

QuEChERS-气相色谱法检测大米中 28 种 农药残留量

董伟峰¹, 杨春光¹, 徐凤敏¹, 吴远高², 李妍¹, 王法众³, 刁文婷⁴, 马嗣同¹,
田苗¹, 曹际娟^{1*}

(1. 辽宁出入境检验检疫局, 大连 116001; 2. 塔城出入境检验检疫局, 塔城 834700;
3. 中粮日清(大连)有限公司, 大连 116610; 4. 通标标准技术服务有限公司大连分公司, 大连 116601)

摘要: **目的** 采用 QuEChERS 法净化-气相色谱法检测大米中 28 种菊酯及有机氯类农药残留量。**方法** 补水还原的方法加入去离子水将样品的含水率模拟至大致 75%(5 g 样品+12 mL 水), 选取无水硫酸镁、PSA、C18 作为吸附剂, 根据称样量确定 3 种吸附剂的量为 150 mg: 25 mg: 25 mg。提取净化后的大米用气相色谱-ECD 检测。**结果** 待测物质在 0.01~2.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内呈良好的线性关系(r 为 0.9735~0.9991), 28 种农药加标回收率为 71.1%~116.8%, 精密度为 4.1%~15.2%。该方法的检测低限可达 0.01~0.10 mg/kg。**结论** 此法完全可满足日常进出口大米农残检验工作, 同其他方法相比具有节能环保、操作简单、节约成本、省时高效的特点。

关键词: 大米; QuEChERS 法; 气相色谱法

QuEChERS-gas chromatography method for detection of 28 kinds of pesticide residues in rice

DONG Wei-Feng¹, YANG Chun-Guang¹, XU Feng-Min¹, WU Yuan-Gao², LI Yan¹, WANG Fa-Zhong³,
DIAO Wen-Ting⁴, MA Si-Tong¹, TIAN Miao¹, CAO Ji-Juan^{1*}

(1. Liaoning Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Dalian 116001, China; 2. Tacheng Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Tacheng 834700, China; 3. COFCO Nisshin (Dalian) Co. Ltd., Dalian 116610, China; 4. SGS-CSTC Standards Technical Services Co. Ltd., Dalian 116601, China)

ABSTRACT: Objective To detect 28 kinds of pesticide residues in rice by QuEChERS-gas chromatography method. **Methods** The percentage of moisture of samples were analog to about 75% (5 g sample +12 mL water), by adding deionized water based on the method of replenishment reduction. The anhydrous magnesium sulfate, PSA, and C18 were selected as adsorbent, and the amount of the three adsorbent was determined as 150 mg:25 mg:25 mg. Extraction of rice after purification were detected by gas chromatography with ECD detection. **Results** It showed a good linear relationship of material in 0.01~2.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ($r=0.9735\sim0.9991$). The recoveries of 28 kinds of pesticide were 71.1%~116.8%, with the precision of 4.1%~15.2%. The limit of detection could reach 0.01~0.10 mg/kg. **Conclusion** This method could meet the daily inspection work of import and export of rice residue. Compared to other methods, it had the characteristics of energy saving and

基金项目: 国家质检总局科技计划项目(2010IK134)

Fund: Supported by the Scientific and Technological Project of the General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China (2010IK134)

*通讯作者: 曹际娟, 研究员, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: cjj0909@163.com

*Corresponding author: CAO Ji-Juan, Professor, Technical Center of Liaoning Entry-Exit Inspection & Quarantine Bureau, No.60, Changjiang East Road, Zhongshan District, Dalian 116001, Liaoning Province, China. E-mail: cjj0909@163.com

environmental protection, simple operation and cost saving, time saving, and high efficiency.

KEY WORDS: rice; QuEChERS method; gas chromatography

1 引言

美国农业部发布的最新报告显示, 2014 至 2015 年度全球大米产量将达到创纪录的 4.807 亿吨(成品米), 东亚仍是全球头号大米生产区, 产量将达到创纪录的 1.588 亿吨。中国大米产量将达到创纪录的 1.44 亿吨, 约占全球份额的 1/3。进口量和出口量分别为 320 万吨和 200 万吨^[1]。大米作为国人最主要的食物在日常生活中有着极其重要且不可替代的作用, 人年均消费量在 140 kg 以上, 约占口粮消费的 63% 以上^[2]。由于水稻生长在温暖、潮湿的环境中, 病虫害和杂草众多, 为了保证产量种植者施用大量的农药, 不仅造成环境污染而且直接影响大米的食用安全, 威胁人们健康。

田间使用最多的就是有机磷类、菊酯类的农药, 有机氯类农药虽然现如今已被禁止使用和销售, 但由于其本身的衰减缓慢可以通过过去施用过此药的土壤污染水稻, 所以经常可以在大米中检出。大米中菊酯和有机氯的检测有气相色谱法(GC)、液相色谱法(HPLC)、液质联用法(LC-MS-MS)和气质联用法(GC-MS)。净化和提取则采用固相萃取(SPE)、固相微萃取(SPME)、凝胶渗透色谱(GPC)、液液萃取(LLE)以及 QuEChERS 法。气质联用仪和液质联用仪可以同时检测几十种甚至上百种农药, 但由于价格昂贵、操作复杂, 在日常检测中很少采用。液液萃取消耗大量有机溶剂既不环保也不节俭。GPC 只能去除油脂和色素类杂质对于大米基质中其它内源性杂质则没什么作用。固相萃取净化效果很好但效率不高、耗时长、所需溶剂多^[3,4]。目前实验室日常对于大米中菊酯类农药的检测多采用的是 GB/T 5009.110-2003^[5], 用乙腈提取氧化铝小柱净化气相色谱仪 ECD 检测器检测。有机氯类农药的检测多采用的是 GB/T 5009.146-2008^[6], 用乙腈提取弗罗里硅土小柱净化气相色谱仪 ECD 检测器检测。2003 年美国科学家发明了一种取代了固相萃取小柱提取净化的新的样品前处理技术-QuEChERS 方法^[7]。经过十多年的发展, 该法已经在世界各国得到了广泛的应用, 2006 年欧

盟委员会制定了相应的 SANCO 操作指南^[8]。我国也已经有了采用此法标准: NY/T1380-2007^[9]。

目前, 有超过 200 种农药残留可用 QuEChERS 方法分析, 其中包括含脂肪的体系^[10]。在粮谷、蔬菜、水果、鱼肉、蜂蜜、枸杞、茶叶、牛奶、葡萄酒、土壤中农药残留检测的样品前处理过程中都有广泛的应用^[11-19], 在粮谷中的应用报道不是很多, 主要是因为 QuEChERS 法最初是为含水率大于 75% 的样品(多为蔬菜水果)所设计。本研究采取针对大米样品的特点优化 QuEChERS 方法中各吸附剂的种类及配比, 同时一次性提取净化大米中 28 种菊酯及有机氯类农药后采用气相色谱 ECD 检测, 建立一套环保、低廉、简便、高效的检测大米中 28 种农药的方法。

2 材料与方法

2.1 材料与试剂

材料: 大米(黑龙江五常当年新米); C₁₈ 固相分散净化剂(60 μm, 美国安捷伦公司); PSA 固相分散净化剂(40 μm, 美国安捷伦公司); 硫酸镁(分析纯); 氯化钠(分析纯)。聚四氟乙烯离心管 50 mL 和 2 mL。

试剂: 乙腈(色谱纯, 美国 Fisher 公司); 28 种农药标准品: 纯度 92.1 %~99.9 % (均购自德国 Dr.公司)。

标准储备液的配制: 分别准确称取 28 种农药(精确到 0.1 mg)的标准品, 用正己烷溶解配制成质量浓度均为 1000 μg/mL 的单标准储备液, 4 °C 冰箱中避光保存。

标准工作液的配制: 根据检测要求用正己烷将储备液逐级稀释, 将 28 种农药共分 3 组, 其中氟丙菊酯、氰氟草酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯为第 1 组, 配制质量浓度分别为 0.1、0.5、1.0、1.5、2.0 μg/mL 混合标准工作溶液, 供作标准曲线。七氟菊酯、腐霉利、联苯菊酯、三氟氯氰菊酯、氟氯氰菊酯、氟胺氰菊酯为第 2 组; 16 种有机氯农药为第 3 组。分别配制质量浓度分别为 0.02、0.05、0.10、0.20、0.50 μg/mL 混合标准工作溶液, 供作标准曲线。

2.2 仪器与设备

气相色谱仪(微池 ECD)6890(美国安捷伦公司); 电子天平(AE260, 瑞士梅特勒公司); 离心机(Z-323k, 德国赫默公司); 离心机(1-14, 美国西格玛公司); 涡旋混合器(MS3, 美国 IKA 公司)。

2.3 实验方法

2.3.1 色谱条件和质谱条件

拟虫菊酯类农药气相色谱条件: 色谱柱: HP-35 石英毛细管柱(30 m × 0.32 mm, 25 μm); 载气: 氮气, 纯度 ≥ 99.99 %, 流速 1.8 mL/min; 色谱柱温度: 100 °C 保持 1 min, 以 30 °C/min 上升至 280 °C, 保持 15 min; 检测器温度: 300 °C; 进样口温度: 250 °C; 进样量: 1 μL; 进样方式: 不分流进样。

有机氯类农药气相色谱条件: 色谱柱: HP-5 石英毛细管柱(30 m × 0.32 mm, 0.25 μm); 载气: 氮气, 纯度 ≥ 99.99 %, 流速 1.5 mL/min; 色谱柱温度: 80 °C 保持 1 min, 以 30 °C/min 上升至 280 °C, 保持 3 min; 检测器温度: 300 °C; 进样口温度: 250 °C; 进样量: 1 μL; 进样方式: 不分流进样。

2.3.2 样品处理

分别称取 5 g 经均质器捣碎的大米样品, 置于 50 mL 的离心管中, 加入 12 mL 去离子水混合均匀, 加 10 mL 乙腈, 涡旋混合 2 min, 加入 4 g 无水硫酸镁和 1 g 氯化钠后再次涡旋混合 2 min, 然后于 4000 r/min 下离心 5 min。

2.3.3 样品净化

取上清液 1 mL 置于预先装有 150 mg 硫酸镁、25 mg PSA、25 mg C18 的 2 mL 的离心管中, 涡旋混合 2 min, 然后于 4 °C 5000 r/min 下离心 5 min。上清液装入自动进样瓶中, 待气相色谱检测。

3 结果与分析

3.1 提取溶剂的选择

因为 QuEChERS 法最初是为含水率大于 75% 的样品(多为蔬菜水果)所设计。本研究采取针对大米样品含水率低(当年新米含水率 18% 左右)的特点, 采取补水还原的方法加入去离子水将样品的含水率模拟至大致 75%(5 g 样品+12 mL 水)以适合 QuEChERS 法。

GB/T 5009.110-2003 和 GB/T 5009.146-2008 法中用来提取大米的溶剂是石油醚, 石油醚具有毒性小、易挥发、脂溶性强、极性弱的特点。本研究的有

机氯和菊酯类农药是弱极性到中等极性的农药, 而大米是含有大量淀粉、蛋白质和脂肪的样品。乙腈作为最适合萃取宽范围极性农药多残留物的溶剂, 用其提取可避免基质中的蜡质、脂肪和一些亲脂性色素的干扰, 还兼具沉淀蛋白的作用, 所以大大减少了提取液中的杂质。而 QuEChERS 法又没有旋转蒸发的步骤, 且乙腈消耗量小、又在密闭系统中操作, 其毒性可以忽略不计, 所以综合考虑最后选取乙腈作为最佳提取溶剂。

3.2 QuEChERS 吸附剂的选择和优化

QuEChERS 的吸附剂主要为弗罗里硅土、中性氧化铝、活性炭、PSA、C18、无水硫酸镁、氯化钠、缓冲剂等粉末。弗罗里硅土、中性氧化铝作为强极性吸附剂, 无法去除提取液中的脂类、糖类杂质, 活性炭通常作为去除蔬菜水果提取液中的色素成分, 特别是胡萝卜素, 但是对平面结构的农药化合物具有强烈的吸附作用^[20,21]。PSA 能够清除许多极性基质成分, 如来自样品共萃取物中的脂肪酸、某些极性亲脂性色素和糖类, 而对农药残留物无吸附作用。所以对于大米这样含有大量淀粉、蛋白质和脂肪的样品是最合适的。加入 C18 可以去除多余的影响分析的油脂、糖类亲脂性杂质, 对 PSA 是较好的补充。无水硫酸镁是吸水剂, 在吸水的同时放热, 使得萃取液的温度更适合农药的萃取。氯化钠在水相与有机相萃取时起盐析作用, 增加萃取效率但没有除水作用。缓冲剂是在样品中存有敏感性农药时, 为了最大程度地降低碱性敏感农药残留物的降解, 以提高其回收率而加入的一种保护剂。

最后选取无水硫酸镁、PSA、C18 作为本法的吸附剂, 根据称样量确定 3 种吸附剂的量为 150 mg:25 mg:25 mg。

经气相色谱-质谱联用仪测定检测谱图见图 1~4。

3.3 方法学验证

3.3.1 线性关系

取不同浓度的 28 种拟除虫菊酯类和有机氯类农药标准溶液混标, 进样浓度为 0.01~0.50 μg/mL, 即相当于检测样品 0.01~0.50 mg/kg, 以各个组分的峰面积(Y)相对的质量浓度(X)作标准曲线。结果表明, 待测物质在 0.01~2.00 μg/mL 范围内呈良好的线性关系(r 为 0.9735~0.9991), 可以满足定量分析的需要。

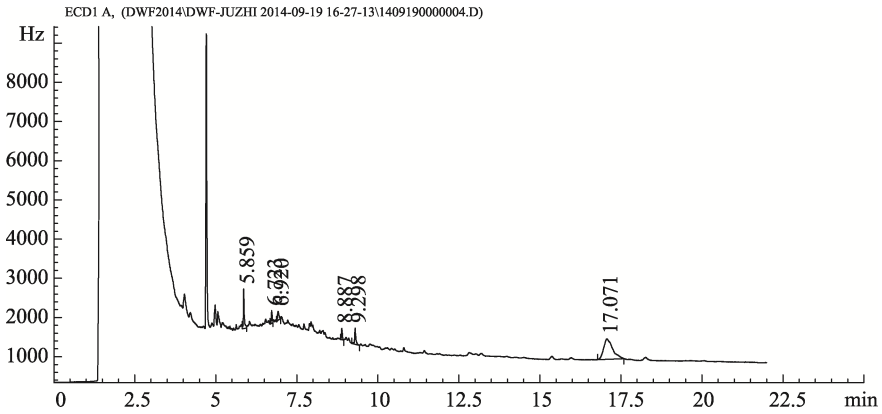


图 1 样品(大米)空白
Fig. 1 Sample (rice) blank

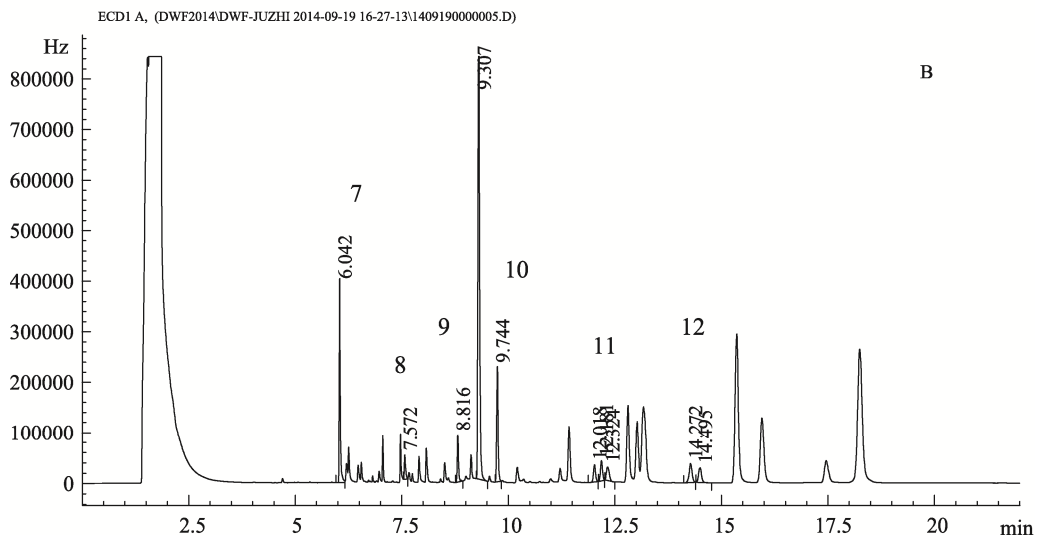
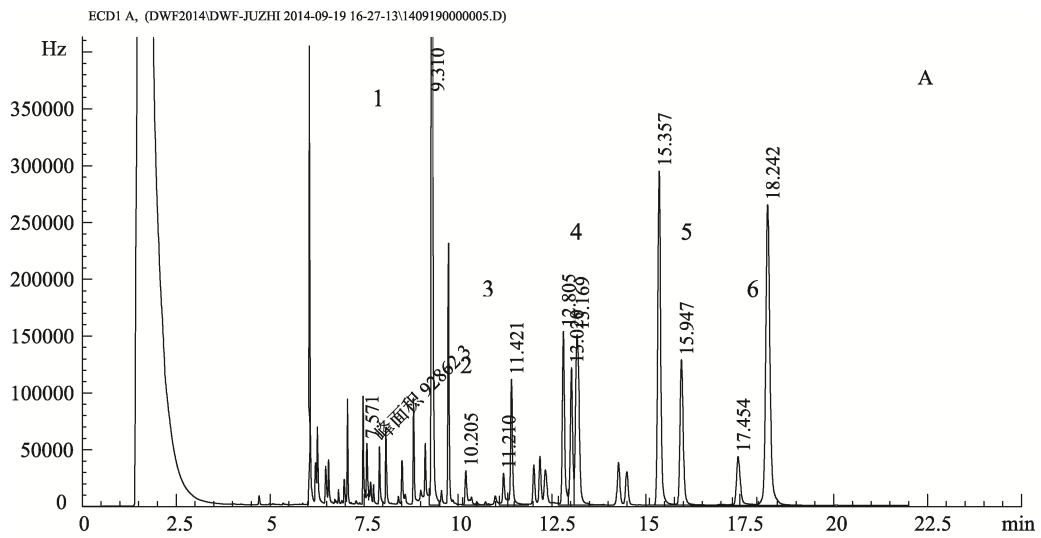


图 2 大米中添加 12 种拟除虫菊酯农药标准溶液气相色谱图(添加水平 0.1 mg/kg)

Fig. 2 Gas chromatography of rice with 12 kinds of pyrethroid standard solution (0.1 mg/kg)
 1: 氟丙菊酯; 2: 氰氟草酯; 3: 氯菊酯; 4: 氯氰菊酯; 5: 氰戊菊酯; 6: 溴氰菊酯; 7: 七氟菊酯; 8: 腐霉利;
 9: 联苯菊酯; 10: 三氟氯氰菊酯; 11: 氟氯氰菊酯; 12: 氟胺氰菊酯

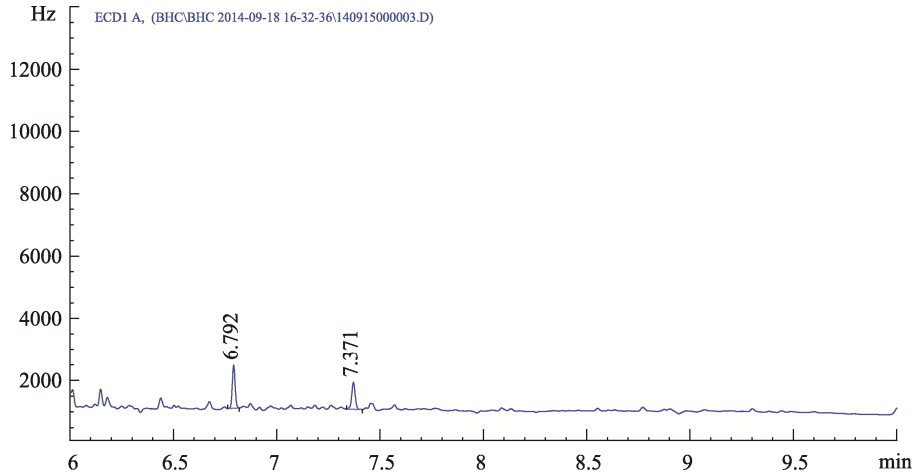


图 3 样品(大米)空白

Fig. 3 Sample(rice) blank

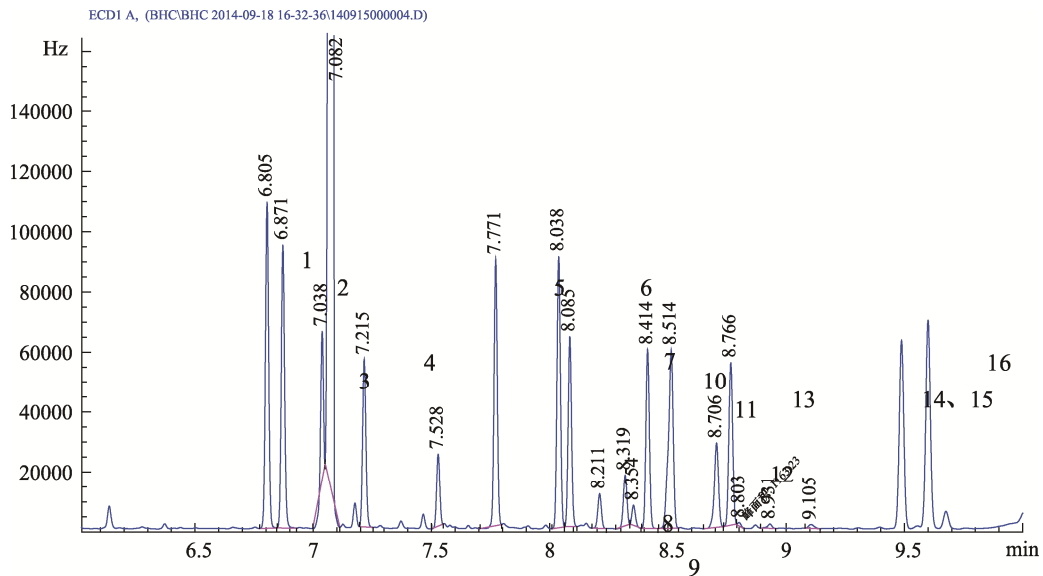


图 4 大米中添加 16 种有机氯农药标准溶液气相色谱图(添加水平 0.01mg/kg)

Fig.4 Gas chromatography of rice with 16 kinds of organic chlorine pesticide standard solution (0.01 mg/kg)

1: α -六六六; 2: 六氯苯; 3: γ -六六六; 4: 五氯硝基苯; 5: δ -六六六; 6: 七氯; 7: 艾氏剂; 8: 环氧七氯; 9: 1,2,3 氯丹; 10: α -硫丹; 11: p,p' -DDE; 12: 狄氏剂; 13: 异狄氏剂; 14、15: p,p' -DDD、 β -硫丹; 16: p,p' -DDT

3.3.2 回收率、精密度和检测低限

在空白大米样品中添加不同水平的混合标准溶液,按照本文 2.3.2 步骤进行回收率实验,每个添加浓度平行重复 6 次,测定精密度,结果显示 28 种农药加标回收率为 71.1%~116.8%,精密度为 4.1%~15.2%。回收率和精密度均满足检测要求。在 0.01 mg/kg 的添加水平上,有 22 种农药的仪器信噪比均大于 10,确定该方法的检测低限可达 0.01 mg/kg。在

0.1 mg/kg 的添加水平上,有 6 种农药(氟丙菊酯、氟氟草酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯)的仪器信噪比均大于 10,确定该方法的检测低限可达 0.1 mg/kg。可满足日常进出口检验工作的需要。

4 结 论

本研究建立了大米中 28 种农药的 QuEChERS-

表 1 线性关系、相关系数和标准加入回收率
Table 1 Linear equations, correlation coefficients and recoveries of 26 kinds of pesticides in rice

续表 1

农药	相关系数	线性范围 ($\mu\text{g/mL}$)	添加水平 (mg/kg)	平均回收率 (%, $n=6$)	RSD (%, $n=6$)
氟丙菊酯 Acrinathrin	0.9887	0.1~2	0.1	99.9	11.2
			0.5	105.6	10.4
			1.0	103.3	9.6
氰氟草酯 Cyhalofop-butyl	0.9789	0.1~2	0.1	111.2	6.5
			0.5	103.9	7.3
			1.0	99.1	4.1
氯菊酯(I、II) Permethrin	0.9952	0.1~2	0.1	105.5	7.8
			0.5	98.4	8.5
			1.0	99.6	6.8
氯氰菊酯 (I、II、III) Cypermethrin	0.9965	0.1~2	0.1	115.2	12.4
			0.5	97.7	9.8
			1.0	101.5	8.1
氰戊菊酯 (I、II) Fenvalerate	0.9965	0.1~2	0.1	91.7	6.9
			0.5	97.7	8.9
			1.0	100.1	7.8
溴氰菊酯 (I、II) Deltamethrin	0.9876	0.1~2	0.1	92.2	11.8
			0.5	102.8	9.7
			1.0	99.5	14.1
七氟菊酯 Tefluthrin	0.9991	0.02~0.5	0.01	88.3	12.6
			0.05	101.1	9.9
			0.1	91.2	10.5
腐霉利 Procymidone	0.9962	0.02~0.5	0.01	77.6	11.8
			0.05	92.2	9.7
			0.1	83.1	8.3
联苯菊酯 Bifenthrin	0.9863	0.02~0.5	0.01	89.4	13.4
			0.05	93.3	11.6
			0.1	87.6	9.3
三氟氯氰菊酯 Cyhalothrin	0.9963	0.02~0.5	0.01	94.6	6.8
			0.05	98.4	8.5
			0.1	100.8	7.7
氟氯氰菊酯 (I、II、III) Cyfluthrin	0.9869	0.02~0.5	0.01	114.6	12.8
			0.05	105.7	9.5
			0.1	102.7	10.6
氟胺氰菊酯 (I、II) Fluvalinate	0.9833	0.02~0.5	0.01	116.8	15.2
			0.05	108.6	13.6
			0.1	100.9	9.6
α -六六六 α -BHC	0.9954	0.01~0.5	0.01	95.8	5.8
			0.05	97.8	7.9
			0.1	100.6	8.2
六氯苯 hexachlorobenzene	0.9735	0.01~0.5	0.01	78.6	11.6
			0.05	82.5	10.4
			0.1	87.1	10.7

农药	相关系数	线性范围 ($\mu\text{g/mL}$)	添加水平 (mg/kg)	平均回收率 (%, $n=6$)	RSD (%, $n=6$)
γ -六六六 γ -BHC	0.9826	0.01~0.5	0.01	72.4	8.4
			0.05	79.2	8.8
			0.1	80.5	7.5
五氯硝基苯 Quintozene	0.9972	0.01~0.5	0.01	117.3	9.2
			0.05	110.7	8.6
			0.1	105.3	8.8
δ -六六六 δ -BHC	0.9991	0.01~0.5	0.01	110.3	7.6
			0.05	105.8	6.3
			0.1	99.5	8.5
七氯 Heptachlor	0.9819	0.01~0.5	0.01	71.1	9.1
			0.05	83.6	6.5
			0.1	85.1	11.7
艾氏剂 Aldrin	0.9931	0.01~0.5	0.01	88.8	4.7
			0.05	93.6	7.1
			0.1	96.9	8.5
环氧七氯 Heptachlor epoxide	0.9894	0.01~0.5	0.01	89.6	5.6
			0.05	95.3	6.8
			0.1	87.9	7.5
氯丹-1,2,3 Chlordane	0.9952	0.01~0.5	0.01	83.2	7.7
			0.05	88.6	8.1
			0.1	90.4	7.1
α -硫丹 α -Endosulfan	0.9991	0.01~0.5	0.01	82.7	9.3
			0.05	88.4	11.2
			0.1	94.7	10.4
p,p' -滴滴伊 p,p' -DDE	0.9798	0.01~0.5	0.01	89.6	8.7
			0.05	95.7	11.5
			0.1	96.2	12.3
狄氏剂 Dieldrin	0.9917	0.01~0.5	0.01	98.8	6.6
			0.05	105.2	6.9
			0.1	89.6	8.4
异狄氏剂 Endrin	0.9941	0.01~0.5	0.01	78.5	6.8
			0.05	83.6	8.5
			0.1	90.4	7.9
p,p' -滴滴涕 p,p' -DDD	0.9911	0.01~0.5	0.01	105.5	13.1
			0.05	100.7	12.4
			0.1	108.5	9.9
β -硫丹 β -Endosulfan	0.9862	0.01~0.5	0.01	105.5	13.1
			0.05	100.7	12.4
			0.1	108.5	9.9
p,p' -滴滴涕 p,p' -DDT	0.9975	0.01~0.5	0.01	72.5	13.5
			0.05	79.4	12.4
			0.1	84.6	9.6

气相色谱检测方法。采取补水还原的方法加入去离子水,将含水率低的大米样品的含水率模拟至约75%,选取无水硫酸镁、PSA、C18作为吸附剂,3种吸附剂的量为150 mg:25 mg:25 mg。提取净化后的大米经气相色谱ECD检测,28种农药的检出限、回收率、精密度均令人满意,完全可满足日常进出口大米农残检验工作。此法同其他方法相比具有节能环保、操作简单、节约成本、省时高效的特点。

参考文献

- [1] FAO: 2014年中国稻米产量将增至20744亿吨[J]. 粮油加工(电子版), 2014, 7: 89-89.
FAO: 2014 China's rice production will increase to 2.0744 trillion tons [J]. Oils Proc (Electron Ed), 2014, 7: 89-89.
- [2] 赵祥梅, 董英, 王和生, 等. QUECHERS-气-质联用法检测大米中12种农药残留物[J]. 中国食品学报, 2010, 10(2): 214-220.
Zhao XM, Dong Y, Wang HS, *et al.* 12 kinds of QUECHERS-GC-MS detection of pesticide residues in rice [J]. J Chin Inst Food Sci Technol, 2010, 10 (2): 214-220.
- [3] 刘亚伟, 董一威, 孙宝利, 等. QUECHERS在食品中农药多残留检测的应用研究进展[J]. 食品科学, 2009, 30(9): 285-289.
Liu YW Dong YW, Sun BL, *et al.* Applied research and other QUECHERS residual pesticide in food testing progress [J]. Food Sci, 2009, 30 (9): 285-289.
- [4] 苏明明, 董振霖, 徐静, 等. QUECHERS法联合在线凝胶过滤色谱-气相色谱-质谱联用法快速测定鱼肉中16种农药残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(6): 1757-1764.
Su MM, DONG ZL, Xu J, *et al.* Determination of pesticide residues in fish by application of QuEChERS method coupled with online gel permeation chromatography-gas chromatography mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5 (6): 1757-1764.
- [5] GB/T 5009.110-2003 植物性食品中氯氰菊酯 氰戊菊酯和溴氰菊酯残留量的测定[S].
GB/T 5009.110-2003 Determination of cypermethrin fenvalerate and deltamethrin residues in food plants [S].
- [6] GB/T 5009.146-2008 植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留量的测定[S].
GB/T 5009.146-2008 Determination of organochlorine and pyrethroid pesticide multiresidues in food plants [S].
- [7] Anastassiades M, Lehotay SJ, Stajnbaher D, *et al.* Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and "dispersive solid-phase extraction" for the determination of pesticide residues in produce [J]. J AOAC Int, 2003, 86(2): 412-431.
- [8] CEN/TC 275, N 236, Draft. Food of plant origin-Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/(MS) following acetonitrile extraction/partitioning and cleanup by dispersive SPE-QuEChERS-method [S]. European Committee for Standardization, 2006.
- [9] NY/T1380-2007 蔬菜水果中51种农药多残留的测定气相色谱-质谱法[S].
NY/T1380-2007 51 kinds of pesticide residues in vegetables and fruits was determined by gas chromatography - mass spectrometry [S].
- [10] 赵祥梅, 董英, 王和生. QUECHERS法在农产品农药残留物检测中的应用研究进展[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(5): 952-954.
Zhao XM, Dong Y, Wang HS. Progress in application of QUECHERS method in the detection of pesticide residues in agricultural products in the Chinese [J]. J Health Lab Technol, 2008, 18(5): 952-954.
- [11] 杨永坛, 陈士恒, 史晓梅, 等. 气相色谱法快速测定茶叶中有机氯, 拟除虫菊酯和有机磷农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(8): 2500-2511.
Yang YT, Chen SH, Shi XM, *et al.* Rapid determination of tea organochlorine, pyrethroid and organophosphate [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5 (8): 2500-2511.
- [12] 董静, 宫小明, 张立, 等. QUECHERS-高效液相色谱法同时检测动物组织中的克球酚, 地克珠利和磺胺类药物残留量[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(1): 26-28.
Dong J, Gong XM, Zhang L, *et al.* The simultaneous detection of clopidol in animal tissues by QUECHERS- by high performance liquid chromatography [J]. J Health Lab Technol, 2008, 18 (1): 26-28.
- [13] 李莉, 江树人, 潘灿平, 等. 分散固相萃取-气相色谱-质谱方法快速净化测定枸杞中12种农药残留[J]. 农药学报, 2006, 8(4): 371-374.
Li L, Jiang SR, Pan CP, *et al.* Dispersive solid phase extraction - gas chromatography - mass spectrometry method for the rapid purification determination of 12 pesticide residues in lycium barbarum [J]. J Pestic Sci, 2006, 8 (4): 371-374.
- [14] 李文丹, 章虎, 郑灿灿, 等. 气相色谱法简便快速测定大米中21种有机磷农药残留量[J]. 浙江农业科学, 2010, 6: 1362-1367.
Li WD, Zhang H, Zheng CC, *et al.* Gas chromatography method is simple and rapid determination of the amount of 21 kinds of organophosphorus pesticide residue in rice [J]. Zhejiang Agr Sci,

- 2010, 6: 1362–1367.
- [15] 陈舒舒, 许凯, 徐彦军, 等. 蜂蜜中氯霉素残留的检测及净化方法研究[J]. 安全与环境学报, 2006, 6(2): 92–95.
Chen SS, Xu K, Xu YJ, *et al.* The detection of chloramphenicol residues in honey and purification method of [J]. *J Safe Environ*, 2006, 6 (2): 92–95.
- [16] 张毅, 岳振峰, 蓝芳, 等. 分散固相萃取净化与液相色谱/串联质谱法测定牛奶中 8 类禁用药物残留[J]. 分析化学, 2012, 40(5): 724–729.
Zhang Yi, Yue ZF, Lan F, *et al.* Dispersive solid phase extraction and liquid chromatography/ tandem mass spectrometry determination of milk in the 8 types of prohibited drugs residue [J]. *Chem Anal*, 2012, 40 (5): 724–729.
- [17] 申秀丽, 孙宝利, 董一威, 等. QUECHERS-GC/ECD 法分析土壤中残留有机氯农药[J]. 现代科学仪器, 2009, 1(2): 84–87.
Shen XL, Sun BL, Dong YW, *et al.* QUECHERS-GC/ECD method for analysis of organochlorine pesticide residues in soil [J]. *Mod Sci Instrum*, 2009, 1(2): 84–87.
- [18] 罗辉泰, 黄晓兰, 吴惠勤, 等. QuEChERS/液相色谱-串联质谱法同时测定鱼肉中 30 种激素类及氯霉素类药物残留[J]. 分析测试学报, 2011, 30(12):1329–1337.
Luo HT, Huang XL, Wu HQ, *et al.* The simultaneous determination of 30 kinds of hormones and chloramphenicols residues in fish by liquid chromatography tandem mass spectrometry (QuEChERS) [J]. *J Instrum Anal*, 2011, 30(12): 1329–1337.
- [19] 谢建军, 李菊, 陈捷, 等. 固相分散萃取-气相色谱-质谱联用法测定葡萄酒中 43 种农药残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(8): 2488–2494.
Xie JJ, Li J, Chen J, *et al.* Dispersive solid phase extraction and gas chromatography - mass spectrometry for determination of 43 pesticide residues in wine [J]. *J Food Saf Qual*, 2014, 5 (8): 2488–2494.
- [20] Angelika W, Marek B. Determination of pesticide residues in food matrices using the QuEChERS methodology [J]. *Food Chem*, 2011, 125(3): 803–812.
- [21] Steven JL, Kyung AS, Hyeyoung K, *et al.* Comparison of QuEChERS sample preparation methods for the analysis of pesticide residues in fruits and vegetables [J]. *J Chromatogr A*, 2010, 1217(16): 2548–2560.

(责任编辑: 张宏梁)

作者简介



董伟峰, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全与检验检疫安全。
E-mail: dwf521@163.com



曹际娟, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品安全与检验检疫安全
E-mail: cjj0909@163.com