

- [18] 赖卫华,熊勇华,陈高明,等.应用胶体金试纸条快速检测赭曲霉毒素A的研究[J].食品科学,2005,26(5):204-207.
- [19] 赖卫华,许杨,熊勇华,等.赭曲霉毒素A无毒体系胶体金试纸条的研制及与传统胶体金试纸条的比较[J].食品科学,2008,29(9):465-468.
- [20] 王连珠,周昱,陈泳,等. QuEChERS 样品前处理-液相色谱-串联质谱法测定蔬菜中 66 种有机磷农药残留量方法评估[J]. 色谱,2012,30(2):146-153.
- [21] 李娜,张玉婷,刘磊,等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定动物源食品中 4 类 29 种禁限用兽药残留[J]. 色谱,2014,32(12):1313-1319.
- [22] 黄何何,张缙,徐敦明,等. QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法同时测定水果中 21 种植物生长调节剂的残留量[J]. 色谱,2014,32(7):707-716.
- [23] KOESUKWIWAT U, SANGUANKAEW K, LEEPIPATPIBOON N. Evaluation of a modified QuEChERS method for analysis of mycotoxins in rice[J]. Food Chemistry, 2014, 153(12): 44-51.
- [24] 刘青,曾广丰,王志元,等. QuEChERS 净化技术结合高效液相色谱-串联质谱法测定食用贝类产品中 4 种脂溶性贝类毒素[J]. 现代食品科技,2015,31(12):338-344.
- [25] 苏碧玲,谢维平,欧阳燕玲,等. QuEChERS 净化-超高效液相色谱-串联质谱法测定婴幼儿谷类辅助食品中 12 种真菌毒素[J]. 中国食品卫生杂志,2016,28(4):467-471.
- [26] ZHAO H X, CHEN X Y, SHEN C, et al. Determination of 16 mycotoxins in vegetable oils using a QuEChERS method combined with high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Additives & Contaminants: Part A, 2017, 34(2): 255-264.
- [27] JUAN C, MANES J, FONT G, et al. Determination of mycotoxins in fruit berry by-products using QuEChERS extraction method[J]. LWT-Food Science and Technology, 2017, 86(8): 344-351.
- [28] MIR Ó-ABELLA E, HERRERO P, CANELA N, et al. Determination of mycotoxins in plant-based beverages using QuEChERS and liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Chemistry, 2017, 229(2): 366-372.
- [29] ARROYO-MANZANARES N, GARCÍA-CAMPAÑA A M, GÁMIZ-GRACIA L. Multiclass mycotoxin analysis in *Silybum marianum* by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry using a procedure based on QuEChERS and dispersive liquid-liquid microextraction [J]. Journal of Chromatography A, 2013, 1282(1): 11-19.
- [30] NIELSEN K F, NGEMELA A F, JENSEN L B, et al. UHPLC-MS/MS determination of ochratoxin A and fumonisins in coffee using QuEChERS extraction combined with mixed-mode SPE purification [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2015, 63(3): 1029-1034.
- [31] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会. 分析实验室用水规格和试验方法: GB/T 6682—2008[S]. 北京:中国标准出版社,2008.

## 实验技术与方法

### QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法测定春笋中 4 种农药残留

周霞<sup>1</sup>, 陈万勤<sup>1</sup>, 陈晶燕<sup>1,2</sup>, 朱雅青<sup>2</sup>, 朱炳祺<sup>1</sup>, 罗金文<sup>1,2</sup>

(1. 浙江省食品药品检验研究院,浙江杭州 310052; 2. 浙江工业大学,浙江杭州 310014)

**摘要:**目的 建立检测春笋中吡虫啉、茚虫威、辛硫磷和克百威 4 种农药的 QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法。方法 前处理采用 QuEChERS 方法,乙腈为提取液,N-丙基乙二胺(PSA)为净化剂,结合液相色谱-质谱联用技术,正离子多反应监测(MRM)模式进行检测,外标法定量。结果 吡虫啉、茚虫威、辛硫磷和克百威 4 种农药在 0.5~20.0 ng/ml 范围呈良好的线性关系,相关系数( $r^2$ )均大于 0.991,在 4~40 μg/kg 加标范围内,4 种农药的回收率为 72.4%~92.8%,精密度为 1.5%~9.2%,方法的检出限为 0.4 μg/kg,定量限为 1.2 μg/kg。结论 建立了适用于检测春笋中吡虫啉、茚虫威、辛硫磷和克百威 4 种农药的 QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法,该方法准确、灵敏、高效、简便。

**关键词:**QuEChERS; 高效液相色谱-串联质谱; 春笋; 农药残留; 吡虫啉; 茚虫威; 辛硫磷; 克百威; 测定

**中图分类号:**R155   **文献标志码:**A   **文章编号:**1004-8456(2018)05-0486-05

**DOI:**10.13590/j.cjfh.2018.05.008

### Determination of 4 pesticide residues in bamboo shoots by QuEChERS-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ZHOU Xia<sup>1</sup>, CHEN Wanqin<sup>1</sup>, CHEN Jingyan<sup>1,2</sup>, ZHU Yaqing<sup>2</sup>, ZHU Bingqi<sup>1</sup>, LUO Jinwen<sup>1,2</sup>

收稿日期:2018-05-04

基金项目:浙江省科技计划项目(2017C37013)

作者简介:周霞 女 主管药师 研究方向为食品分析和药物分析 E-mail:cpuzhouxia@163.com

通信作者:罗金文 男 主任药师 研究方向为食品分析和药物分析 E-mail:luojw31@163.com

- (1. Zhejiang Institution of Food and Drug Control, Zhejiang Hangzhou 310052, China;  
 2. Zhejiang University of Technology, Zhejiang Hangzhou 310014, China)

**Abstract: Objective** A simple and rapid QuEChERS-high performance chromatography-tandem mass spectrometric method was developed for the determination of 4 pesticides, imidacloprid, indoxacarb, phoxim and carbofuran, in bamboo shoots. **Methods** The residues were extracted from the bamboo shoots with acetonitrile and cleaned up with *N*-propyl ethylenediamine (PSA), then detected by liquid chromatography-tandem mass spectrometry under multiple reaction monitoring mode (MRM), and quantified by matrix-match calibration curves. **Results** The recoveries in samples were between 72.4% -92.8% at three spiked levels from 4 to 40  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , with relative standard deviations of 1.5% -9.2% ( $n = 3$ ). The limits of detection (LOD) of four pesticides were 0.4  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , while limits of quantification (LOQ) were 1.2  $\mu\text{g}/\text{kg}$ . The linear ranges were 0.5-20.0  $\text{ng}/\text{ml}$  and the correlation coefficients ( $r^2$ ) were above 0.991. **Conclusion** The method of QuEChERS combined with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry was accurate, sensitive, simple and convenient for the determination of the 4 pesticide residues, imidacloprid, indoxacarb, phoxim and carbofuran, in bamboo shoots.

**Key words:** QuEChERS; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; bamboo shoots; pesticide residues; imidacloprid; indoxacarb; phoxim; carbofuran; test

春笋含有人体必需的多种营养成分和微量元素<sup>[1]</sup>,它是一种具有高蛋白、低淀粉、多粗纤维的营养蔬菜,具有助消化、消积食、防便秘、防癌症的功效<sup>[2-3]</sup>。本试验依据国内春笋主要使用的农药种类,在查阅文献并总结过去专项抽检工作经验的基础上,以发现问题控制风险为导向,选取4种常见的杀虫剂:吡虫啉、茚虫威、辛硫磷和克百威。吡虫啉是一种烟碱类的超高效杀虫剂,具有抗菌谱广、高效等优点<sup>[4-5]</sup>;辛硫磷为有机磷农药<sup>[6-7]</sup>;茚虫威是一种含有氨基甲酸酯结构的噁二嗪类杀虫剂<sup>[8-9]</sup>;克百威也是一种氨基甲酸酯类农药,具有不易挥发,热不稳定性<sup>[10-11]</sup>,测定春笋中各种农药的残留具有现实意义。

已报道的食品中农药残留的分析方法主要有高效液相色谱法<sup>[12]</sup>、气相色谱法<sup>[13]</sup>、液相色谱-质谱联用法<sup>[14-16]</sup>、气相色谱-质谱联用法<sup>[17-18]</sup>等,液相色谱法和气相色谱法的专属性较差、杂质干扰多、灵敏度低,液相色谱-质谱联用法和气相色谱-质谱联用法灵敏度高、专属性强,目前采用的较多。净化方法常用的有固相萃取法<sup>[19]</sup>和QuEChERS法<sup>[20]</sup>。目前暂无文献报道将吡虫啉、茚虫威、辛硫磷、克百威这4种农药利用QuEChERS净化方法,结合液相色谱-质谱联用仪进行简便高效的检测。本试验采用QuEChERS法,建立了4种农药在春笋中的多残留液相色谱-质谱联用的分析方法,此种方法前处理操作简便、灵敏度高、回收率好,是一种快速、简便、准确、高效、灵敏的分析方法。

## 1 材料与方法

### 1.1 主要仪器与试剂

6460高效液相色谱-串联质谱仪(美国安捷伦),离心机,均质仪,涡旋混合器,固相萃取装置

(含Prime HLB固相萃取柱,美国Waters)。

吡虫啉(CAS:138261-41-3,纯度为99.4%)、茚虫威(CAS:144171-61-9,纯度为98.4%)、辛硫磷(CAS:14816-18-3,纯度为98.0%)标准品均购自德国Dr. Ehrenstorfer,克百威对照品(CAS:1563-66-2,浓度为100  $\mu\text{g}/\text{ml}$ ,国家标准物质信息中心),*N*-丙基乙二胺(PSA)、石墨化碳、十八烷基硅烷(ODS)C18粉末均购自天津博纳艾杰尔科技有限公司,乙腈、甲醇、乙酸乙酯、丙酮均为色谱纯,氯化钠为分析纯。

### 1.2 方法

#### 1.2.1 标准液的配制

分别精密称定适量标准品,用甲醇溶解配制成1  $\text{mg}/\text{L}$  的标准品储备液;混合各标准品储备液,用空白基质稀释成浓度为0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0  $\text{ng}/\text{ml}$  的系列混合标准工作溶液。

#### 1.2.2 样品提取

取春笋样品新鲜可食用部分,切碎后用组织捣碎机搅碎成糊状。称取5 g样品与50 ml具塞离心管,加入10 ml乙腈,高速匀浆2.0 min,加入4 g氯化钠,涡旋2 min,5 000 r/min离心5 min,将上清液转移至另一离心管中,向残渣中加入10 ml乙腈重复提取一次,合并上清液。

#### 1.2.3 样品净化

取混合后的上清液1 ml于2 ml离心管中,加入100 mg PSA粉末净化,涡旋1 min,12 000 r/min离心5 min,取0.5 ml上清液加入0.5 ml水,混匀,过0.22  $\mu\text{m}$ 有机膜,待测。

#### 1.2.4 仪器条件

色谱:色谱柱:Thermo Accucore C<sub>18</sub>(2.1 mm × 150 mm,2.1  $\mu\text{m}$ );流动相由0.1%甲酸水溶液(A)

与含0.1%甲酸的乙腈溶液(B)组成。梯度洗脱程序:0.00~1.00 min 30% B;1.00~4.00 min 30% B~80% B;4.00~8.00 min 80% B;8.00~8.10 min 80% B~30% B;8.10~11.0 min 30% B。流速0.3 ml/min,进样量5 μl,柱温35 °C,分析时间11 min。

**质谱:**离子源为ESI源,采用正离子多反应监测(MRM)扫描模式进行数据采集。优化质谱参数,源电压3500 kV,去溶剂气温度500 °C,去溶剂气流速800 L/h,离子源温度150 °C,锥孔气流速150 L/h。定量定性离子对及锥孔电压、碰撞能量见表1。

表1 4种农药的质谱参数

Table 1 Parameters of MS for determination of four kinds of pesticides

| 化合物 | ESI模式                | 母离子(m/z) | 子离子(m/z) | 锥孔电压/V | 碰撞能量/V |
|-----|----------------------|----------|----------|--------|--------|
| 吡虫啉 | [M + H] <sup>+</sup> | 256.1    | 175.0*   | 98     | 14     |
|     | [M + H] <sup>+</sup> | 256.1    | 280.9    | 98     | 14     |
| 克百威 | [M + H] <sup>+</sup> | 222.1    | 123.1*   | 72     | 16     |
|     | [M + H] <sup>+</sup> | 222.1    | 165.0    | 72     | 30     |
| 辛硫磷 | [M + H] <sup>+</sup> | 299.1    | 77.0*    | 72     | 30     |
|     | [M + H] <sup>+</sup> | 299.1    | 96.9     | 72     | 10     |
| 茚虫威 | [M + H] <sup>+</sup> | 528.0    | 218.0*   | 150    | 32     |
|     | [M + H] <sup>+</sup> | 528.0    | 249.0    | 150    | 42     |

注: \* 为定量离子

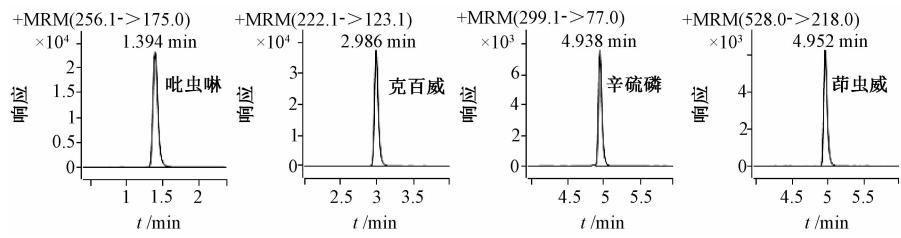


图1 4种农药标准品溶液的MRM色谱图(10 ng/ml)

Figure 1 MRM chromatograms of four kinds of pesticides standard solution

## 2.2 提取条件优化

分别考察了乙腈、甲醇、乙酸乙酯、丙酮等溶剂对目标化合物的提取效果,以及不同比例的溶剂对提取效果的影响,提取后的上清液经QuEChERS净化后通过仪器分析,得到不同的提取回收率,见图2。采用乙腈作为提取溶剂时,获得了较高的回收率,而使用甲醇或丙酮作为提取溶剂时,效果均不如乙腈,而使用乙酸乙酯提取时,茚虫威的提取效率较高,其他3种物质的提取效率不如乙腈,这可能与4种化合物的化学结构相关,在乙腈中能够较好的溶解,且在均质时对乙腈样品的基质有较强的穿透力<sup>[14]</sup>,所以能够获得4种化合物较高的回收率,因此确定乙腈作为4种目标化合物的提取溶剂。QuEChERS方法中样品质量和提取溶剂的体积比多采用1:1的比例,本试验考察了不同比例的提取溶剂加入量,发现当加入体积

## 2 结果与分析

### 2.1 色谱条件的确定

采用液相色谱-质谱联用法进行农药残留的分析时,一般较多采用反相C<sub>18</sub>色谱柱,常用的流动相为甲醇、乙腈、0.1%甲酸水溶液、5 mmol/L乙酸铵水溶液等体系。本试验研究了实验室现有的3种不同色谱柱 Thermo Accucore C<sub>18</sub>(2.1 mm × 150 mm, 2.1 μm), Waters ACQUITY UPLC® BEH-C<sub>18</sub>(2.1 mm × 150 mm, 1.7 μm), Agilent ZORBAX SB-C<sub>18</sub>(2.1 mm × 100 mm, 1.8 μm)进行比较,同时对乙腈-0.1%甲酸水溶液、甲醇-0.1%甲酸水溶液、含0.1%甲酸的乙腈溶液-0.1%甲酸水溶液、含0.1%甲酸的甲醇溶液-0.1%甲酸水溶液、乙腈-5 mmol/L乙酸铵溶液进行不同流动相的比较。最终试验确定色谱柱为 Thermo Accucore C<sub>18</sub>(2.1 mm × 150 mm, 2.1 μm),流动相为含0.1%甲酸的乙腈溶液-0.1%甲酸水溶液。

试验表明,乙腈较甲醇的分析周期短,流动相中加入甲酸等改性剂可以改善峰形,在水相和有机相中同时加入甲酸可以缓和因梯度改变而造成的峰形变形,获得更好的色谱峰,提高灵敏度。此条件下,分离效果好,分析时间合适,见图1。

为样品质量的2倍时,提取效果明显增加。考察不同称样质量,发现5 g样品与10 g样品的结果差异不大,所以在保证样品均匀性的前提下,采用5 g样品的称样量提取剂用量。当固定5 g样品时,分别考察了5、10 ml乙腈的提取效果,结果显示,加入10 ml乙腈提取2次的效果最佳,见图3。

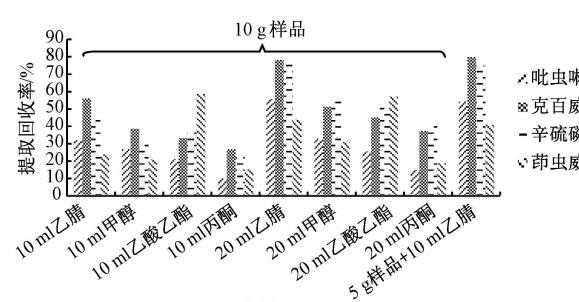


图2 不同溶剂的提取效率(n=3)

Figure 2 Extraction efficiency of different extraction solution

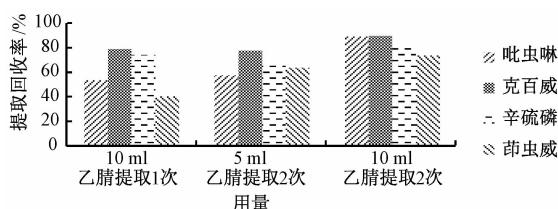
图3 提取剂用量的影响( $n=3$ )

Figure 3 Extraction efficiency of different extraction solution volume and times

### 2.3 净化方法的优化

由于春笋等食品基质中含有较多的干扰物质,需要在提取后进行净化处理,防止干扰检测结果的准确性,本试验考察了 PSA、石墨化碳、ODS C18 粉末以及 Prime HLB 固相萃取小柱对净化效果的影响,从图 4 中可以明显发现,PSA 粉末作为净化时,对目标化合物的吸附最少,能够有效去除基质中的色素、有机酸、糖类杂质等,获得最高的提取回收率,而且较固相萃取方法简单优化,所以,最终确定 PSA 净化。考察了 50、100、200 mg PSA 对净化效果的影响,发现 100 mg 的加入量优于 50 mg 加入量,而 100 与 200 mg PSA 的净化效果无较大差异,故选用 100 mg PSA 进行净化。

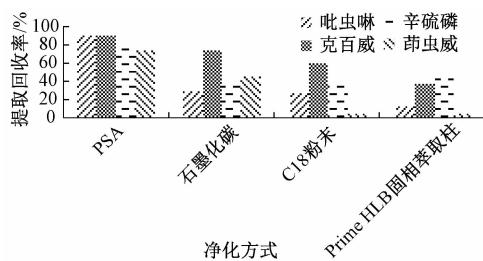


Figure 4 Extraction of different ways of purification

### 2.4 回收率和精密度

本试验采用标准加入法进行回收率和精密度的考察,取空白样品 5 g,制备成加标水平分别为 4、20、40  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的样品各 3 份,按 1.2.2 和 1.2.3 进行提取和净化等前处理步骤,并进行液相色谱-质谱联用仪的分析,用基质曲线进行外标法定量,计算平均回收率和精密度,结果见表 2,所得回收率在 72.4% ~ 92.8%, 相对标准偏差 (RSD) 为 1.5% ~ 9.2%。

表2 4种农药3个加标水平下的回收率及精密度( $n=3$ )

Table 2 Recoveries and precisions of four kinds of pesticides in spiked samples

| 化合物 | 加标水平/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) | 回收率/% |     | RSD/% |
|-----|----------------------------------|-------|-----|-------|
|     |                                  | 4     | 20  |       |
| 吡虫啉 | 4                                | 88.8  | 9.2 |       |
|     | 20                               | 92.8  | 6.8 |       |
|     | 40                               | 89.7  | 1.7 |       |
| 克百威 | 4                                | 91.4  | 3.4 |       |
|     | 20                               | 88.7  | 3.5 |       |
|     | 40                               | 92.1  | 1.5 |       |
| 辛硫磷 | 4                                | 83.9  | 8.2 |       |
|     | 20                               | 82.2  | 5.5 |       |
|     | 40                               | 82.9  | 2.3 |       |
| 茚虫威 | 4                                | 74.1  | 5.6 |       |
|     | 20                               | 72.4  | 4.2 |       |
|     | 40                               | 73.9  | 2.3 |       |

### 2.5 线性范围和检出限

按 1.2.2 和 1.2.3 进行空白样品的前处理,配制基质曲线,浓度为 0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0  $\text{ng}/\text{ml}$ ,进样 5  $\mu\text{l}$ ,用定量离子的色谱峰面积 ( $Y$ ) 对分析物质量浓度 ( $X, \text{ng}/\text{ml}$ ) 建立标准曲线,以信噪比  $\geq 3$  确定检出限 (LOD),以信噪比  $\geq 10$  确定定量限 (LOQ)。在线性范围内,各组分的峰面积和质量浓度呈良好的线性关系,相关系数 ( $r^2$ ) 均大于 0.991。

表3 4种农药的线性回归方程、线性范围、 $r^2$ 、LOD 及 LOQ

| 化合物 | 线性方程                | 线性范围/( $\text{ng}/\text{ml}$ ) | $r^2$   | LOD/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) | LOQ/( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) |
|-----|---------------------|--------------------------------|---------|---------------------------------|---------------------------------|
| 吡虫啉 | $Y = 10415X + 2106$ | 0.5 ~ 20.0                     | 0.991 7 | 0.4                             | 1.2                             |
| 克百威 | $Y = 14095X - 1986$ | 0.5 ~ 20.0                     | 0.998 8 | 0.4                             | 1.2                             |
| 辛硫磷 | $Y = 2542X - 414$   | 0.5 ~ 20.0                     | 0.999 1 | 0.4                             | 1.2                             |
| 茚虫威 | $Y = 2034X - 1276$  | 0.5 ~ 20.0                     | 0.992 3 | 0.4                             | 1.2                             |

### 2.6 实际样品测定

利用本试验建立的方法对市售的 100 份春笋进行吡虫啉、茚虫威、辛硫磷和克百威 4 种农药残留检测,结果均未检出残留,说明杭州市春笋质量良好,从抽样结果来分析,几种比较常见的农药残留均未检出。

### 3 小结

本试验采用了 QuEChERS 净化技术与高效液相

色谱-串联质谱法检测,利用 PSA 粉末对提取溶液进行净化,建立了一种快速、简便、准确的测定春笋中吡虫啉、茚虫威、辛硫磷和克百威 4 种农药残留的分析方法,实现了春笋复杂基质中多种农药残留的快速筛查及定量检测,在缩短分析周期的同时保证了检测结果的准确性,该方法回收率较高、重复性好,结果稳定可靠。本试验也为其他果蔬制品中吡虫啉、茚虫威、辛硫磷、克百威等农药残留检测分析提供参考。

## 参考文献

- [1] 王淑洁. 春笋怎样吃才最营养? [J]. 健身科学, 2014 (4):22.
- [2] 丁丁. 怎样吃春笋更营养[J]. 科普天地, 2014 (4):14.
- [3] 曹祈东. 减肥抗癌吃点春笋[J]. 医食参考, 2015 (4):51.
- [4] 刘谦, 颜红. 蔬菜、水果中的吡虫啉、多菌灵和5种氨基甲酸酯类农药残留测定[J]. 农药科学与管理, 2013, 34 (2): 24-28.
- [5] NIAZ A, SIAL R A, YASEEN M, et al. Determination of imidacloprid residues in rice from various districts of Punjab using high performance liquid chromatography [J]. Journal of Animal & Plant Sciences, 2016, 26 (1): 170-176.
- [6] 徐敦明, 卢声宇, 林永辉, 等. 多种食品基体中茚虫威残留气相色谱检测[J]. 食品科学, 2008, 29 (12): 519-521.
- [7] XU D M, YANG F, LU S Y, et al. Determination of indoxacarb residue in foodstuffs of plant and animal origin by GC-ECD and LC-MS/MS[J]. Journal of Integrative Agriculture, 2008, 7 (10): 1228-1234.
- [8] 任晓姣, 白亚迪, 王党党, 等. 西安市蔬菜水果有机磷农药残留规律研究[J]. 安徽农业科学, 2017, 45 (1): 91-93.
- [9] HAMSCHER G, PRIESS B, NAU H. Determination of phoxim residues in eggs by using high-performance liquid chromatography diode array detection after treatment of stocked housing facilities for the poultry red mite (*Dermanyssus gallinae*) [J]. Analytica Chimica Acta, 2007, 586 (1/2): 330-335.
- [10] 石杰, 龚炜, 刘惠民, 等. 烟草中克百威和抗蚜威残留测定[J]. 分析试验室, 2008, 27 (4): 22-24.
- [11] ZANELLA R, DALLAGO R M, PRESTE C V. Determination of carbofuran in pesticide formulations by flow injection spectrophotometry[J]. Pest Management Science, 2015, 56 (9): 804-808.
- [12] 路海燕, 李斌, 陈忠正, 等. 分散固相萃取-HPLC 检测绿茶茶汤中吡虫啉和啶虫脒残留[J]. 食品科学, 2013, 34 (20): 203-206.
- [13] 杨方, 徐敦明, 卢声宇, 等. 多种食品基体中茚虫威残留气相色谱检测[J]. 食品科学, 2008, 29 (12): 519-521.
- [14] 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.
- [15] 孔志强, 董丰收, 刘新刚, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定柑橘及柑橘精油中4种农药残留[J]. 分析化学, 2012, 40 (3): 474-477.
- [16] REINHOLDS I, PUGAJEVA I, BARTKEVICIUS V. A reliable screening of mycotoxins and pesticide residues in paprika using ultra-high performance liquid chromatography coupled to high resolution Orbitrap mass spectrometry[J]. Food Control, 2016, 60 (9): 683-689.
- [17] LUO Y B, LI X Y, ZHU F P, et al. Determination of pesticide residues in tobacco by on-line gel permeation chromatography-gas chromatography/tandem mass spectrometry[J]. Tobacco Science & Technology, 2016, 49 (7): 44-50.
- [18] SHENDY A H, AL-GHOBASHY M A, MOHAMMED M N, et al. Simultaneous determination of 200 pesticide residues in honey using gas chromatography-tandem mass spectrometry in conjunction with streamlined quantification approach[J]. Journal of Chromatography A, 2016, 1427 (11): 142-160.
- [19] HAIB J, HOFER I, RENAUD J M. Analysis of multiple pesticide residues in tobacco using pressurized liquid extraction, automated solid-phase extraction clean-up and gas chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2003, 1020 (2): 173-187.
- [20] CALATAYUD-VERNICH P, CALATAYUD F, SIMO E, et al. Efficiency of QuEChERS approach for determining 52 pesticide residues in honey and honey bees[J]. Methods, 2016, 3 (5): 452-458.

## · 资讯 ·

## 韩国发布《健康功能食品法典》部分修改告示

9月5日,韩国食品药品安全处(MFDS)发布了第2018-67号告示,修改《健康功能食品法典》的部分内容,其主要修改内容如下:

1. 修改绿茶提取物的每日摄入量,并增加摄取注意事项。功能性成分儿茶素中表没食子儿茶素没食子酸酯[(-)-epigallocatechin gallate, EGCG]的每日摄入量设定为300 mg,对于摄入对象及摄取方法等增加相关注意事项。
2. 增加芦荟叶、藤黄果提取物的摄取注意事项。
3. 修改善益生菌的生产方法,增加摄取注意事项。益生菌原料中肠球菌属菌株只有在无抗生素抗性基因及毒性基因时才能使用,增加儿童摄取相关注意事项。

(来源食品伙伴网, 相关链接:<http://news.foodmate.net/2018/09/484018.html>)

**关键词:**韩国;健康功能食品法典;绿茶提取物;芦荟叶;藤黄果提取物;益生菌