

分散固相萃取-气相色谱法测定大米中六六六和滴滴涕残留量

史晓梅^{1,2}, 陈士恒^{1,2}, 章 晴^{1,2}, 杨永坛^{1,2*}

(1. 中粮营养健康研究院, 北京 100020; 2. 北京市营养健康与食品安全重点实验室, 北京 100020)

摘 要: **目的** 建立气相色谱-电子捕获检测器法(GC-ECD)测定大米中六六六和滴滴涕(α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、 o,p' -滴滴涕、 o,p' -滴滴伊、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴伊、 p,p' -滴滴涕)残留量的方法。**方法** 大米样品经乙腈超声提取后, 应用 PSA 进行分散固相萃取净化, 高速离心后氮吹浓缩定容, 最后使用气相色谱电子捕获检测器测定。**结果** 六六六和滴滴涕在 0.002~0.1 mg/L 浓度范围内呈现良好线性关系, R^2 大于 0.99; 在 0.002、0.005、0.01 mg/kg 三个添加浓度上回收率范围为 84.10%~111.43%, 相对标准偏差小于 9.23%, 检出限在 0.0001~0.0007 mg/kg 之间。**结论** 该方法前处理操作快速简单, 重复性好且灵敏度高, 满足国内外对大米中六六六和滴滴涕快速、准确检测的要求, 可应用于大量样品的定性定量分析。

关键词: 六六六; 滴滴涕; 分散固相萃取; 气相色谱法; 大米

Simultaneous determination of hexachlorocyclohexane and dichlorodiphenyltrichloroethane residues in rice by dispersive solid phase extraction and gas chromatography

SHI Xiao-Mei^{1,2}, CHEN Shi-Heng^{1,2}, ZHANG Qing^{1,2}, YANG Yong-Tan^{1,2*}

(1. COFCO Nutrition & Health Research Institute, Beijing 100020, China; 2. Beijing Key Laboratory of Nutrition Health and Food Safety, Beijing 100020, China)

ABSTRACT: Objective To develop a method for the simultaneous determination of hexachlorocyclohexane (HCH) and dichlorodiphenyltrichloroethane (DDT) (α -HCH, β -HCH, γ -HCH, δ -HCH, o,p' -DDD, o,p' -DDE, o,p' -DDT, p,p' -DDD, p,p' -DDE, p,p' -DDT) residues in rice by gas chromatography with ECD detector using dispersive solid phase extraction. **Methods** Rice samples were extracted with acetonitrile assisted by ultra-sonic, and the extracts were purified by dispersive solid phase extraction using PSA as the purification sorbent. After high speed centrifugation and concentrated by nitrogen flushing, samples were detected by GC-ECD. **Results** The method showed a good linearity in the range of 0.002~0.1 mg/L for HCH and DDT with $R^2 > 0.99$. The recoveries were in the range of 84.10%~111.43% at three spiked levels of 0.002, 0.005, 0.01 mg/kg for HCH and DDT, and the relative standard deviations (RSDs) were less than 9.23%. The limits of detections were in the range of 0.0001~0.0007 mg/kg. **Conclusion** The method is suitable for quantitative and qualitative analysis of HCH and DDT in a sufficient number of rice samples with sensitivity and repeatability, and

基金项目: 中粮集团公司资助项目(2012-C2-F013)

Fund: Supported by the Fundamental Research Project of COFCO Corporation (2012-C2-F013)

*通讯作者: 杨永坛, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。E-mail: yangyongtan@cofco.com

*Corresponding author: YANG Yong-Tan, Senior Engineer, Food Quality & Safety Center, COFCO Nutrition & Health Research Institute, Rm 403, COFCO Fortune Plaza, No.8, Chaoyangmen South Ave, Beijing 100020, China. E-mail: yangyongtan@cofco.com

which could meet the fast and accurate detection requirements of HCH and DDT residues testing at home and abroad.

KEY WORDS: hexachlorocyclohexane; dichlorodiphenyltrichloroethane; dispersive solid phase extraction; gas chromatography; rice

六六六和滴滴涕曾是广泛使用和生产的有机氯类农药,大量使用导致其在农产品中的残留量超过允许的最大限量,阻碍和影响了我国农产品进出口的发展。由于具有高度持久性和生物蓄积性的特点,六六六和滴滴涕在环境中不易降解^[1],鉴于此我国于 1983 年禁止其使用。据全国食品污染物检测网的统计数据显示,六六六和滴滴涕在大米等农产品中的残留水平已经减少了几个数量级^[2],但是它们可以通过长期的生物富集,依然能够对人体健康和生态环境造成不利影响^[3]。大米是我国主要的粮食作物和食品原料,在生产和流通过程中特别容易被污染,因此开展大米中六六六和滴滴涕的检测研究是非常必要的。六六六和滴滴涕的化学名称、分子式和结构式等信息见表 1。

目前,在大米六六六和滴滴涕的检测中通常使用气相色谱法(ECD 检测器),然而样品前处理方法较多样化,主要包括振荡提取、超声提取、均质提取等^[4-7]。在样品净化过程可使用浓硫酸净化样品^[8],利用浓硫酸的强氧化性去除蛋白质和脂类的干扰,且不会对目标分析物造成影响;固相萃取方法进一步净化样品^[9];分散固相萃取的方法是近年来发展起来的快速简便前处理技术,使用该方法处理大米样品已有报道^[10,11]。

本实验采用超声波辅助提取的方法,优化建立了分散固相萃取净化的方式,能够有效去除大米中的基质干扰物,提高了六六六和滴滴涕的提取效率和检测灵敏度,最后采用气相色谱电子捕获检测器法测定六六六和滴滴涕,取得了较好的效果。与 traditional 方法比较,该方法快速简单准确,前处理过程仅需 40 min,且成本较低,能够满足不同的实际需求,提供准确快速的定性和定量分析。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

GC-2010 Plus 气相色谱仪(配 ECD 检测器,日本岛津公司); TG 16-II 台式高速低温离心机(长沙平凡

仪器仪表); BSA 224S-CW 电子天平(德国赛多利斯集团); SB-3200 DTDN 超声波清洗机(宁波新芝生物科技股份有限公司); HGC-24A 氮吹仪(天津恒奥科技发展有限公司); QL-902 旋涡混合器(海门其林贝尔仪器制造有限公司); 固相萃取仪(美国安捷伦科技有限公司)。

农药标准品: α -六六六(α -HCH)、 β -六六六(β -HCH)、 γ -六六六(γ -HCH)、 δ -六六六(δ -HCH)、 o,p' -滴滴涕(o,p' -DDD)、 o,p' -滴滴伊(o,p' -DDE)、 o,p' -滴滴涕(o,p' -DDT)、 p,p' -滴滴涕(p,p' -DDD)、 p,p' -滴滴伊(p,p' -DDE)、 p,p' -滴滴涕(p,p' -DDT)(纯度在 99.0%~99.6%),德国 Dr.Ehrenstorfer GmbH 公司。佛罗里硅土(Florisil)、乙二胺-*N*-丙基硅烷(PSA)、活性炭(北京 BESEP 公司)、Florisil 固相萃取柱(天津博纳艾杰尔公司)。乙腈、正己烷、丙酮(色谱纯,美国 Fisher 公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液的配制

分别称取六六六、滴滴涕标准品 0.01 g (精确至 0.0001 g),用正己烷溶解并定容至 10.0 mL,制得 1000 mg/L 的标准储备液,在 -20 °C 下背光储存。混合标准溶液:分别移取标准储备液 100 μ L 至 10 mL 容量瓶中,正己烷定容,配成 10 mg/L 混合标准溶液。基质混合标准工作溶液:用空白样品提取液配成不同浓度的基质匹配标准工作溶液,用于作标准工作曲线。基质混合标准工作溶液应现用现配。空白样品为六六六和滴滴涕无检出的大米样品。

1.2.2 样品前处理

取大米样品粉碎并混合均匀,准确称取 5.0 g (精确至 0.01 g) 样品于 50 mL 塑料离心管中,加入 10.0 mL 乙腈提取溶液,然后加入 6.0 g 无水氯化钠,手动充分振荡 3 min,低温超声 20 min,在 8000 r/min 条件下高速离心 5 min。

样品净化:取 3.0 mL 离心后的乙腈提取溶液于 10.0 mL 离心管中(内装有 100 mg PSA 净化吸附剂),充分涡旋 1 min,然后 6000 r/min 条件下高速离心 3

表 1 10 种有机氯农药的化学名称、分子式及结构式
Table 1 Chemical names, formulas and structures of 10 organochlorine pesticides

农药	化学名称	英文简写	分子式	结构式
α -六六六	α -1,2,3,4,5,6-六氯环己烷	α -HCH	C ₆ H ₆ Cl ₆	
β -六六六	β -1,2,3,4,5,6-六氯环己烷	β -HCH	C ₆ H ₆ Cl ₆	
γ -六六六	γ -1,2,3,4,5,6-六氯环己烷	γ -HCH	C ₆ H ₆ Cl ₆	
δ -六六六	δ -1,2,3,4,5,6-六氯环己烷	δ -HCH	C ₆ H ₆ Cl ₆	
<i>o,p'</i> -滴滴滴	1-(2-氯苯基)-1-(4-氯苯基)-2,2-二氯乙烷	<i>o,p'</i> -DDD	C ₁₄ H ₁₀ Cl ₄	
<i>o,p'</i> -滴滴伊	1-(2-氯苯基)-1-(4-氯苯基)-2,2-二氯乙烯	<i>o,p'</i> -DDE	C ₁₄ H ₈ Cl ₄	
<i>o,p'</i> -滴滴涕	1-(2-氯苯基)-1-(4-氯苯基)-2,2,2-三氯乙烷	<i>o,p'</i> -DDT	C ₁₄ H ₉ Cl ₅	
<i>p,p'</i> -滴滴滴	2,2-双(对氯苯基)-1,1-二氯乙烷	<i>p,p'</i> -DDD	C ₁₄ H ₁₀ Cl ₄	
<i>p,p'</i> -滴滴伊	1,1-双(对氯苯基)-2,2-二氯乙烯	<i>p,p'</i> -DDE	C ₁₄ H ₈ Cl ₄	
<i>p,p'</i> -滴滴涕	1,1-双(4-氯苯基)-2,2,2-三氯乙烷	<i>p,p'</i> -DDT	C ₁₄ H ₉ Cl ₅	

min, 取 2.0 mL 氮气吹干, 正己烷定容至 1.0 mL, 过 0.25 μ m 有机滤膜后上机检测。

1.2.3 仪器条件

色谱柱: RTX-1ms(30 m $\times$ 0.25 mm, 0.25 μ m, 日

本岛津公司); 程序升温: 150 $^{\circ}$ C 保持 1 min, 然后以 6 $^{\circ}$ C/min 升温至 300 $^{\circ}$ C, 保持 19 min; 载气: 高纯氮气, 恒流模式, 流速为 1.0 mL/min; 进样口温度: 220 $^{\circ}$ C; 进样方式: 分流进样; 进样量: 1.0 μ L; 分流

比: 10:1; 检测器温度 320 °C。

2 结果和讨论

2.1 提取方式的选择

实验使用乙腈作为提取溶液, 在样品前处理步骤中, 振荡提取、均质提取和超声波辅助提取是三种传统常用的提取方法。其中振荡提取能够使提取溶液充分浸润样品, 但是消耗时间较长, 一般需要 40~60 min 才能取得较好的效果。实验以快速提取为原则, 比较了均质提取和超声波辅助提取的差异, 两种方式均取得较为理想的效果; 但以均质方式提取样品时, *p,p'*-DDE 的回收率仅有 60%, 故实验选择超声波辅助提取方式。仪器设备较为简单, 容易操作, 所需时间小于 30 min。

2.2 盐的选择

确定了提取溶液和提取方式, 实验还比较了盐的加入对提取效果的影响。在未加入盐时, 六六六和滴滴涕的提取回收率在 65.85%~84.20%之间, 其中 β -六六六的回收率只有 65.85%; 当加入 6 g 无水氯化钠时, 六六六和滴滴涕的提取效果均得到明显改善 (图 1), 回收率在 92.87%~107.79%之间。

2.3 分散净化填料的选择

分散固相萃取方法是在固相萃取方法的基础上发展起来的快速净化方法, 它使用 GCB、PSA 和 C_{18} 等固相吸附剂直接分散于样品提取溶液中, 通过充分的接触去除溶液中的色素、脂肪酸、糖等基质共萃取物和杂质^[12-14]。实验对分散净化剂的种类和用量进

行优化, 选择活性炭、PSA 和弗罗里硅土三种净化剂。在大米样品中添加 10 种有机氯农药混标, 按照 1.2 的实验方法, 当使用不同种类净化剂时, 考察有机氯农药的回收率变化, 结果见图 2。活性炭的使用量为 20 mg 时, 10 种有机氯农药的回收率在 74.48%~82.65%之间; 然而其使用量增加到 100 mg 时, 目标分析物的回收率均小于 50%。弗罗里硅土的使用量为 50 和 100 mg 时, 均产生了理想的提取效果, 回收率在 82.08%~112.96%之间; PSA 的使用量为 50 和 100 mg 时, 同样也增加了提取效率, 所有目标分析物的回收率在 91.09%~104.29%之间。使用 PSA 净化的样品基质干扰更小, 净化效果优于弗罗里硅土, 所以实验选择 PSA 作为分散固相萃取的净化剂。进一步优化 PSA 的使用量发现, 即使增加到 300 mg 的使用量, PSA 也不会对目标分析物产生吸附作用, 实验选择 PSA 的用量为 100 mg。

2.4 方法的线性范围与检出限

在 1.2 条件下, 10 种有机氯农药取得良好分离效果 (图 3)。使用大米空白样品提取溶液作为基质匹配标准溶液的稀释液, 将 10 mg/L 的混合标准液逐级稀释至浓度为 0.100、0.050、0.010、0.005、0.002 mg/L 的基质匹配混合标准溶液进行测定, 以六六六和滴滴涕的质量浓度对相应的峰面积绘制标准曲线, 求得线性方程及相关系数。六六六和滴滴涕的线性关系良好, 相关系数 R^2 大于 0.99。以 $S/N=3$ 计算方法中各种有机氯农药的检出限 (LOD), 以 $S/N=10$ 计算方法中各种有机氯农药的定量限 (LOQ), 详见表 2。

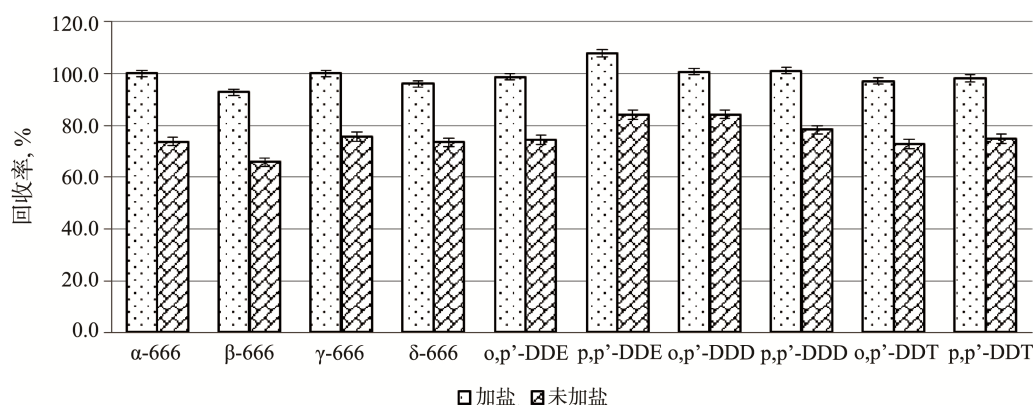


图 1 盐的使用对六六六和滴滴涕提取效果的影响

Fig. 1 The effect of the usage of salt on the extraction of hexachlorocyclohexane (HCH) and dichlorodiphenyltrichloroethane (DDT)

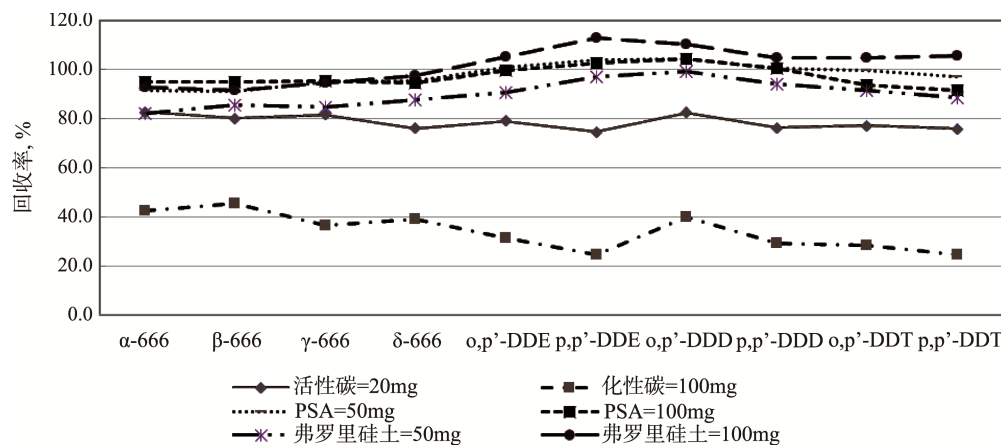


图 2 不同吸附剂对六六六和滴滴涕提取效果的影响

Fig. 2 The effect of different sorbents on the extraction of hexachlorocyclohexane (HCH) and dichlorodiphenyl-trichloroethane (DDT)

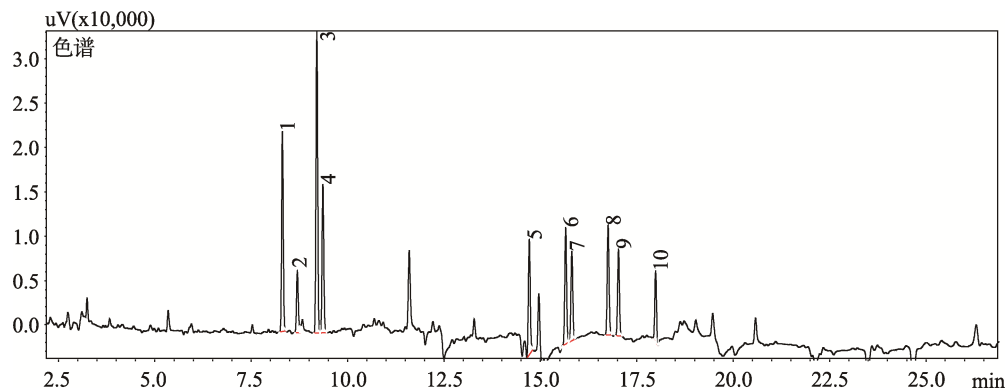


图 3 10 种有机氯农药基质匹配标准溶液(0.01 mg/kg)的色谱图

(1- α -六六六; 2- β -六六六; 3- γ -六六六; 4- δ -六六六; 5- o,p' -滴滴伊; 6- p,p' -滴滴伊; 7- o,p' -滴滴涕; 8- p,p' -滴滴涕; 9- o,p' -滴滴涕; 10- p,p' -滴滴涕)

Fig. 3 The chromatogram of the 10 organochlorine pesticides matrix-match standard solutions (0.01 mg/kg)
(1- α -HCH; 2- β -HCH; 3- γ -HCH; 4- δ -HCH; 5- o,p' -DDE; 6- p,p' -DDE; 7- o,p' -DDD; 8- p,p' -DDD; 9- o,p' -DDT; 10- p,p' -DDT)

表 2 10 种有机氯农药的线性范围、相关系数、检出限和定量限

Table 2 Linear equations, correlation coefficients, limit of detection (LOD) and limit of quantitation (LOQ) of 10 organo-chlorine pesticides matrix-match standard solutions					
序号	农药名称	线性方程	R^2	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)
1	α -666	$Y = 4835.37X + 10547.83$	0.998	0.0002	0.0007
2	β -666	$Y = 1473.05X + 3302.65$	0.999	0.0007	0.0023
3	γ -666	$Y = 6814.46X + 22073.60$	0.997	0.0001	0.0004
4	δ -666	$Y = 3788.90X + 9175.09$	0.999	0.0003	0.0010
5	o,p' -DDE	$Y = 2824.45X + 8455.49$	0.998	0.0003	0.0010
6	p,p' -DDE	$Y = 3360.52X + 4421.26$	0.999	0.0004	0.0014
7	o,p' -DDD	$Y = 2388.81X + 6189.10$	0.998	0.0004	0.0014
8	p,p' -DDD	$Y = 3099.50X + 5955.89$	0.999	0.0004	0.0014
9	o,p' -DDT	$Y = 2301.93X + 3819.96$	0.999	0.0006	0.0019
10	p,p' -DDT	$Y = 1914.10X + 1999.27$	0.998	0.0005	0.0018

2.5 回收率和精密度实验

为考察方法的准确度,按照 1.2 所确定的方法,在相应线性范围内进行了三个水平的添加回收率试验,每个水平做 5 个平行样品测定,大米中六六六和滴滴涕的平均回收率均在 84.10%~111.43%之间(详见表 3),各目标分析物的相对标准偏差(RSD)均小于 10%。

2.6 实际样品分析

为了验证方法的可行性,应用实验建立的分散固相萃取的方法对市场上购买的 7 个大米样品进行上述 10 种有机氯农药的测定。为确保检测结果的准确性,使用标准方法^[15]进行上述 7 个大米样品中有机氯农药残留量的测定,分散固相萃取方法的检测结果与标准方法的检测结果完全一致,7 个大米样品中 10 种有机氯农药均无检出(表 4)。

表 3 大米中六六六和滴滴涕添加实验的平均回收率和相对标准偏差
Table 3 Average spiked recoveries and relative standard deviations (RSD) of HCH and DDT in rice

序号	农药名称	添加浓度 0.002 mg/kg	添加浓度 0.005 mg/kg	添加浓度 0.010 mg/kg
		平均回收率(RSD, n=5)%	平均回收率(RSD, n=5)%	平均回收率(RSD, n=5)%
1	α -666	108.75(7.53)	86.08(7.91)	94.61(6.39)
2	β -666	96.93(3.85)	97.30(6.87)	108.37(3.74)
3	γ -666	107.25(4.90)	89.61(8.00)	98.19(3.41)
4	δ -666	105.21(6.33)	88.52(7.54)	96.03(3.63)
5	o,p' -DDE	94.80(7.44)	94.19(4.61)	84.10(5.18)
6	p,p' -DDE	95.74(6.88)	90.87(8.82)	95.93(3.54)
7	o,p' -DDD	103.22(5.66)	101.33(7.31)	105.25(3.25)
8	p,p' -DDD	104.27(5.65)	91.95(9.23)	99.46(6.97)
9	o,p' -DDT	98.63(7.58)	86.09(6.09)	90.07(5.25)
10	p,p' -DDT	111.43(5.81)	87.92(4.08)	88.81(3.74)

表 4 实际大米样品检测结果
Table 4 Determination results of real rice samples

农药名称	大米编号														MRL mg/kg
	Rice 1		Rice 2		Rice 3		Rice 4		Rice 5		Rice 6		Rice 7		
	M 1	M 2	M1	M 2	M 1	M2	M1	M2	M 1	M2	M1	M2	M1	M2	
α -666	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.05
β -666	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	
γ -666	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	
δ -666	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	
o,p' -DDE	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.05
p,p' -DDE	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	
o,p' -DDD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	
p,p' -DDD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	
o,p' -DDT	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	
p,p' -DDT	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	

注: 1. M1 为本实验建立的分散固相萃取方法; M2 为标准方法^[15]。
2. N.D.表示未检出。
3. MRL(最大残留限量)为 GB 2763-2012 对大米中六六六和滴滴涕的残留限量规定: α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六含量之和; p,p' -滴滴涕、 o,p' -滴滴涕、 p,p' -滴滴伊和 p,p' -滴滴滴含量之和。

3 结 论

建立了超声辅助提取-气相色谱电子捕获检测器法测定大米中六六六和滴滴涕的残留量。样品的净化方法优化了 PSA 分散固相萃取,方法的灵敏度能满足国内外食品安全标准中对大米中六六六和滴滴涕的最大残留限量要求。在 0.002~0.10 mg/kg 的添加水平,六六六和滴滴涕的平均回收率在 84.10%~111.43% 之间,相对标准偏差 ($n=5$) 在 3.41%~9.23% 之间,检出限在 0.0001~0.0007 mg/kg 之间。分散固相萃取方法有良好的净化效果,且能够满足快速检测的需求,成本较低,较适用于在基层企业进行推广。

参考文献

- [1] Nakata H, Kawazoe M, Arizono K, *et al.* Organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyl residues in foodstuffs and human tissues from China: status of contamination, historical trend, and human dietary exposure [J]. Arch Environ Contam Toxicol, 2002, 43(4): 473–480.
- [2] 赵云峰, 吴永宁, 王绪卿, 等. 中国居民膳食中农药残留的研究[J]. 中华流行病学杂志, 2003, 24(8): 661–664.
Zhao YF, Wu YN, Wang XQ, *et al.* Study on dietary pesticide residues in Chinese residents [J]. Chin J Epidemiol, 2003, 24(8): 661–664.
- [3] Shi LL, Shan ZJ, Kong DY, *et al.* The health and ecological impacts of organochlorine pesticide pollution in China: bioaccumulation of organochlorine pesticides in human and fish fats [J]. Hum Ecol Risk Assess, 2006, 12(2): 402–407.
- [4] 张会群. ECD-气相色谱法测定大米中的六六六、滴滴涕[J]. 广西轻工业, 2009, 25(2): 24, 33.
Zhang HQ. Determination of HCH and DDT in Rice by GC-ECD [J]. Guangxi J Light Ind, 2009, 25(2): 24, 33.
- [5] 凌东辉, 钟春霞, 李兰芳, 等. 固相萃取-毛细管柱测定大米、茶叶中的有机氯农药残留[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(6): 1048–1050.
Ling DH, Zhong CX, Li LF, *et al.* Determination of organochlorine pesticide residues in foods by solid phase extraction capillary column gas chromatography [J]. Chin J Health Lab Technol, 2008, 18(6): 1048–1050.
- [6] 张伟国, 储晓刚, 李重九. 气相色谱/离子阱质谱-选择离子方法同时检测大米中百种农药残留[J]. 分析化学, 2006, 34(4): 484–488.
- [7] 籍学伟, 周刚. GC-MS 法测定大米中十种有机氯农药的残留[J]. 北方药学, 2008, 5(3): 3–5.
Ji XW, Zhou G. Determination of the residues of ten organic-chlorine pesticide in rice with GC-MS [J]. J North Pharm, 2008, 5(3): 3–5.
- [8] 林黛琴, 万承波. 气相色谱法测定大米中有机氯农药残留量[J]. 江西化工, 2007, 3: 67–71.
Lin DQ, Wan CB. Determination of organochlorine pesticides residue in rice by gas chromatography-electron capture detection [J]. J Jiangxi Chem, 2007, 3: 67–71.
- [9] 刘芃岩, 刘庆学, 马育松, 等. 大米中多种残留农药的固相萃取-气相色谱-质谱分析[J]. 色谱, 2006, 24(3): 228–234.
Liu PY, Liu QX, Ma YS, *et al.* Analysis of pesticide multiresidues in rice by gas chromatography-mass spectrometry coupled with solid phase extraction [J]. Chin J Chromatogr, 2006, 24(3): 228–234.
- [10] 聂鲲. 大米中 28 种有机氯及拟除虫菊酯农药残留 GC-ECD 测定[J]. 食品工业科技, 2012, 33(7): 347–349.
Nie Q. Determination of 28 kinds of organochlorine and pyrethroid pesticides residues in rice by GC-ECD [J]. Sci Technol Food Ind, 2012, 33(7): 347–349.
- [11] Chen SB, Shi LL, Shan ZJ, *et al.* Determination of organochlorine pesticide residues in rice and human and fish fat by simplified two-dimensional gas chromatography [J]. Food Chem, 2007, 104(3): 1315–1319.
- [12] Hou X, Han M, Dai XH, *et al.* A multi-residue method for the determination of 124 pesticides in rice by modified QuEChERS extraction and gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Chem, 2013, 138(2): 1198–1205.
- [13] Koesukwiwat U, Lehotay SJ, Mastovska K, *et al.* Extension of the QuEChERS method for pesticide residues in cereals to flaxseeds, peanuts, and doughs[J]. J Agric Food Chem, 2010, 58(10): 5950–5958.
- [14] Koesukwiwat U, Lehotay SJ, Miao S, *et al.* High throughput analysis of 150 pesticides in fruits and vegetables using QuEChERS and low-pressure gas chromatography-time-of-flight mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2010, 1217(43): 5950–5958.

6692-6703.

- [15] NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定[S].

NY/T 761-2008 Pesticide multiresidue screen methods for determination of organophosphorous pesticides, organochlorine pesticides, pyrethroid pesticides and carbamate pesticides in vegetables and fruits [S].

(责任编辑: 张宏梁)

作者简介



史晓梅, 中粮营养健康研究院食品质量与安全中心研究专员, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: wangx@clovertex.com



杨永坛, 中粮营养健康研究院副总工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: wangx@clovertex.com

“食品病原微生物研究”专题征稿

食品安全一直是困扰各国的世界性公共卫生问题, 在众多食品安全相关项目中, 微生物及其产生的各类毒素引发的污染备受关注, 食源性病原微生物的危害一直是食品安全关注的焦点之一, 微生物污染造成的食源性疾病是世界食品安全中最突出的问题。常见的食源性病原体主要包括细菌、病毒、寄生虫等, 其中病原细菌如沙门菌、副溶血性弧菌、金黄色葡萄球菌、大肠杆菌、单核细胞增生性李斯特菌等, 病毒如诺瓦克病毒、肝炎病毒、轮状病毒等。食源性病原体的种类仍在增加, 对食品安全以及人类自身健康已经构成了不容忽视的威胁。

鉴于此, 本刊特别策划了“食品病原微生物研究”专题, 由扬州大学的焦新安教授担任专题主编, 围绕**食品病原微生物的研究进展、食品病原微生物快速检测研究、食品病原微生物危险性评估、食源性微生物的监测分析**等或您认为本领域有意义的问题进行论述, 计划在 2014 年 6 月份出版。

本刊编辑部及焦新安教授特邀请各位专家为本专题撰写稿件, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。综述、实验报告、研究论文均可, 请在 **2014 年 5 月 31 日**前通过网站或 E-mail 投稿。我们将快速处理并优先发表。

感谢您的参与和支持!

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.com

Email: tougao@chinafoodj.com

《食品安全质量检测学报》编辑部