,提取效果最好,且杂质类成分溶出少。

2.2.2 净化条件的优化

为了降低基质效应,试验对吸附剂的种类和性质进行考察。食用菌的主要干扰成分为多糖、蛋白质、氨基酸、色素等,根据吸附剂的性质,选择PSA、C_{18}、GCB混合物进行净化。PSA可用于去除各种有机酸、色素及一些糖类和脂肪酸;C_{18}可用于去除脂肪类化合物,GCB可用于去除类甾体、叶绿素等成分。分别对PSA、C_{18}、GCB的用量进行考察,结果见图3~图5。经试验发现,PSA为75 mg、C_{18}

表1 9种农药多反应检测模式下的检测条件

名称	母离子(m/z)	锥孔电压(V)	子离子(m/z)	碰撞能量(eV)	保留时间(min)
吡虫啉	256.10	20	209.1 175.1*	16 19	3.29
啶虫脒	222.80	14	126.1 56.0*	18 15	3.74
乐果	230.34	30	199.02 125.05*	9 22	3.47
氯噻啉	262.03	17	122.1 181.0*	13 17	3.54
咪鲜胺	376.40	24	266.1 308.3*	18 11	5.60
噻虫啉	253.00	30	126.0 90.1*	30 37	4.18
噻虫嗪	292.00	14	132.0 211.0*	23 13	2.45
噻菌灵	202.20	30	131.1 175.2*	26 30	1.96
烯啶虫胺	271.20	20	99.0 225.1*	15 10	1.87

注:“*”为定量离子

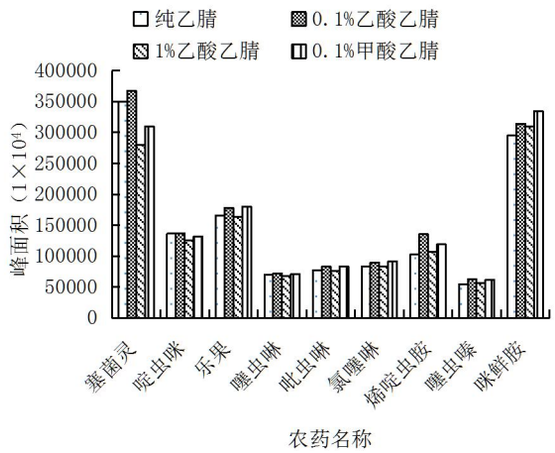

图2　不同提取溶剂峰面积的比较

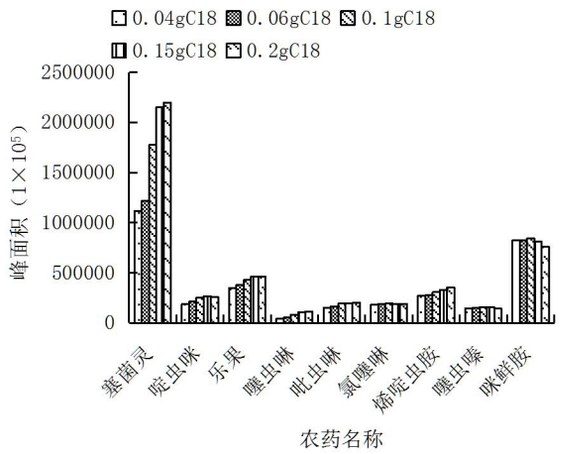

图4　不同C_{18}用量峰面积的比较

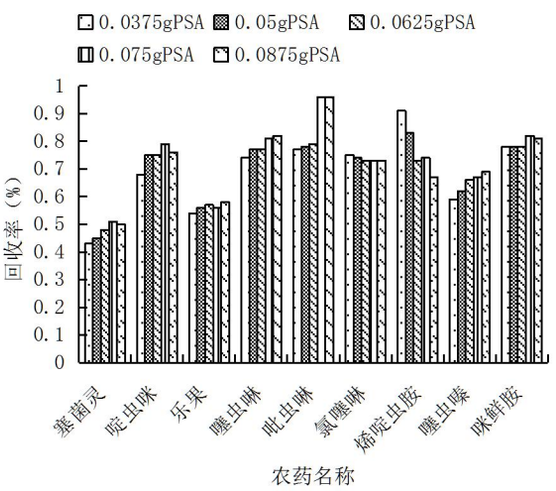

图3　不同PSA用量回收率的比较

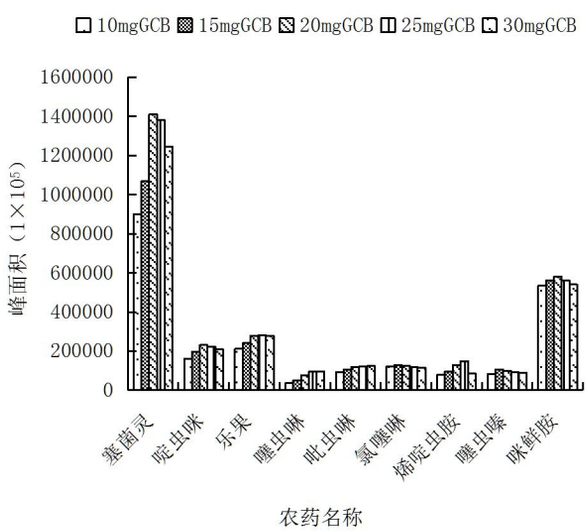

图5　不同GCB用量峰面积的比较

为150 mg、GCB为20 mg时回收率相对较好,净化后的溶液基本呈无色且回收率满足要求。

2.3　基质效应、标准曲线、检出限与定量限

基质效应的存在对检测结果有非常重要的影响,基质效应一般用公式 $ME = Slopi/Slop0$ 计算。Slopi为基质匹配标准曲线的斜率,Slop0为纯溶剂标准曲线的斜率。当ME在0.90~1.10时,基质效应可不考虑;当ME>1.10时,为基质增强效应;当ME<0.90时,为基质抑制效应[21]。由于5种食用菌中榆黄蘑的基质成分最为复杂,干扰杂质最多,故选择榆黄蘑为样品进行方法学数据考察。结果表明,此次检测的9种农药均有不同程度的基质抑制效应,试验结果见表2。因此,在试验中用空

表2　9种农药的基质效应、线性方程、检出限与定量限

农药名称	线性范围(μg/kg)	线性回归方程	相关系数(r)	基质效应	检出限LOD(μg/kg)	定量限LOQ(μg/kg)
噻菌灵	0.25~25	$y = 415\,118x + 97\,676$	0.997 9	0.30	0.10	0.25
啶虫脒	0.25~25	$y = 45\,819x + 11\,013$	0.999 5	0.62	0.10	0.25
乐果	0.1~50	$y = 134\,277x + 60\,259$	0.999 1	0.48	0.05	0.10
噻虫啉	0.25~50	$y = 59\,822x - 206.19$	0.999 8	0.28	0.10	0.25
吡虫啉	0.25~50	$y = 49\,273x - 9\,406.6$	0.999 8	0.53	0.10	0.25
氯噻啉	0.25~50	$y = 59\,541x + 17\,359$	0.999 7	0.44	0.10	0.25
烯啶虫胺	1.0~50	$y = 63\,600x - 38\,640$	0.999 8	0.51	0.50	1.00
噻虫嗪	0.5~50	$y = 32\,415x + 4\,422.7$	0.999 9	0.57	0.25	0.50
咪鲜胺	0.1~50	$y = 9\,505.3x + 7\,143.8$	0.998 6	0.02	0.05	0.10

白基质溶液制备一系列浓度的基质混合标准溶液，用超高液相色谱-三重四极杆质谱进行测定，以峰面积(y)对浓度(x)进行线性回归，其线性关系良好，以3倍信噪比(S/N≥3)和10倍信噪比(S/N≥10)分别确定检出限(LOD)与定量限(LOQ)。结果如表2所示，9种目标化合物在所选定的浓度范围内线性关系良好，相关系数(r)在0.997 9~0.999 9，检出限在0.05~0.50 μg/kg，定量限在0.10~1.00 μg/kg。

2.4 精密度和回收试验

取未检出农药残留的食用菌为空白样品，分为高、中、低3个浓度水平对其进行添加回收率和精密度试验，每个添加浓度分别做6次平行试验。依上述方法进行提取和净化，并利用超高效液相色谱-串联质谱法进行检测分析，计算空白样品的回收率及其相对标准偏差，试验结果见表3。9种农药的加标回收率在74.58%~115.95%，相对标准偏差在1.28%~16.42%。

表3 9种农药的平均回收率及其相对标准偏差 %

农药名称	添加水平					
	50 μg/kg		25 μg/kg		5 μg/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
噻菌灵	97.16	5.99	83.22	7.04	78.80	4.79
啶虫脒	96.49	2.82	100.78	1.83	89.07	1.45
乐果	90.44	3.37	103.12	1.58	85.26	4.06
噻虫啉	74.58	11.92	115.95	3.91	88.70	5.26
吡虫啉	98.76	4.00	105.10	2.16	89.26	2.32
氯噻琳	90.88	1.28	87.89	1.03	90.94	3.24
烯啶虫胺	107.66	2.28	100.10	1.54	81.03	3.85
噻虫嗪	93.23	2.57	82.24	1.58	98.86	2.96
咪鲜胺	105.36	5.98	102.76	11.20	103.06	16.42

2.5 实际样品分析及风险评价

分别选择榛蘑、猴头菇、香菇、榆黄蘑、珊瑚菌5种菌类各10份样品，应用试验建立的方法进行检测，结果发现，一份榛蘑样品中啶虫脒有检出，含量为77.90 mg/kg；一份猴头菇样品中啶虫脒和吡虫啉有检出，含量分别为7.34、10.74 mg/kg，实际样品检测结果见图6。

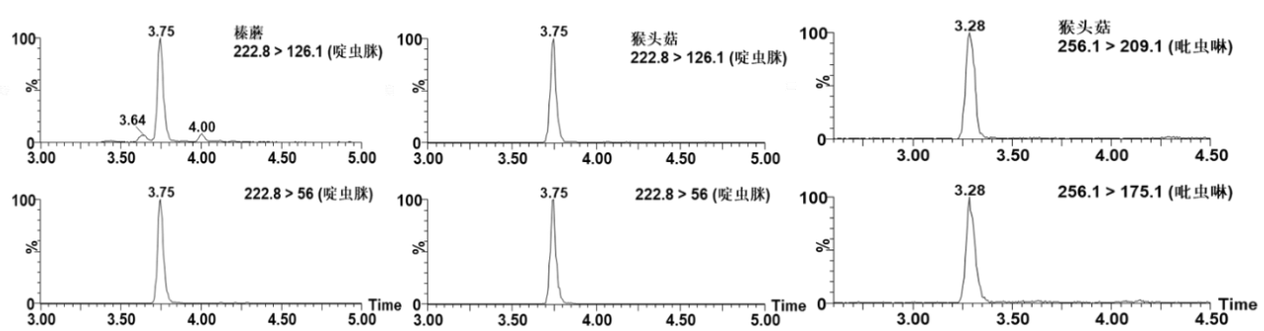

图6 榛蘑与猴头菇中检出的农药

啶虫脒是氯化烟碱类杀虫剂，因其有很强的内吸性导致植物与其接触后会被直接吸收且延伸至更多部位，残留量会大大加剧；由于它本身也具有良好的水溶性，能通过土壤渗透等方式被植物根部吸收从而污染作物。以上两点也是啶虫脒在植物和农作物中大量残留的原因[22]，啶虫脒在农作物中大量残留也会对人体健康造成无形的危害。近年来，国内外针对啶虫脒在蔬菜水果等食物中残留的问题开展了大量研究。在对美国居民日常食用的水果蔬菜和蜂蜜的样品中发现低水平的啶虫脒残留[23]。在意大利和塞尔维亚的调查中，分别在牛奶和蜂蜜中检出未超过当地含量限值的啶虫脒[24-25]。在我国调查了北京市场里的蔬菜水果，发现49种蔬菜样品与24种水果样品均含有啶虫脒，含量范围分别为0.20~111、0.23~37.7 ng/g[26]。在本研究中，啶虫脒检出率为20%，最大检出值为77.90 mg/kg，超过GB 2763-2016中规定的水果样品最大允许限量(食用菌中未规定对啶

虫脒的最大允许残留限量),表明存在一定风险,因此需要对食用菌样品中啶虫脒的残留量进行检测和监控。

吡虫啉(imidcloprid)是1984年研制的一款烟碱类超高效杀虫剂,用于防治刺吸式口器害虫及其抗性品系,如蚜虫、麦秆蝇与马铃薯甲虫等[27]。但是近年来因为吡虫啉具有低毒、低残留的特点,该农药在使用上变得更加频繁,进而造成过量的吡虫啉通过地表径流或土壤渗透等方式遍布于全球,使得一些动物受到极大生存威胁。研究表明,斑马鱼在发育过程中,其神经系统会受到吡虫啉的影响,产生时间很长的副作用[28]。吡虫啉的过量残留不仅导致动物的生存会受到威胁,也会影响到一些害虫的抗药性。相关报道表明,吡虫啉的过量残留已经导致山东地带的害虫棉蚜、河北地带的苹果绣线菊蚜产生一定程度的抗药性[29]。由此表明,如果不对环境中所残留的吡虫啉加以控制,目标害虫势必会对吡虫啉的抗药性有所提升,继而导致整个害虫群落都会对吡虫啉产生较高的抗药性。在本研究中,吡虫啉检出率为20%,最大检出值为10.74 mg/kg,超过GB 2763-2016中规定的水果样品最大允许限量(食用菌中未规定对吡虫啉的最大允许残留限量),表明存在一定风险,因此需要对食用菌样品中吡虫啉的残留量进行检测和监控。

3　结　论

本试验建立一种同时测定猴头菇、榛蘑、香菇、榆黄蘑和珊瑚菌5种食用菌中9种常用杀虫剂的QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱方法。结果表明,9种农药在各自的线性范围内线性关系良好,相关系数r>0.99,检出限为0.05~0.50 μg/kg,定量限为0.10~1.00 μg/kg,在3个添加水平的加标回收率在74.58%~115.95%,相对标准偏差为1.28%~16.42%。与传统检测方法相比,该方法样品制备过程简单、溶剂使用量少、价格低廉且不使用含氯化物溶剂,具有较强的可行性和实用性,可满足这5种食用菌样品中9种常用农药残留的检测要求。

参考文献:

[1] 徐梓杰.食用菌的营养价值及产业发展态势综述[J].食品安全导刊,2019(3):150.

[2] 顾可飞,周昌艳,李晓贝.食用菌的营养价值及药用价值[J].食品工业,2017,38(10):228-231.

[3] 李亚娇,孙国琴,郭九峰,等.食用菌营养及药用价值研究进展[J].食药用菌,2017,25(2):103-109.

[4] 邱良妙,刘其全,赵建伟,等.4种杀虫剂对蘑菇迟眼蕈蚊的药效及其对双孢蘑菇的安全性评价[J].热带作物学报,2016,25(8):1540-1546.

[5] 张　燕,陈　丹,李　苓,等.QuEChERS样品制备技术在烟草农药残留检测中的研究进展[J].东北农业科学,2018,43(3):43-46.

[6] 赖晶晶,罗　丽,程温莹.气相色谱/质谱(GC/MS)测定蔬菜中甲基对硫磷农药和呋喃丹的优化[J].吉林农业科学,2008,33(2):53-55.

[7] 王士杰,李如升,赵　权,等.人参有机氯农药残留研究[J].东北农业科学,2016,41(5):92-96.

[8] 魏　畅,傅　红,郑俊超,等.QuECHERS-液质联用同步检测蘑菇中多菌灵等3种杀菌剂残留[J].中国食品学报,2016,16(11):189-195.

[9] 张其才,董茂锋,宋卫国,等.超高效液相色谱法检测啶虫脒在工厂化双孢蘑菇栽培中的残留[J].农药学学报,2016,18(3):373-379.

[10] 李　琴,朱科学,周惠明.固相微萃取-气相色谱-质谱及气相色谱嗅闻技术分析双孢蘑菇汤的风味活性物质[J].食品科学,2011,22(16):300-304.

[11] 李　芳,张　静,杨　中,等.QuEChERS/液质联用法测定蔬菜中17种农药残留[J].吉林农业科学,2013,38(3):93-96.

[12] 王雪平,闫　凯.固相萃取-气相色谱-质谱法测定饮用水中15种农药残留量[J].理化检验(化学分册),2017,53(4):437-441.

[13] 侯　雪,韩　梅,邱世婷,等.改进的QuEChERS气相色谱-串联质谱法测定草莓中21种杀菌剂残留[J].农药学学报,2017,19(1):46-52.

[14] 程寿峰,魏绍峰,王兴宁,等.气相色谱-质谱法测定大米中15种苯氧羧酸类除草剂的残留量[J].理化检验(化学分册),2017,53(11):1281-1285.

[15] 李婵君,李柱梅,秦喜玲,等.液相色谱-串联质谱法测定水产品中磺胺类及喹诺酮类药物残留量[J].理化检验(化学分册),2017,53(5):527-531.

[16] Morais E H C, Collins C H, Jardim I C S F. Pesticide determination in sweet peppers using QuEChERS and LC-MS/MS[J]. Food Chemistry, 2018, 249: 77-83.

[17] 李继革,王玉飞,施家威,等.固相萃取-气相色谱-串联质谱法测定水果中11种三唑类杀菌剂[J].色谱,2012,6(3):262-266.

[18] Ferreira J A, Ferreira J M S, Talamini V J, et al. Determination of pesticides in coconut (*Cocos nucifera* Linn.) water and pulp using modified QuEChERS and LC-MS/MS [J]. Food Chemistry, 2016, 213: 616-624.

[19] Marta P B, Isabel G, Natalia C, et al. Combination of solvent extractants for dispersive liquid-liquid micro-extraction of fungicides from water and fruit samples by liquid chromatography with tandem mass spectrometry [J]. Food Chemistry, 2017, 233: 69-76.

[20] 谢建军,陈　捷,李　菊,等.改良QuEChERS法结合气相色谱串联质谱测定果蔬中20种杀菌剂[J].食品安全质量检测学报,2013,4(1):82-88.

[21] 杨路平,邵立君,王国玲,等. QuEChERS结合液相色谱-串联质谱法测定食用菌中13种农药残留[J]. 食品工业科技,2019,40(14):1-15.
[22] 胡笑眉,郭婧怡,田 英. 啶虫脒毒性效应及暴露水平研究进展[J]. 环境与职业医学,2019,36(6):595-601.
[23] Chen M, Tao L, Mclean J, et al. Quantitative analysis of neonicotinoid insecticide residues in foods: implication for dietary exposures[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2014, 62 (26): 6082-6090.
[24] Seccia S, Fidente P, Montesano D, et al. Determination of neonicotinoid insecticides residues in bovine milk samples by solid-phase extraction clean-up and liquid chromatography with diode-array detection[J]. Journal of Chromatography A, 2008, 1214(1/2): 115-120.
[25] Jovanov P, Guzsvany V, Franko M, et al. Multi-residue method for determination of selected neonicotinoid insecticides in honey using optimized dispersive liquid - liquid microextraction combined with liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Talanta, 2013, 111: 125-133.
[26] 丁绍武,张 鹏. 新烟碱类杀虫剂吡虫啉的残留危害及降解特性分析[J]. 现代农业科技,2019(3):121-123.
[27] 谭 颖,张 琪,赵 成,等. 蔬菜水果中的新烟碱类农药残留量与人群摄食暴露健康风险评价[J]. 生态毒理学报,2016,11(6):67-81.
[28] Crosby E B, Bailey J M, Oliverian, et al.Neurobehavioral impairments caused by developmental imidacloprid exposure in zebrafish[J]. Neurotoxicology and Teratology,2015, 49: 81-90.
[29] 王开运,姜兴印,仪美芹,等. 山东省主要菜区瓜(棉)蚜(*Aphis gossypii Glover*)抗药性及机理研究[J]. 农药学报,2000,2(3):19-24.

(责任编辑:王 昱)

(上接第128页)

[9] ÖZDOĞAN N, KAPUKIRAN F, MUTLUOĞLU G, et al. Simultaneous Determination of Iprodione, Procymidone, and Chlorflurenol in Lake Water and Wastewater Matrices by GC-MS after Multivariate Optimization of Binary Dispersive Liquid-Liquid Microextraction[J]. Environmental Monitoring and Assessment, 2018, 190(10): 1-7.
[10] 许文娟,刘永强,丁葵英,等. 气相色谱-质谱法无基质效应测定冷冻韭菜中的腐霉利[J]. 食品研究与开发,2018,39(21):156-160.
[11] 徐秋生,贺慧琳,朱 吕,等. 高效液相色谱法测定番茄中腐霉利和异菌脲的残留量[J]. 食品安全质量检测学报,2017,8(2):486-490.
[12] 张铉哲,韩晓旭,郭衍锦,等. 东北地区水稻、小麦和玉米镰孢菌鉴定与ZEN毒素检测[J]. 东北农业科学,2018,43(1):16-23.
[13] 李小宇,张春雨,张 伟,等. 大豆花叶病毒间接ELISA检测方法的建立及应用[J]. 东北农业科学,2019,44(1):22-27.
[14] Na G Q, Hu X F, Yang J F, et al. A Rapid Colloidal Gold-Based Immunochromatographic Strip Assay for Monitoring Nitroxynil in Milk[J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2020, 100(5): 1860-1866.
[15] Ray M, Achary K G, Nayak S, et al. Development of a Colloidal Gold Strip-Based Immunochromatographic Assay for Rapid Detection of Fusarium Oxysporum in Ginger[J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2019, 99(14): 6155-6166.
[16] 邹 强. 抗百菌清和腐霉利单克隆抗体制备及其特性分析[D]. 武汉:华中农业大学,2009.
[17] 江苏权正检验检测有限公司,江南大学. 一株分泌腐霉利单克隆抗体的杂交瘤细胞株及其应用:中国,20910961107.5[P].2020-02-21.http://pss-system.cnipa.gov.cn/sipopublicsearch/patent search/showViewList-jumpToView.shtml.
[18] 朱 海,许稳健,杨星星,等. 快速检测联苯菊酯的胶体金层析试纸条研制[J]. 安徽农业科学,2016,44(7):59-62.
[19] 蔡陈芳,周常义,曾 磊,等. 杀草丹半抗原及其人工抗原的制备与鉴定[J]. 食品工业科技,2019,40(14):284-291.
[20] 张美容. 不同偶联比的毒死蜱、杀螟硫磷人工抗原的制备及表征[D]. 大连:辽宁师范大学,2008.
[21] 杨利国,胡少昶,魏平华,等. 酶免疫测定技术[M]. 南京:南京大学出版社,1998:131-157,176.
[22] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. GB/T 20769-2008 水果和蔬菜中450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,2009.
[23] 李 洁. 基于核酸适配体技术对食品中吊白块的胶体金试纸条研究[D]. 昆明:昆明理工大学,2018.
[24] 赵红艳. 玉米赤霉烯酮胶体金免疫层析试纸条的研制[D]. 南京:南京农业大学,2015.
[25] Holthues H, Preifer-fukumura U, Sound I, et al. Evaluation of the Concept of Heterology in a Monoclonal Antibody-Based ELISA Utilizing Direct Hapten Linkage to Polystyrene Microtiter Plates[J]. Journal Immunol Methods, 2005, 304(1-2): 68-77.
[26] 王春梅. 有机磷高特异性和宽谱单克隆抗体的筛选与比较研究[D]. 杭州:浙江大学,2010.
[27] 施海燕,朱国念,郑尊涛,等. 同源与异源分析对ELISA检测灵敏度和特异性的影响[J]. 农药学学报,2005,7(4):349-352.
[28] 王英姿,闫剑勇,张世伟. 基于异源包被的曲安奈德竞争酶联免疫检测方法[J]. 食品工业科技,2020,41(8):263-267.

(责任编辑:王 昱)