

◆ 残留与环境 ◆

气相色谱-串联质谱法测定水果中氟吡菌酰胺残留

刘凤娇

(莆田市农产品质量安全检验检测中心, 福建莆田 351100)

摘要:建立了氟吡菌酰胺在5种不同类型水果中残留检测的气相色谱-串联质谱(GC-MS/MS)方法。水果样品中氟吡菌酰胺经乙腈匀浆提取, dSPE分散固相萃取净化, GC-MS/MS检测。结果表明, 氟吡菌酰胺在5种水果中的检出限(LOD)为1.40~2.72 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。当添加质量分数分别为0.01、0.1和0.5 mg/kg , 氟吡菌酰胺在5种水果中的平均回收率为84.0%~109.3%, 相对标准偏差(RSD)为1.3%~4.8%。该方法简便、灵敏、高效, 可用于水果中氟吡菌酰胺残留的定性、定量分析。

关键词: 氟吡菌酰胺; 残留; 气相色谱-串联质谱; 水果; QuEChERS

中图分类号: TQ 450.2⁺63 文献标志码: A doi: 10.3969/j.issn.1671-5284.2026.01.011

Determination of flupyram residues in fruits by GC-MS/MS

LIU Fengjiao

(Putian Inspection and Testing Center for Agricultural Products Quality and Safety, Fujian Putian 351100, China)

Abstract: A GC-MS/MS method was established for the determination of fluopyram residues in five different types of fruits. The fruit samples were extracted with acetonitrile, purified by dSPE solid-phase extraction and analyzed by GC-MS/MS. The results indicated that the detection limits (LOD) of fluopyram in five kinds of fruits were 1.40-2.72 $\mu\text{g}/\text{kg}$. When the added concentrations were 0.01, 0.1 and 0.5 mg/kg , the average recoveries of fluopyram in five kinds of fruits were 84.0%-109.3%, with the relative standard deviations (RSD) of 1.3%-4.8%. This method was simple, sensitive and efficient, and could be used for the qualitative and quantitative analysis and detection of fluopyram in fruits.

Key words: flupyram; residue; GC-MS/MS; fruit; QuEChERS

氟吡菌酰胺, 英文通用名为 fluopyram, 分子式为 $\text{C}_{16}\text{H}_{11}\text{ClF}_6\text{N}_2\text{O}$, 相对分子质量为 396.7, 化学名称为 *N*-[2-(3-氯-5-三氟甲基-2-吡啶基)乙基]-2-三氟甲基苯甲酰胺^[1]。该化合物通过干扰病原菌、线虫线粒体的琥珀酸脱氢酶活性, 阻断电子传递过程, 进而抑制病原菌或线虫能量合成, 最终导致生长受阻, 实现病害防治及干扰线虫生长发育^[2-3]。氟吡菌酰胺作为一种高效杀菌剂, 表现出杀菌谱广、持效期长和选择性好等优势^[4]。其内吸传导性良好, 代谢物在水果中易于积累^[5]。因此, 研究水果中氟吡菌酰胺残留检测技术, 对于其残留风险的科学监测与评估具有重要意义, 有利于保障农产品质量安全。

当前, 氟吡菌酰胺残留检测方法主要有: 基于抗体的免疫检测法^[6]、气相色谱法^[7-8]、气相色谱-串

联质谱法^[9-10]、液相色谱法^[11-12]和液相色谱-串联质谱法^[13-14]等。Zhou等^[9-10, 15-16]采用气相色谱-串联质谱(GC-MS/MS)法测定了蔬菜、水果中氟吡菌酰胺及其代谢物残留、消解动态。值得注意的是, 尽管 QuEChERS 前处理方法在农药残留检测中已广泛应用, 但结合 GC-MS/MS 检测水果和蔬菜中氟吡菌酰胺残留的研究报道较少。此外, 我国现行标准《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》(GB 2763—2021) 中虽规定了氟吡菌酰胺最大残留限量, 但并未给出配套检测方法^[17]。

本研究采用 QuEChERS 前处理方法结合气相色谱-串联质谱技术, 系统优化了水果样品中氟吡菌酰胺的提取、净化及检测流程。方法通过建立标准曲线、验证方法灵敏度及加标回收率, 成功构建了

收稿日期: 2025-06-26

作者简介: 刘凤娇(1985—), 女, 福建莆田人, 农艺师, 硕士研究生, 主要从事农产品质量安全检测。E-mail: 282203964@qq.com

适用于苹果、柑橘等典型水果的快速检测体系。方法具有一定创新性,为我国相关食品安全标准的制定提供了科学依据,对保障农产品质量安全具有重要意义。

1 材料与方法

1.1 主要仪器

7890B-7000D气相色谱-三重四级杆质谱联用仪、DB-1701石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm, 0.25 μm, 固定相14%氰丙基苯基-86%二甲基聚硅氧烷),美国安捷伦公司;T19-19G高速匀浆机,德国IKA公司;SC-3610离心机,安徽中科中佳科学仪器有限公司;N1氮吹仪,上海屹尧仪器科技发展有限公司;MVM25多管振荡器,大龙兴创实验仪器(北京)股份有限公司。

1.2 主要试剂与耗材

氟吡菌酰胺标准品,天津汇迪生物技术有限公司;乙腈、正己烷、丙酮、甲醇、乙酸乙酯,均为色谱纯,天津赛孚瑞科技有限公司;硫酸镁、柠檬酸氢二钠、PSA(*N*-丙基乙二胺)、柠檬酸钠、GCB(石墨化炭黑)、氯化钠、C₁₈,安谱云实验用品(上海)有限公司。

1.3 试验材料

从福建省莆田市荔城区拱辰街道南郊菜市场随机抽取具有代表性的水果样品。草莓、香梨、芦柑、甜瓜和油桃分别代表浆果类、仁果类、柑橘类、瓜果类和核果类水果。样品切成小丁后充分混匀,采用四分法分取适量样品,并用食物料理机将样品制成匀质浆液,标记后于-20℃低温保存、备用。

1.4 样品的QuEChERS前处理

向50 mL塑料离心管中加入10 g(精确至0.01 g)水果匀浆,10 mL乙腈,置于高速匀浆机于1 500 r/min匀浆2 min,再加入氯化钠1.0 g、柠檬酸钠1.0 g、柠檬酸氢二钠0.5 g、硫酸镁4.0 g,于多管振荡器振荡混合3 min,随后以4 200 r/min离心5 min。取6 mL上清液至15 mL塑料离心管(内含15 mg C₁₈、150 mg PSA、885 mg MgSO₄)涡旋振荡1 min,随后以4 200 r/min离心5 min。取上清液1 mL至15 mL塑料离心管,40℃水浴中氮吹至近干,加1 mL乙腈复溶,涡旋后过微孔滤膜(0.22 μm,有机相)待测定。

1.5 仪器分析条件

色谱条件:进样方式为不分流,进样量1 μL;色谱柱DB-1701(30 m × 0.25 mm, 0.25 μm);进样口温度280℃;色谱柱起始温度40℃,保持1 min,以40℃/min升至120℃,再以5℃/min升至240℃,以

12℃/min升温至300℃,保持6 min。载气为氦气(纯度≥99.999%),流速1.0 mL/min。

质谱参数:离子源温度280℃;MRM模式;溶剂延迟3 min;平均驻留时间195.6 ms;碰撞能量17 eV;传输线温度280℃;电子轰击源70 eV。

1.6 标准溶液配制及标准工作曲线绘制

将100 μg/mL的氟吡菌酰胺标准物质用乙腈稀释,配制成质量浓度1 μg/mL的中间液。再将中间液稀释,配制成质量浓度0.01、0.05、0.1、0.3、0.5 μg/mL标准工作液。同时用不同基质(水果空白样品)提取液配制基质标准工作液,质量浓度分别为0.01、0.05、0.1、0.3和0.5 μg/mL。

1.7 计算方法

采用外标法进行定量分析,按1.5中仪器参数完成测定。标准曲线以基质标准工作液的质量浓度为x轴,定量离子对的色谱峰面积为y轴。根据公式(1)计算样品中氟吡菌酰胺残留量。

$$w = \frac{C \times V \times S}{m \times S_{\text{标}}} \quad (1)$$

式中:w为试样中目标物质量分数(mg/kg);S为试样中目标物的色谱峰面积;m为试样质量(g);S_标为基质标准工作液中目标物的色谱峰面积;C为基质标准工作液中目标物的质量浓度(μg/mL);V为样品溶液的体积(mL)。

1.8 基质效应评价

样品检测过程中其他物质对目标物响应的影响被称为基质效应(ME)根据公式(2)计算^[18]。

$$ME = \frac{M_1 - M_0}{M_0} \times 100 \quad (2)$$

式中:ME为基质效应;M₀代表纯溶剂的标准曲线斜率;M₁为基质的标准曲线斜率。其判定标准为:弱基质效应,|ME| < 10%,可采用溶剂标准曲线定量;中等基质效应,10% < |ME| < 50%,需采用基质匹配标准曲线;强基质效应,|ME| > 50%,基质干扰严重,需进一步优化样品的前处理方法。

1.9 添加回收试验

GB 2763—2021中尚未规定氟吡菌酰胺正式的MRL,仅规定了临时限量^[17]。根据这5种水果中氟吡菌酰胺临时限量(未明确规定临时限量的水果参照同类别水果的临时限量)0.1~1.0 mg/kg,设定3个添加水平,分别为0.01、0.1和0.5 mg/kg。添加一定量的氟吡菌酰胺标准工作液至10 g空白水果样品中,配制成上述3个水平加样样品。每个水平6次重复,同时设空白对照。

2 结果与分析

2.1 提取溶剂的优化

本试验以草莓为例,草莓含有较高的糖分和果胶,选取了农药残留检测标准方法中推荐的提取溶剂乙腈、甲醇、乙酸乙酯、正己烷和丙酮分别对草莓进行提取。与其他溶剂相比,甲醇黏度较大,振荡过程中难以充分混匀,且氮吹浓缩耗时较长,故直接排除。其他4种提取溶剂的平均提取回收率依次为:乙腈(97.3%)>丙酮(85.9%)>乙酸乙酯(75.2%)>正己烷(53.6%)。因此,选择乙腈作为提取溶剂,具有干扰较小、稳定性良好、回收率较高的优势。

2.2 净化条件的选择

水果中富含有机酸、色素、碳水化合物和糖类,等基质干扰物质,可能会影响目标化合物的提取与净化,故选取目前农药残留分析中常用且最有效的净化方法——分散固相萃取(dSPE)法。本试验设计了3种萃取纯化方案来净化草莓的乙腈提取液,分别为方案1(900 mg MgSO₄+150 mg PSA)、方案2(855 mg MgSO₄+150 mg PSA+15 mg GCB)和方案3(855 mg MgSO₄+150 mg PSA+15 mg C₁₈)。

结果表明,净化方案3的氟吡菌酰胺平均回收

率最高,为96.2%,其中吸附材料C₁₈能有效去除基质中碳水化合物、糖分、色素等杂质的干扰,故效果最佳。

2.3 质谱条件优化

通过MS1 Scan全扫描模式得到氟吡菌酰胺的全扫描图谱,确定2个母离子的 m/z ,其中定量母离子为172.9,定性母离子为222.9。分别以定性、定量母离子编辑子离子扫描方法,选择丰度相对较高的特征性碎片离子,得到定量离子对172.9/145.1和定性离子对222.9/196.0。通过MRM模式扫描,确定2个子离子的最佳碰撞能量为17eV。

2.4 方法的线性相关性

在0.01~0.5 μg/mL范围内,氟吡菌酰胺的进样质量浓度(x)与定量离子对的峰面积(y)之间线性关系良好,线性回归方程的相关系数为0.998 6~0.999 9,结果见表1。5种水果的基质效应为26.2%~43.7%,50%>|ME|>10%,说明存在中等基质效应,对定量分析干扰较大,需采用基质标准曲线定量。根据检出限的确定方式,信号噪声比值3倍对应的质量分数为方法检出限。氟吡菌酰胺在草莓、香梨、芦柑、甜瓜和油桃中的检出限(LOD)分别为2.72、1.96、1.40、1.80、2.13 μg/kg。

表1 氟吡菌酰胺的相关系数、线性方程、基质效应

基质	线性范围/(μg/mL)	线性方程	相关系数(r)	ME/%	检出限/(μg/kg)
乙腈	0.01~0.50	$y=607.95x-1\ 332.60$	0.999 9		
草莓	0.01~0.50	$y=767.51x+3\ 889.71$	0.999 6	26.2	2.72
香梨	0.01~0.50	$y=873.34x+2\ 418.89$	0.999 7	43.7	1.96
芦柑	0.01~0.50	$y=814.18x+3\ 075.34$	0.998 6	33.9	1.40
甜瓜	0.01~0.50	$y=791.39x+6\ 361.73$	0.998 8	30.2	1.80
油桃	0.01~1.00	$y=824.45x+1\ 665.10$	0.999 9	35.6	2.13

2.5 方法的准确度、灵敏度和精密度

在0.01、0.1和0.5 mg/kg添加水平下,氟吡菌酰胺在草莓、香梨、芦柑、甜瓜和油桃中的回收率结果见表2,添加色谱图见图1。结果表明,氟吡菌酰胺在

草莓、香梨、芦柑、甜瓜和油桃中的平均回收率为84.0%~109.3%,相对标准偏差为1.3%~4.8%,符合《实验室质量控制规范 食品理化检测》(GB/T 27404—2008)中对农药残留分析的要求^[9]。

表2 氟吡菌酰胺在5种水果中的添加回收率

基质	添加水平/(mg/kg)	回收率/%						平均值	相对标准偏差/%
		1	2	3	4	5	6		
草莓	0.01	90.3	94.0	90.5	87.4	84.9	88.2	89.2	3.5
	0.10	98.3	98.9	95.5	98.0	100.0	103.0	99.0	2.5
	0.50	105.7	103.5	103.7	105.3	102.7	100.5	103.6	1.8
香梨	0.01	85.9	89.8	85.2	83.8	92.1	93.9	88.5	4.6
	0.10	100.2	99.7	98.3	100.2	98.8	96.9	99.0	1.3
	0.50	104.1	102.5	103.9	102.3	102.6	98.2	102.3	2.1

(续表 2)

基质	添加水平/ (mg/kg)	回收率/%						平均值	相对标准 偏差/%
		1	2	3	4	5	6		
芦柑	0.01	104.2	113.0	106.0	114.5	107.6	110.3	109.3	3.7
	0.10	105.0	106.3	103.1	101.5	97.8	102.9	102.8	2.9
	0.50	105.5	103.2	103.0	107.0	101.5	102.6	103.8	2.0
甜瓜	0.01	79.8	80.9	90.6	82.3	85.6	86.7	84.0	4.8
	0.10	105.3	95.3	97.0	105.2	103.8	102.5	101.5	4.2
	0.50	107.7	105.1	99.6	103.9	101.1	105.2	103.8	2.8
油桃	0.01	99.6	97.5	91.7	94.8	97.0	96.2	96.1	2.8
	0.10	106.4	107.0	106.6	103.0	101.8	102.7	104.6	2.2
	0.50	106.9	108.2	106.3	106.0	98.6	104.5	105.1	3.2

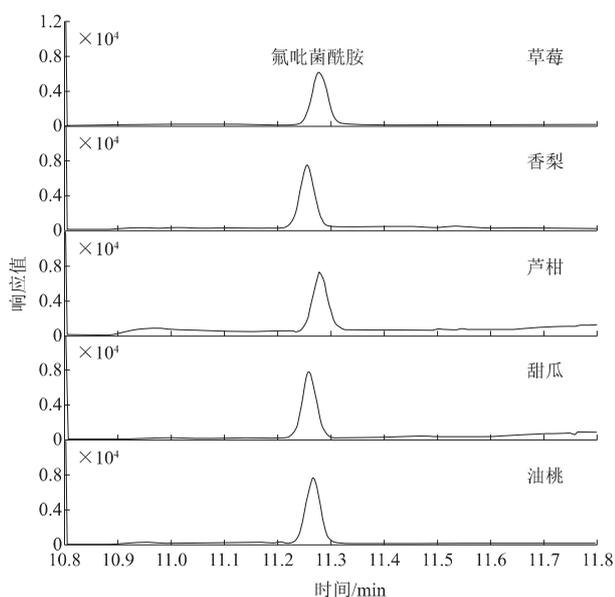


图 1 不同基质样品中氟吡菌酰胺添加色谱图
(添加水平 0.01 mg/kg)

3 结论

试验采用QuEChERS方法对水果样品进行前处理,结合气相色谱-串联质谱技术,建立了氟吡菌酰胺在不同类型水果中的残留检测方法。样品匀浆中先加入乙腈混匀,随后加入MgSO₄、NaCl等盐析提取,再经分散固相萃取法净化(PSA 150 mg + MgSO₄ 855 mg + C₁₈ 15 mg),GC-MS/MS检测。

试验结果显示,在0.01、0.1和0.5 mg/kg等3个添加水平下,氟吡菌酰胺在草莓、香梨、芦柑、甜瓜和油桃中的平均回收率为84.0%~109.3%,相对标准偏差为1.3%~4.8%,检出限(S/N=3)为1.40~2.72 μg/kg。该方法简便、灵敏、高效,可用于水果中氟吡菌酰胺的定量检测。该研究为水果中氟吡菌酰胺残留检测提供了有效技术保障,可为我国氟吡菌酰胺

最大残留限量的制定提供参考依据。

参考文献

- [1] 邓曼,曹梦超,王全胜,等. 气相色谱法同时检测水果中氟吡菌酰胺·肟菌酯及其代谢物肟菌酸的残留量[J]. 农药学报, 2013, 15(6): 704-707.
- [2] 胡冠麟. 氟吡菌酰胺的应用与开发进展[J]. 现代农药, 2025, 24(1): 42-46.
- [3] 贾春虹,吴俊学,赵尔成,等. 超高效液相色谱-串联质谱检测草莓中氟吡菌酰胺和啮霉胺的残留与消解[J]. 农药, 2021, 60(1): 42-45.
- [4] 杨芝玥,杨明,郑鸞飞. 果蔬中氟吡菌酰胺残留检测方法研究进展[J]. 农产品质量与安全, 2022(4): 42-48.
- [5] CHAW A S, PATEL D J, PATEL S H, et al. Behaviour and risk assessment of fluopyram and its metabolite in cucumber (*Cucumis sativus*) fruit and in soil[J]. Environmental Science and Pollution Research International, 2018, 25(12): 11626-11635.
- [6] CEBALLOS-ALCANTARILLA E, AGULLO C, ABAD-SOMOVILLA A, et al. Highly sensitive monoclonal antibody-based immunoassays for the analysis of fluopyram in food samples[J]. Food Chemistry, 2019, 288: 117-126.
- [7] 于福利,付萍萍,王素琴,等. 番茄中氟吡菌酰胺残留量的气相色谱分析[J]. 农药, 2016, 55(4): 278-279.
- [8] MAGDALENA P, EWA S, BARTOSZ P, et al. Behavior of fluopyram and tebuconazole and some selected pesticides in ripe apples and consumer exposure assessment in the applied crop protection framework[J]. Environmental Monitoring and Assessment, 2017, 189(7): 350.
- [9] ZHOU J, LIANG S L, CUI Y Y, et al. Study on environmental behaviour of fluopyram in different banana planting soil[J]. Scientific Reports, 2021, 11(1): 15346.
- [10] NAGAPOOJA Y M, SOUDAMINI M, LEKHA S. Distribution of fluopyram and tebuconazole in pomegranate tissues and their risk assessment[J]. Food Chemistry, 2021, 358: 129909.

(下转第 78 页)

虫有亚洲玉米螟 (*Ostrinia furnacalis*)、劳氏黏虫 (*Mythimnaloreyi*)、甜菜夜蛾 (*Spodoptera exigua*) 和棉铃虫 (*Helicoverpa armigera*)。这些害虫常与草地贪夜蛾混合发生,导致基层农技人员及种植户难以精准识别^[15]。因此,在进行防治之前首先需要精准区分,并结合各自生活习性精准选药,有针对性地制定科学合理的防治措施。

草地贪夜蛾为远距离迁飞性害虫,其种群发生具有明显的时空异质性。信阳地区作为草地贪夜蛾北迁南回的重要中转站,不同年份间发生程度存在很大差异。同一年份草地贪夜蛾田间幼虫龄期重叠现象十分严重,1~6龄幼虫甚至卵块共存。因此,防治草地贪夜蛾应尽可能在3龄前的低龄幼虫期用药。同时,持续加强对草地贪夜蛾的抗药性监测,这对其综合防治具有重要意义。在实际生产中,应根据草地贪夜蛾的抗药性变化,注意各种药剂轮换使用,从而延缓草地贪夜蛾抗药性的发生发展,以达到理想防治效果。

参考文献

- [1] STORER N P, BABCOCK J M, SCHLENZ M, et al. Discovery and characterization of field resistance to *Bt* maize: *Spodoptera frugiperda* (Lepidoptera: Noctuidae) in Puerto Rico[J]. *Journal of Economic Entomology*, 2010, 103(4): 1031-1038.
- [2] SRANABASAPPA D, KALLESHWARASWAMY C M, ASOKAN R, et al. First report of the fall armyworm, *Spodoptera frugiperda* (J. E. Smith) (Lepidoptera: Noctuidae), an alien invasive pest on maize in India[J]. *Pest Management in Horticultural Ecosystems*, 2018, 24(1): 23-29.
- [3] 姜玉英, 刘杰, 朱晓明. 草地贪夜蛾侵入我国的发生动态和未来发展分析[J]. *中国植保导刊*, 2019, 39(2): 33-35.
- [4] 王磊, 陈科伟, 钟国华, 等. 重大入侵害虫草地贪夜蛾发生危害、防控研究进展及防控策略探讨[J]. *环境昆虫学报*, 2019, 41(3): 479-487.
- [5] ABRAHMS P, BATEMAN M, BEALE T, et al. Fall army worm: impacts and implications for Africa[R]. UK Wallingford: CAB International, 2017.
- [6] WYCKHUYS K A G, O'NEIL R J. Population dynamics of *Spodoptera frugiperda* Smith (Lepidoptera: Noctuidae) and associated arthropod natural enemies in Honduran subsistence maize[J]. *Crop Protection*, 2006, 25(11): 1180-1190.
- [7] 王磊, 陆永跃. 2020年我国草地贪夜蛾蔓延发生趋势及预测[J]. *环境昆虫学报*, 2020, 42(5): 1139-1145.
- [8] 王芹芹, 崔丽, 王立, 等. 草地贪夜蛾对杀虫剂的抗性研究进展[J]. *农药学报*, 2019, 21(4): 401-408.
- [9] 崔丽, 芮昌辉, 李永平, 等. 国外草地贪夜蛾化学防治技术的研究与应用[J]. *植物保护*, 2019, 45(4): 7-13.
- [10] 林璐璐, 钟永志, 张光玲, 等. 6种药剂对安徽省草地贪夜蛾的防治效果[J]. *农药*, 2020, 59(7): 528-531.
- [11] 赵胜国, 杨现明, 杨学礼, 等. 8种农药对草地贪夜蛾的田间防治效果[J]. *植物保护*, 2019, 45(4): 74-78.
- [12] 尹艳琼, 张红梅, 李永川, 等. 8种杀虫剂对云南不同区域草地贪夜蛾种群的室内毒力测定[J]. *植物保护*, 2019, 45(6): 70-74.
- [13] 范晓培, 余正军, 王清文, 等. 7种杀虫剂对玉米草地贪夜蛾幼虫的室内毒力测定及田间防效[J]. *陕西农业科学*, 2020, 66(8): 37-40.
- [14] 张永生, 刘妤玲, 刘玉生, 等. 10种杀虫剂低容量喷雾对玉米草地贪夜蛾的防治效果[J]. *现代农药*, 2020, 19(3): 44-47.
- [15] 李国平, 王亚楠, 李辉, 等. 河南省苗期玉米田草地贪夜蛾幼虫与常见其他种类害虫的识别特征[J]. *中国生物防治学报*, 2019, 35(5): 747-754.
- [16] DONG B Z, HU J Y. Dissipation and residue determination of fluopyram and tebuconazole residues in atermelon and soil by GC-MS[J]. *Intern J Environ Anal Chem*, 2014, 94(5): 493-505.
- [17] 中华人民共和国国家卫生健康委员会, 中华人民共和国农业农村部, 国家市场监督管理总局. 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量: GB 2763—2021[S]. 北京: 中国标准出版社, 2021.
- [18] 贺敏, 景子伟, 贾春虹, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测番茄和甘蓝中溴虫氟苯双酰胺的残留[J]. *农药*, 2019, 58(4): 279-281; 284.
- [19] 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. 实验室质量控制规范 食品理化检测: GB/T 27404—2008[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.

(上接第 58 页)

- [11] 赵成林, 王佛娇, 程小会, 等. 35%氟吡菌酰胺·戊唑醇悬浮剂的高效液相色谱分析[J]. *现代农药*, 2019, 18(6): 25-27.
- [12] 王思威, 常虹, 王潇楠, 等. 43%氟吡菌酰胺·肟菌酯悬浮剂的 HPLC分析[J]. *农药科学与管理*, 2022, 43(1): 36-42.
- [13] PATEL B V, CHAWLA S, GOR H, et al. Residue decline and risk assessment of fluopyram plus tebuconazole (400 SC) in/on onion (*Allium cepa*) [J]. *Environmental Science and Pollution Research*, 2016, 23(20): 20871-20881.
- [14] 曹雪琴, 杨飞, 陈国通, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定水果中10种保鲜剂残留量[J]. *食品科学*, 2020, 41(4): 319-324.
- [15] 李文卓, 钱圆, Matsumoto H, 等. 气相色谱-串联质谱检测蔬菜中氟吡菌酰胺及其代谢物残留[J]. *农药学报*, 2016, 18(6): 759-764.