

固相萃取-气相色谱法检测蔬菜中8种菊酯类农药残留

袁 烁¹, 曹之富², 韦美蔓², 魏朝俊¹, 蔡慧敏¹, 赵建庄^{1*}

(1. 北京农学院, 北京 102206; 2. 北京市小汤山地区地热开发公司, 北京 102206)

摘要: **目的** 建立一种固相萃取-毛细管柱气相色谱方法, 可以同时检测蔬菜中8种菊酯类农药残留。**方法** 蔬菜样品匀浆后, 经正己烷/丙酮(V:V=50:50)提取, Florisil 固相萃取柱净化, HP-5 毛细管气相色谱柱进行分离, GC-ECD 进行定性及定量分析。**结果** 8种菊酯类农药残留的色谱图分离效果良好, 线性相关系数均大于0.995, 方法检出限在0.0025~0.02 mg/kg之间。8种菊酯类农药的添加水平为0.025~2 mg/kg, 回收试验表明该方法平均回收率在73.6%~97.0%之间, 相对标准偏差小于5%。**结论** 该方法样品处理简单、仪器配置要求较低、净化效果好、易于推广使用, 适合蔬菜中多种菊酯类农药残留的检测和安全监控。**关键词:** 蔬菜; 固相萃取; 气相色谱法; 菊酯类农药残留

Simultaneous determination of residues of 8 pyrethroid pesticides in vegetables with solid phase extraction-gas chromatography

YUAN Shuo¹, CAO Zhi-Fu², WEI Mei-Man², WEI Chao-Jun¹, CAI Hui-Min¹, ZHAO Jian-Zhuang^{1*}

(1. Beijing University of Agriculture, Beijing 102206, China; 2. Beijing Xiaotangshan Zone Terrestrial Heat Development Company, Beijing 102206, China)

ABSTRACT: Objective To establish a solid phase extraction-capillary gas chromatography method for the determination of 8 pesticide residues in vegetables. **Methods** After the homogenized vegetable samples with hexane/acetone (V:V=50:50) and purified with Florisil solid-phase extraction column, the samples were separated by HP-5 gas chromatography column and detected with gas chromatography-electron capture detector (GC-ECD). **Results** A good separation for 8 pyrethroid pesticides was achieved using the established method with correlation coefficients above 0.995. The detection limit was 0.0025~0.02 mg/kg, the average recoveries of the 8 pyrethroid pesticides were from 73.6% to 97.0% in the range of 0.025~2 mg/kg. The relative standard deviation was less than 5%. **Conclusion** This method is simple for sample treatment, low requirements of the instrument configuration, with a good purifying effect and ease popularization, and is suitable for the detection and security monitoring of pesticide residues in vegetables.

KEY WORDS: vegetable; solid-phase extraction; gas chromatography; pyrethroid pesticide residues.

基金项目: 昌平科委设施蔬菜安全生产技术试验示范项目(2015005)、北京市教委面上科技项目(PXM2014_014207_000001, KM201210020014)。

Fund: Supported by Experiment and Demonstration of Safe Production of Facility Vegetable by Changping Science and Technology Commission (2015005), and the General Program of Science and Technology Development Project of Beijing Municipal Education Commission (PXM2014_014207_000001, KM201210020014)

*通讯作者: 赵建庄, 教授, 主要研究方向为农产品安全与农药残留分析。E-mail: zhaojianzhuang@263.net

*Corresponding author: ZHAO Jian-Zhuang, Professor, Beijing University of Agriculture, No.7, Huilongguan, Changping District, Beijing 102206, China. E-mail: zhaojianzhuang@263.net.

1 引言

随着农业生产的不断发展,农产品质量安全的重要性凸显出来,尤其是农药残留问题。农药的不合理使用甚至滥用会给食品质量带来安全风险^[1,2],联合国食品法典委员会与世界各国对食品中农药残留量作了十分严格的规定^[3,4]。目前,拟除虫菊酯是蔬菜上防治害虫经常使用的杀虫剂,而拟除虫菊酯检测已成为蔬菜的常规检测项目之一^[5]。因此,建立蔬菜中菊酯类农药残留量分析方法具有重要意义^[6]。

蔬菜中农药多残留检测^[7]一直是蔬菜研究的热点之一,如 Uclés 等^[8]采用基质分散固相萃取净化技术,利用气相色谱-三重串联四极杆质谱联用技术(GC/QqQ-MS/MS)对果蔬中210种农药进行了多残留分析测定。上述蔬菜中菊酯类农药多残留检测方法存在前处理复杂、或仪器昂贵、或分离效果差等缺点,因此,建立一个灵敏度高、检测限低、仪器配置要求较低但技术成熟,并适合对蔬菜中多种菊酯类农药进行分析检测的方法显得非常重要。

前处理方法优化是菊酯类农药残留分析检测的关键步骤,关系到分析结果的准确性和精密度^[9]。提取方法除了传统萃取技术,还有加速溶剂萃取^[10],振荡提取^[11],固相微萃取^[12]等新发展的提取技术;净化方法多采用固相萃取柱^[13,14]进行净化。本文采用均质、高速离心提取、固相萃取净化,并优化GC检测方法,以建立一种能够准确、快速、灵敏测定8种菊酯类农药残留的方法,以满足菊酯类农药在蔬菜中相关限量标准的要求,为全面加强蔬菜中的农药污染监测和监管提供技术支持。

2 材料与方法

2.1 试剂耗材与农药标准品

试剂耗材:氯化钠(分析纯,天津市光复科技发展有限公司),灼烧3小时后冷却备用;正己烷、丙酮(均为色谱纯,Tedia Fairfield OH, USA);NH₂固相萃取柱、C₁₈固相萃取柱、Florisil固相萃取柱,1000 mg/6 mL(美国Agilent公司);0.45 μm有机相微孔滤膜(德国Membrana公司);注射器(上海治宇医疗器械有限公司)

农药标准品:8种菊酯类农药(醚菊酯、S-生物烯

丙菊酯、联苯菊酯、甲氰菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯)标准品100 μg/mL,均为农业部环境保护科研所监制。

2.2 仪器与设备

气相色谱仪(Agilent 6890 N, 配备μ-ECD电子捕获检测器,美国Agilent公司);旋转蒸发仪(Laborota 4001, 德国Heidolph公司);数控固相萃取仪(SC-8 L-150, 广州智真生物科技有限公司);离心机(Kubota6200, 日本Kubota公司);超声波清洗器(KQ-600, 江苏昆山市超声仪器有限公司);旋涡振荡器(XW-80A, 上海青浦沪西仪器厂);电子分析天平(CP-225 D, 德国Sartorius公司);循环水式多用真空泵(SHB-III, 郑州长城仪器厂);高速组织粉碎机(FW-100, 天津市泰斯特仪器有限公司);超低温冰箱(MDF-U 3286S, 日本Sanyo公司);电热鼓风干燥箱(G72X-9070 MBE, 上海博讯实业有限公司医疗设备厂);移液枪(德国Eppendorf公司);其他玻璃仪器(均用去离子水清洗三遍后烘干备用)。

2.3 色谱条件

色谱柱:HP-5毛细管柱(30 m×0.32 mm *i.d.*, 0.25 μm);色谱柱温度:起始温度150 °C,保持1 min,10 °C/min的速率升温至280 °C,保持16 min;进样口温度270 °C;电子捕获检测器(μ-ECD)温度300 °C;载气为高纯氮,流速为2.0 mL/min,压力93.3 kPa,尾吹N₂为40.0 mL/min;进样量为1 μL;进样模式:不分流进样。

2.4 标准曲线的制作

8种菊酯类农药混合标样:准确量取各农药标准品,用正己烷溶解并定容至1 mL进样瓶里,配成标准储备液,置于4 °C冰箱中避光保存。将混标储备液分别稀释成标准系列浓度(见表1)。取1.0 μL各浓度标准工作液,进气相色谱仪测定分析,得到工作标准曲线。

2.5 样品预处理

2.5.1 样品提取

将萝卜、白菜、番茄、韭菜(由昌平特菜园采摘,农贸市场和超市随机采购,共40份,每份1 kg,放置冰箱保藏。)加入到高速组织粉碎机中匀浆,每份样品均准确称取5 g,放置50 mL离心管中(离心管中预先加入4.0 g氯化钠),加入15 mL正己烷/丙酮(V:V

表 1 8 种菊酯类农药保留时间及标准系列浓度
Table 1 The retention time and standard concentration of 8 pyrethroid pesticides

编号	农药中文名	农药英文名	保留时间/min	标准系列浓度 $\mu\text{g/mL}$
1	醚菊酯	ethofenprox	9.199	0.1、0.25、0.5、2.5、5
2	S-生物烯丙菊酯	S-bioallethrin	10.205	0.1、0.25、0.5、2.5、5
3	联苯菊酯	bifenthrin	13.463	0.1、0.25、0.5、2.5、5
4	甲氰菊酯	fenpropathrin	13.603	0.1、0.25、0.5、2.5、5
5.1	氯菊酯-1	permethrin-1	15.240	0.1、0.25、0.5、2.5、5
5.2	氯菊酯-2	permethrin-2	15.385	0.1、0.25、0.5、2.5、5
6.1	氯氰菊酯-1	cypermethrin-1	16.412	0.1、0.25、0.5、2.5、5
6.2	氯氰菊酯-2	cypermethrin-2	16.549	0.1、0.25、0.5、2.5、5
6.3	氯氰菊酯-3	cypermethrin-3	16.713	0.1、0.25、0.5、2.5、5
7.1	氰戊菊酯-1	fenvalerate-1	17.946	0.025、0.05、0.1、0.25、0.5
7.2	氰戊菊酯-2	fenvalerate-2	18.330	0.025、0.05、0.1、0.25、0.5
8	溴氰菊酯	deltamethrin	19.461	0.025、0.05、0.1、0.25、0.5

=50:50), 于 8000 r/min 离心 3 min, 将上层液移至圆底烧瓶中, 加入 15 mL 正己烷/丙酮(V:V=50:50)再离心提取一次, 合并提取液, 再将圆底烧瓶置于旋转蒸发仪上, 45 °C 旋转蒸发至 3 mL 左右, 为待净化液。

2.5.2 样品净化

将 Florisil 固相萃取柱置于固相萃取仪孔上, 用 15 mL 正己烷/丙酮(V:V=50:50)活化萃取柱, 待液面降至硅胶顶部时, 将待净化液移至萃取柱中, 用 20 mL 正己烷/丙酮(V:V=50:50)洗脱净化柱, 用 25 mL 的圆底烧瓶收集洗脱液, 45 °C 旋转蒸发近干, 正己烷定容至 1.0 mL, 过 0.45 μm 滤膜后, 进气相色谱仪检测。

3 结果与分析

3.1 色谱柱的选择

将 8 种农药分别按浓度醚菊酯 1.25 $\mu\text{g/mL}$ 、S-生物烯丙菊酯 2.5 $\mu\text{g/mL}$ 、联苯菊酯 0.75 $\mu\text{g/mL}$ 、甲氰菊酯 0.75 $\mu\text{g/mL}$ 、氯菊酯 0.75 $\mu\text{g/mL}$ 、氯氰菊酯 0.75 $\mu\text{g/mL}$ 、氰戊菊酯 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、溴氰菊酯 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 配置进行色谱分离测试。比较 HP-5 毛细管柱和 DB-17 毛细管柱, 结果表明: HP-5 毛细管柱分离效果较好, 待测组分与杂峰分离效果较好, 在 30 min 内可以完成测试蔬菜样品中 8 种农药同时分离测定(见图 1)。

3.2 提取溶剂选择

乙酸乙酯、乙腈、正己烷/丙酮都是常用的提取溶剂, 分别试验了单一试剂和混合试剂。结果表明, 乙酸乙酯、乙腈、正己烷/丙酮(V:V=50:50)的平均回收率分别为 79.6%、90.3%和 92.1%, 混合提取剂优于单一提取剂。乙腈的穿透力强, 通用性提取效率高, 特别是对极性强弱不同的农药总体提取效果好, 但乙腈提取后需要多次净化、降低提取速率; 乙酸乙酯易提取蜡质、脂肪等非极性干扰物, 且易乳化, 大部分极性农药不易转移到有机相中^[15]; 丙酮/正己烷混合溶剂极性相对较大, 穿透力较强, 提取效率良好, 且杂质干扰少, 故本研究选择正己烷和丙酮混合液作为提取剂。

3.3 提取方法与洗脱条件优化

涡旋振荡提取、超声波振荡萃取和高速离心机离心提取都是常用的提取方法^[16]。以正己烷和丙酮混合提取剂为提取溶剂, 比较涡旋震荡、超声波萃取和高速离心机提取, 发现用涡旋震荡和超声波提取效果不好, 大多数农药的回收率在 55%~80%之间; 两次离心提取后, 大多数农药的回收率可达 90%以上, 故本研究选择高速离心机两次离心提取。

由于待测农药极性不一, 通常采用混合溶剂进

行洗脱。通过试验发现,正己烷/丙酮(V:V=50:50)时洗脱效果良好。为考察洗脱剂用量对回收率的影响,选择了 10、20、30 mL 的洗脱剂对农药进行淋洗。结果表明,洗脱剂体积增大,农药的回收率也提高,但杂质也越多。当洗脱剂体积为 20 mL 时,大多数农药的回收率可达到 90% 以上,故本研究选择洗脱剂体积为 20 mL。

3.4 固相萃取柱的选择

农药多残留净化处理常用固相萃取法^[17]。本研究在净化过程中分别选择 Florisil 柱, C₁₈ 柱和 NH₂ 柱进行比较,结果表明, C₁₈ 柱对杂质的去除能力较弱, NH₂ 柱对脂溶性色素去除不完全, Florisil 柱具有良好的杂质去除能力,样品净化效果好。同时,通过标准溶液过柱试验(图 2), Florisil 柱的回收率能达到

95% 以上, NH₂ 柱和 C₁₈ 柱的回收率分别在 90% 和 80% 左右。综合考虑,本研究选取 Florisil 柱作为净化萃取柱。

3.5 方法的线性关系和检出限

5 个不同浓度农药混合标准工作液,在最佳色谱条件下进行分析。以各农药的浓度为横坐标,以各农药的峰面积为纵坐标,做线性回归分析。各农药线性范围、线性方程、相关系数、方法检出限和残留限量标准结果见表 2。

3.6 方法的回收率和精密度

取测试蔬菜样品,按照前述方法进行添加回收试验,每个浓度 5 个平行,同时做样品空白试验和试剂空白试验,以消除样品基质和试剂的影响,回收率和精密度见表 3。结果如表 3 所示,8 种菊酯类农药在

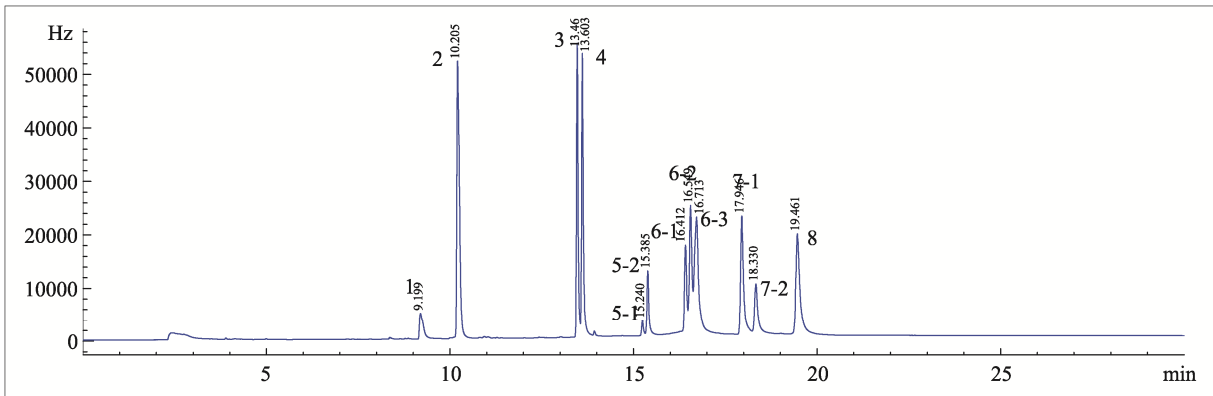


图 1 8 种菊酯类农药的气相色谱图

Fig. 1 The chromatogram of 8 pyrethroid pesticides

- 1. 醚菊酯 2. S-生物烯丙菊酯 3. 联苯菊酯 4. 甲氰菊酯 5.1 氯菊酯-1 5.2 氯菊酯-2 6.1 氯氰菊酯-1
- 6.2 氯氰菊酯-2 6.3 氯氰菊酯-3 7.1 氰戊菊酯-1 7.2 氰戊菊酯-2 8. 溴氰菊酯
- 1. ethofenprox 2. S-bioallethrin 3. bifenthrin 4. fenpropathrin 5.1 permethrin-1 5.2 permethrin-2 6.1 cypermethrin-1
- 6.2 cypermethrin-2 6.3 cypermethrin-3 7.1 fenvalerate-1 7.2 fenvalerate-2 8. deltamethrin

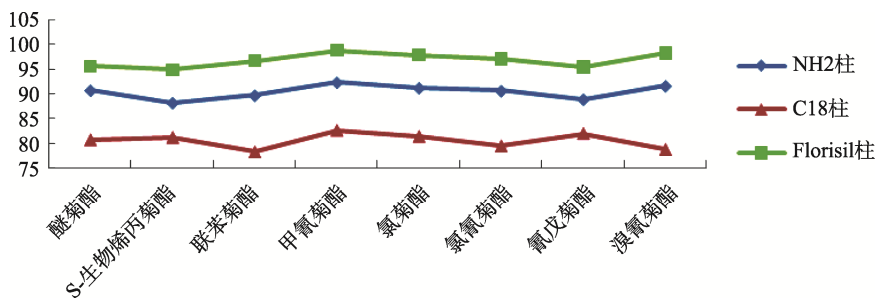


图 1 8 种菊酯类农药在 3 种固相萃取柱中的回收实验结果

Fig. 2 The recoveries of 8 pyrethroid pesticides by NH₂, C₁₈, and Florisil solid-phase extraction column

表 2 8 种菊酯类农药的线性回归方程、相关系数、方法检出限和残留限量标准

Table 2 The liner range, correlation coefficient, method detection limits and residue limits of 8 pyrethroid pesticides

样品名称	线性范围 μg/mL	线性方程	相关系数	方法检出限 mg/kg	残留限量标准* mg/kg
醚菊酯	0.1~10	$Y=1504.7X+3926.1$	0.9952	0.02	1
S-生物烯丙菊酯联	0.1~10	$Y=80804X+40468$	0.9977	0.02	1
苯菊酯	0.1~10	$Y=58182X+23546$	0.9973	0.02	0.05
甲氰菊酯	0.1~10	$Y=62460X+30256$	0.9993	0.02	0.5
氯菊酯	0.1~10	$Y=2683.8X+1573.5$	0.9974	0.02	0.1
氯氰菊酯	0.1~10	$Y=15673X+11509$	0.9988	0.02	0.05
氰戊菊酯	0.025~2.5	$Y=42449X+5797$	0.9991	0.0025	0.05
溴氰菊酯	0.025~2.5	$Y=90918X+9719.7$	0.9984	0.005	0.2

*GB 2763-2014 中涉及本文检测所有蔬菜(萝卜、白菜、番茄、韭菜)中的最大残留限量, 如溴氰菊酯在萝卜中的最大残留限量是 0.2 mg/kg, 在白菜中是 0.5 mg/kg, 在番茄中是 0.2 mg/kg, 在韭菜中无明确要求, 故选择 0.2 mg/kg 为残留限量值。

表 3 8 种菊酯类农药在蔬菜中的添加回收率(n=5)

Table 3 Recoveries of 8 pyrethroid pesticides in vegetables (n=5)

名称	添加浓度/ mg·kg ⁻¹	回收率/%					相对标准偏差%
		萝卜	白菜	番茄	韭菜	平均	
醚菊酯	0.5	92.5	91.3	94.4	90.7	92.2	1.53
	1	90.7	90.1	92.6	88.9	90.6	1.48
	2	85.6	84.4	86.8	79.0	84.0	3.55
S-生物烯丙菊酯	0.5	90.7	88.6	89.7	91.9	90.2	1.35
	1	89.8	87.3	88.2	91.2	89.1	1.68
	2	88.8	86.6	86.9	90.1	88.1	1.62
联苯菊酯	0.025	96.2	95.7	98.3	97.8	97.0	1.11
	0.05	92.7	91.6	95.2	94.1	93.4	1.46
	0.1	87.9	87.1	89.3	88.9	88.3	0.97
甲氰菊酯	0.25	82.6	80.1	84.9	84.3	83.0	2.24
	0.5	77.1	76.2	79.5	77.6	77.6	1.55
	1	73.0	71.4	75.7	74.1	73.6	2.13
氯菊酯	0.05	94.5	92.9	98.0	95.5	95.2	1.94
	0.1	90.3	89.3	91.8	91.3	90.7	1.06
	0.2	83.5	80.9	85.7	84.2	83.6	2.08
氯氰菊酯	0.025	92.7	90.9	97.7	96.3	94.4	2.88
	0.05	86.4	84.8	90.2	88.9	87.6	2.40
	0.1	81.2	79.6	84.6	82.8	82.1	2.26
氰戊菊酯	0.025	85.7	79.5	88.0	86.8	85.0	3.86
	0.05	82.1	76.4	85.2	83.4	81.8	4.03
	0.1	78.3	72.6	80.9	80.8	78.2	4.31
溴氰菊酯	0.1	90.3	85.3	94.7	92.6	90.7	3.85
	0.2	83.2	79.1	87.4	86.1	84.0	3.79
	0.4	77.1	74.9	81.3	79.9	78.3	3.16

测试蔬菜(萝卜、白菜、番茄、韭菜)中的平均添加回收率在 73.6%~97.0%之间, 相对标准偏差均小于 5%, 本方法的回收率和精密度均达到了农残检测的相关要求。

3.7 样品测定

将由昌平特菜园采摘, 农贸市场和超市的 40 份测试蔬菜(萝卜、白菜、番茄、韭菜)样品采用本方法进行检测, 结果表明, 昌平特菜园采摘测试样品中均未检出, 农贸市场和超市样品中检出 3 个样品含有醚菊酯农药。

4 结论

本研究建立了一种固相萃取-气相色谱法来同时检测蔬菜中 8 种菊酯类农药残留, 该方法样品处理简单、仪器配置要求较低、净化效果好、易于推广使用等特点, 其回收率在 73.6~97.0%之间, 相对标准偏差小于 5%, 8 种菊酯类农药的方法检出限在 0.0025~0.02 mg/kg 之间, 各项技术指标均达到蔬菜中菊酯类农药残留的相关要求, 能够为蔬菜中菊酯类农药残留的检测提供可靠的方法依据。

参考文献

- [1] 乔雄梧. 国外食品中农药残留监测概况[J]. 农药科学与管理, 2000, 21(2): 11-15.
Qiao XW. Oversea pesticide residue monitoring in food [J]. Pestic Sci Admin, 2000, 21(2): 11-15.
- [2] 赖穗春, 王富华, 邓义才, 等. 国内外农药残留分析技术研究现状与发展[J]. 广东农业科学, 2006, 1: 76-77.
Lai SC, Wang FH, Deng YC, *et al.* Analysis of present research situation and development of residual pesticides at home and abroad [J]. Guangdong Agri Sci, 2006, 1: 76-77.
- [3] 王朝瑾, 李彦磊, 王文豪, 等. 菊酯类农药残留的快速测定[J]. 湖南农业科学, 2010, (1): 71-73.
Wang CJ, Li YL, Wang WH, *et al.* Fast determination for residue of pyrethroid pesticide [J]. Hunan Agri Sci, 2010, (1): 71-73.
- [4] 张志恒. 农药合理使用规范和最高残留限量标准[M]. 北京: 化学工业出版社. 2007.
Zhang ZH. The reasonable use of pesticides standard and maximum residue limits [M]. Beijing: Chemical Industry Press. 2007.
- [5] 刘小文, 罗江, 袁先友, 等. 果蔬中拟除虫菊酯农药残留分析方法进展[J]. 理化检验-化学分册, 2013, 49(9): 1141-1147.
Liu XW, Luo J, Yuan XY, *et al.* Progress of researches of methods for determination of residual amounts of pyrethroid pesticides in fruits and vegetables [J]. PTCA (Part b:chem.anal.), 2013, 49(9): 1141-1147.
- [6] 何丽芳, 邹征鸥. 气相色谱法快速测定蔬菜中 12 种菊酯类的农药残留[J]. 科技信息, 2010, 33: 443-447.
He LF, Zou ZO. Rapid determination of 12 pyrethroid pesticide residues in vegetables by gas chromatography [J]. Sci Technol Inform, 2010, 33: 443-447.
- [7] Chowdhury MAZ, Fakhruddin ANM, Siew HG, *et al.* Detection of the residues of nineteen pesticides in fresh vegetable samples using gas chromatography mass spectrometry [J]. Food Control. 2013, 34(2): 457-465.
- [8] Uclés S, Belmonte N. Validation of a multiclass multiresidue method and monitoring results for 210 pesticides in fruits and vegetables by gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry [J]. J Environm Sci Health, Part B, 2014, 49: 557-568.
- [9] 黎小鹏, 刘红梅. 水果和蔬菜中农药残留检测前处理技术研究进展[J]. 仲恺农业工程学院学报, 2013, 26(4): 65-70.
Li XP, Liu HM. Research progress on sample preparation technology in analytical procedures pesticide residue in fruits and vegetables [J]. J Zhongkai Univ Agric Eng, 2013, 26(4): 65-70.
- [10] 黄晓会, 刘艳, 张建. 加速溶剂萃取法测定大枣中有机氯及拟除虫菊酯类农药残留量[J]. 中国中医药信息杂志, 2014, 21(1): 74-78.
Huang ZH, Liu Y, Zhang J. Determination of organochlorine and pyrethroid pesticides residues in zigyphussp by accelerated solvent extraction [J]. Chin J Inform TCM, 2014, 21(1): 74-78.
- [11] 李军. 苹果中拟除虫菊酯类农药残留测定方法的研究[J]. 山东农业科学, 2013, 45(12): 87-90.
Li J. Study on method for detecting pyrethroid residue in Apple [J]. Shandong Agric Sci, 2013, 45(12): 87-90.
- [12] 任方方, 唐雪明. 氰基类拟除虫菊酯类农药检测研究进展[J]. 现代农业科技, 2014, 17: 150-152.
Ren FF, Tang XM. Research advance on detection methods of cyano-pyrethroids pesticides residues [J]. Mod Agric Sci Technol, 2014, 17: 150-152.
- [13] 王翠芬, 高雪, 刘晓慧, 等. 水果中菊酯类农药残留的快速检测分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(6): 1718-1722.
Wang CF, Gao X, Liu XH, *et al.* Fast determination of pyrethroid pesticide residues in fruits [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(6): 1718-1722.

- [14] Hunter RE, Riederer AM, Ryan PB, *et al.* Method for the determination of organophosphorus and pyrethroid pesticides in food via gas chromatography with electron-capture detection [J]. *J Agric Food Chem*, 2010, 58: 1396–1402.
- [15] 高青珍, 马智玲, 刘肃, 等. 悬浮固化-分散液-液微萃取-气相色谱法测定蔬菜中 6 种拟除虫菊酯类农药[J]. *食品工业科技*, 2014, 35(10): 53–56.
- Gao QZ, Ma ZL, Liu S, *et al.* Rapid determination of six pyrethroids in vegetables using gas chromatography combined with dispersive liquid-liquid microextraction based on solidification of floating organic droplet method [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2014, 35(10): 53–56.
- [16] 樊中臣, 施艳红, 操海群, 等. 金针菇中 6 种拟除虫菊酯类农药多残留的测定[J]. *食品科学*, 2012, 33(6): 199–202.
- Fan ZC, Shi Yh, Cao HQ, *et al.* Multiresidue determination of 6 pyrethroid pesticides in flammulina velutipes [J]. *Food Sci*, 2012, 33(6): 199–202.
- [17] Shi XZ, Liu JH, Chen J, *et al.* Group-selective enrichment and determination of pyrethroid insecticides in aquaculture seawater via molecularly imprinted solid phase extraction coupled with gas chromatography-electron capture detection [J]. *J Chromatogr A*, 2012, 1227: 60–66.

(责任编辑: 白洪健)

作者简介



袁 烁, 硕士研究生, 主要研究方向为农药残留分析。

E-mail: 836274311@qq.com



赵建庄, 教授, 主要研究方向为农产品安全与农药残留分析。

E-mail: zhaojianzhuang@263.net.