

蔬菜中农药残留检测标准及其检测方法概述

王洁莲^{1*}, 牛玮¹, 刘巍², 王娜娜¹

(1. 山西省农产品质量安全检验监测中心, 太原 030025; 2. 山西省植物保护植物检疫总站, 太原 030001)

摘要: 农药在促进农业发展保证农民增收的同时, 对环境产生了严重的危害, 给人们的身体健康埋下安全隐患。蔬菜作为餐桌的必备品和营养品, 安全问题倍受关注。蔬菜中的农药残留问题是人们关注的安全话题。最大农药残留限量作为判定农产品安全的标准, 在国际上通用。GB2763-2014《食品中最大农药残留限量》这是我国强制执行的国家限量标准。GB2763-2014 不仅规定食品中最大农药残留限量, 而且推荐了常用检测方法。本文从提取溶剂、净化方法、浓缩方法、检测技术 4 个方面着重简述了近年来常用的检测技术, 对农药残留检测技术的完善和最大农药残留限量的修订有一定的参考意义。

关键词: 农药残留; 残留限量; 检测技术

Detection standards and methods of pesticide residues in vegetables

WANG Jie-Lian^{1*}, NIU Wei¹, LIU Wei², WANG Na-Na¹

(1. *Agricultural Products Quality Safety Monitoring Center of Shanxi Province, Taiyuan 030025, China;*
2. *Plant Protection Plant Quarantine Station in Shanxi Province, Taiyuan 030001, China*)

ABSTRACT: Pesticides used in agriculture have greatly improved in food production and peasants' income. Meanwhile, the widespread use of pesticide is harmful to the environment and tends to threaten people's health. The safety problems of vegetables have become one of the highly focused issues in China, as they are the essential product and nourishment of dining table. Pesticide residues in vegetables have become a hot safety point. Maximum residue limit is the key standard of agricultural products safety identification and general in the world. The standard "GB 2763-2014 China national food safety standard: Maximum limit in food", not only established maximum residue limits, but also recommended common detection methods. This paper introduced the latest pesticide residue limits, including extraction solvents, purification methods, concentration methods and testing technologies, which provided references for the improvement and development of pesticide residue detection technologies and the revision of maximum residue limits.

KEY WORDS: pesticide residue; maximum residue limit; detection method

1 引言

农药在促进农业发展保证农民增收的同时, 对环境产生了严重的危害。据统计农药喷洒作物, 只有 10% 的农

药用于防治病害调节植物生长, 其余 90% 的农药对空气、水体和土壤造成长远的危害^[1]。1938 年, 美国颁布的联邦食品、药品和化妆品法(Federal Insecticide Act, FIA) 才将食品中的农药残留列入管理规范^[1]。农药的发展经历了天

基金项目: 山西省科技攻关项目(20130310011-4)

Fund: Supported by the Shanxi Province Science and Technology Research Projects(20130310011-4)

*通讯作者: 王洁莲, 硕士, 高级农艺师, 主要研究方向为农产品质量安全。E-mail: agilent2006@163.com

*Corresponding author: WANG Jie-Lian, Senior Agronomist, Agricultural Products Quality Safety Monitoring Center of Shanxi Province, Jinyuan District, Taiyuan 030025, China. E-mail: agilent2006@163.com

然药物时代、无机农药时代和有机合成农药时代^[2]。由于能耗低、防治迅速、效果好等特点,有机合成农药的使用是现阶段高效农业发展的必经之路。全球有机合成农药的年产量在数百万吨以上,人工合成的有1400多种^[3],农药的大量使用使农药残留成为影响农产品安全的重要因素。目前国际上通常用最大农药残留限量(maximum residue limits, MRLs)作为判定农产品安全的标准^[4]。MRLs在食品或农产品内部或表面法定允许的农药最大浓度,以每千克食品或农产品中农药残留的毫克数表示。

2 我国的标准体系

每个国家都会根据自己的国情制定最大农药残留限量要求。目前国际上MRLs标准体系^[5-8]主要有:国际食品法典委员会(CAC)、欧盟、美国、日本等。我国的MRLs标准是农业部 and 卫生部联合对已登记的使用农药进行风险评估,当发现该农药对人体有潜在的危害且可能导致国际贸易问题时制定MRLs标准。MRLs标准的制定需要毒理学资料、通过膳食每日进入人体的数量及农药在作物中的降解规律、及农产品市场监测数据的资料,风险评估后制定。GB2763-2014《食品中最大农药残留限量》是我国监管食品中农药残留的唯一强制性国家标准,这项标准10年已更新2次,现行有效的标准为GB2763-2014。我国的标准体系与国外比较(见表1),农药种类和限量指标相对比较少,但是这几年随着国家的重视和相关行业的发展,MRLs在逐步快速更新。这项标准中蔬菜中农药最大残留限量数量1335项,占全部限量指标的36.6%。规定了蔬菜的测定部位,对个别农药的残留物进行定义,与蔬菜有关的残留检测标准国标30个,行标14个,进出口检验检疫标准47个,与蔬菜有关的农药残留检测标准共91个。

表1 MRLs标准体系的区别
Table 1 The differences between MRLs standard systems

MRLs 体系	负责机构	农药种类	限量指标
CAC	FAO+WHO	183	3820
欧盟	EFLO	471	145000
美国	US EPA	425	11000
日本	MHLW	734	62410
中国	农业部 and 卫生部	387	3650

3 蔬菜中农药新增限量标准

农药限量值的增加意味着检测技术有相应的改进。气味浓的蔬菜比如葱、辣椒等,在气相色谱和液相色谱的检测方法中干扰大,有很多参数是无法检测的。仪器和前处

理技术的改进,是给出限量值的首要要求。由表2可见,新加的限量值之中有很多基质复杂样品,有很多新型农药,这是仪器和前处理技术进步的标志。

4 蔬菜中农药残留检测技术

农残样品前处理要求在待测组分充分提取的前提下,将杂质对目标物的干扰尽量去除,为下一步检测提供保障。前处理过程主要包括提取、分离、净化和浓缩等。蔬菜样品含水量大,品种多,因此农药残留在不同基质中回收率相差很大。传统方法一般只检测有机磷或有机氯一类农药,操作复杂,使用大量有机溶液,无法满足农药的多残留分析的快速、准确、环保等需求。下面就近几年在蔬菜样品前处理中应用的技术进行概述。

4.1 提取方法

4.1.1 提取溶剂

提取溶剂的选择一般遵循相似相溶的原理。根据提取农药的性质选择使用溶剂。开始的农药分为有机磷、有机氯和氨基甲酸酯3大类,因为农药的极性不同,一般方法只检测1~2类农药。现在的多残留检测单个方法可以检测上百种农药,所以提取溶剂要提取不同极性的农药,尽量减少杂质干扰。这几年关于乙腈提取农药残留的报道很多^[9-17]。乙腈是目前最常用多残留农药检测的提取溶剂。乙腈极性很强,与水 and 有机溶剂互溶,沸点适宜,易浓缩,适合多残留农药的提取。

4.1.2 提取方法

准确选择提取溶剂、正确选择提取方法是实验的首要条件。蔬菜常用的提取方法有匀浆捣碎法、超声波提取法、微波辅助提取法^[18-22]。这3种提取方法可以使细胞中的残留农药通过相关机制解离出来,被溶剂提取。微波辅助提取法适用于易挥发的农药的提取。超声波提取法适用于基质干扰大的单一农药的提取。匀浆捣碎法随着仪器自动化的发展,可以同时操作多个样品,省时、省力,是一种快速、高效的农药残留提取方法,也是目前大部分标准所使用的方法。

4.2 净化方法

4.2.1 固相萃取法

固相萃取法是目前广泛应用的净化方法。根据填料不同将固相萃取柱分为多种,可以单个或串联使用,可以调节淋洗液的种类和比例达到农药残留回收率目标。现行有效的标准中蔬菜使用的均是固相萃取法。常用的填料有石墨炭,氨基和氟罗里砂土。NY/T 761-2008^[23]中有机氯和拟除虫菊酯类农药使用氟罗里砂柱,氨基甲酸酯类农药使用氨基柱。GB/T 19648-2006^[24]中500种农药使用石墨炭黑氨基串联柱净化。葱、韭菜样品前处理中用固相萃取法的也有很多^[25-28]。

表 2 GB2763-2014 蔬菜新增限量指标
Table 2 GB2763-2014 New added vegetables limited indicators

序号	农药名称	蔬菜名称	GB 2763-2014 MRL(mg/kg)	序号	农药名称	蔬菜名称	GB 2763-2014 MRL(mg/kg)		
1	丙溴磷	番茄	10	11	三唑酮	茄果类	1		
		辣椒	3	12	甲萘威	结球甘蓝	2		
2	二嗪磷	葱	1	13	五氯硝基苯	结球甘蓝	0.1		
		结球甘蓝	0.5	花椰菜		0.05			
		洋葱	0.05	甜椒		0.05			
		青花菜	0.5	菜豆	0.1				
		菠菜	0.5	14	啶虫脒	萝卜	0.5		
		叶用莴苣	0.5	15	苯醚甲环唑	葱	0.3		
		大白菜	0.05	结球甘蓝	0.2				
		番茄	0.5	青花菜	0.5				
		萝卜	0.1	花椰菜	2				
		黄瓜	0.1	叶用莴苣	2				
3	马拉硫磷	胡萝卜	0.5	胡萝卜	0.2				
		西葫芦	0.05	马铃薯	0.02				
		马铃薯	0.01	食荚豌豆	0.7				
		洋葱	1	芦笋	0.03				
		葱	5	根芹菜	0.5				
		4	亚胺硫磷	马铃薯	0.05	16	啮霉胺	洋葱	0.2
				5	氯氰菊酯	根茎类	0.01	葱	3
		薯芋类	0.01			结球甘蓝	3		
		6	甲氰菊酯	茄子	0.2	菜豆	3		
		7	氯氟氰菊酯	花椰菜	0.5	胡萝卜	1		
瓜类	0.05			马铃薯	0.05				
豆类	0.2			17	阿维菌素	菠菜	0.5		
根茎类	0.01			番茄	0.02				
8	氟氯氰菊酯	薯芋类	0.01	甜椒	0.02				
		番茄	0.2	西葫芦	0.01				
		茄子	0.2	18	多菌灵	结球甘蓝	5		
		辣椒	0.2	食荚豌豆	0.02				
9	溴氰菊酯	马铃薯	0.01	胡萝卜	0.2				
		洋葱	0.05	19	吡虫啉	芹菜	5		
		豆类	0.2	20	烯酰吗啉	青花菜	1		
10	联苯菊酯	马铃薯	0.01	茄果类	1				
		茄子	0.3	瓜类	0.5				
		根茎类	0.05						
		薯芋类	0.05						

4.2.2 QuEChERS(quick、easy、cheap、effective、rugged、safe)方法

QuEChERS方法是蔬菜农药残留检测中快速、安全、简单的样品前处理技术。QuEChERS方法使用的净化技术是分散固相萃取法^[28-33]。分散固相萃取法是利用吸附剂与基质的提取液发生作用,吸附杂质从而达到净化的目的,该方法必须使用气相色谱-串联质谱法(GC-MS/MS)或液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)才能检测多种基质中多种农药残留。NY/T1380-2007《蔬菜、水果中51种农药残留的测定 气相色谱-质谱法》^[34]中的处理技术和QuEChERS方法相似,可同时检测上百种农药。目前QuEChERS方法在实验室已经广泛应用^[35-37]。

4.2.3 凝胶色谱法

凝胶色谱法是采用不同孔径的多孔凝胶装柱^[11],根据凝胶对分子大小的排阻作用进行分离。凝胶色谱在油脂、脂肪检测方面应用比较多,因为油脂、脂肪等均是高分子物质。我国2000年前后有关于凝胶色谱用于农药残留检测的报道^[38-46],现在一些大型的专业实验室应用凝胶色谱进行农药残留检测的前处理。凝胶色谱商品化的产品多样,色谱柱价格贵、易损耗,目前还没有全面的推广。

4.3 浓缩方法

4.3.1 旋转蒸发仪

旋转蒸发仪是目前应用比较多的浓缩仪器,在真空减压状态下,通过连续蒸馏将有机溶剂挥发。旋转蒸发仪价格适中,可快速蒸馏大体积样品,是目前农药残留样品浓缩的主要使用仪器。真空度和水浴锅温度的调节是实验的关键,易产生泡沫的样品要配备特殊的蒸馏管。甲胺磷、乙酰甲胺磷等回收率低的农药用旋转蒸发仪效果好,回收率较高。

4.3.2 氮吹仪

氮吹仪较旋转蒸发仪价格便宜,但是不适用于易氧化、转化快的农药。氮吹仪设备简单,控温分水浴和电热块2种。水浴温度相对恒定,控温精准,但必须避免水汽对样品的影响。电热块加热不好控温,容易导致样品沸腾,可能会产生安全隐患。

4.4 检测技术

目前蔬菜中农药残留检测技术有活体检测法、生物检测法和理化分析法。活体检测法由于受条件限制,应用较窄。生物检测法是目前应用最广泛的农药残留快速检测技术,以酶抑制法为基础,检测有机磷和氨基甲酸酯2类农药,准确率可达到80%,理化分析法是准确率最高的一种检测方法,应用最多的普及的检测仪器是气相色谱仪和液相色谱仪。气相色谱仪和液相色谱仪适用于基质成份简单干扰小的样品。气味重的蔬菜用气相色谱仪和液相色谱仪干扰大^[47],结果不准确,使用串联质谱仪得到结果较为准确。

4.4.1 色谱法

色谱法常用的是检测有机磷类农药和有机氯类农药

的气相色谱仪,检测氨基甲酸酯类农药的液相色谱仪。这2类仪器在目前农药残留检测单位是比较普及。

4.4.2 质谱法

质谱法包括单极质谱检测技术、串联质谱仪和飞行时间质谱技术等。液相色谱和气相色谱作为质谱的进样器,在样品进入质谱前已经将样品进行了分离,分离的样品依据时间顺序进入离子源,单极质谱检测技术相比串联质谱仪定量稍有偏差。GB/T20769-2008^[48]可检450种农药,目前常用的农药都可以检测。

5 展望

随着时代的进步、国家的重视,人们的食品安全意识越来越强。蔬菜中农药残留检测参数已经从最初的几十种增加到上百种,检测的种类有所增加。农药残留分析技术主要包括前处理技术和检测技术。前处理技术是实验的重要环节,是最易引起误差的重要环节,有机溶剂的大量使用,对环境和实验操作人员有很大的潜在危害,因此前处理检测设备逐渐向自动化转变。检测技术目前占主导地位的是串联质谱法,串联质谱定性定量准确,检测参数由单残留向多残留发展。但串联质谱仪价格贵,操作人员技术水平要求高,在大型实验室尚难普及。蔬菜农药残留快速检测技术既不能定性也不能定量,只能检测有没有农药,而且农药检出限高于国家限量标准,如何将前处理简化,串联质谱仪便携、快速、准确的定性定量是农药残留分析工作者面临的新课题。

参考文献

- [1] 刘维屏. 农药环境化学[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005
Liu WP. Environmental chemistry of pesticides [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005
- [2] 施开良. 环境化学与人类健康[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.
Shi KL. Environmental chemistry and human health [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005.
- [3] 达品, 王刚力, 曹进, 等. 农药残留检测体系概念及其分析方法进展[J]. 药物分析杂志, 2014, 34(5): 760-767
Da P, Wang GL, Cao J, *et al.* The development of the pesticide residue detection system [J]. Chin J Pharm Anal, 2014, 34(5): 760-767
- [4] GB 2763-2014 食品安全国家标准食品中农药最大残留限量[S].
GB 2763-2014 Food safety national standard-The pesticide maximum residue limits [S].
- [5] 宋稳成, 单炜力, 叶纪明, 等. 国内外农药最大残留限量标准现状与发展趋势[J]. 农药学报, 2009, 11(4): 414-420.
Song WC, Shan WL, Ye JM, *et al.* Present situation and development trend of MRLs for pesticides in and outside china [J]. Chin J Pestic Sci, 2009, 11(4): 414-420.
- [6] 罗玉连. 农产品质量安全检测综述[J]. 中国农业信息, 2015, 11(21): 23-29.
Luo YL. The review of agricultural products quality and safety testing [J]. China Agric Inf, 2015, 11(21): 23-29.
- [7] 牛伟平, 乔日红, 阎会平. 国内外农药最大残留限量标准比较研究[J].

- 农业技术与装备, 2011, 2: 29–31.
- Niu WP, Qiao RH, Yan HP. Comparison and analysis of maximum residue limits between domestic and international standards [J]. Agric Technol Equip, 2011, 2: 29–31.
- [8] 刘永, 唐英斐, 宋金凤, 等. 固相萃取-液相色谱-串联质谱法测定蔬菜中 4 种有机磷农药及其代谢产物[J]. 色谱, 2014, 32(2): 139–144.
- Liu Y, Tang YP, Song JF, *et al.* Determination of four organophosphorus pesticides and their metabolites in vegetables using solid-phase extraction coupled with liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2014, 32(2): 139–144.
- [9] 王洁莲, 闫会平. 气相色谱法同时检测苹果中 6 种农药残留的分析[J]. 食品研究与开发, 2015, 36(19): 155–157.
- Wang JL, Yan HP. The Determination of 6 pesticides residues in apple by gas chromatography [J]. Food Res Dev, 2015, 36(19): 155–157.
- [10] 王洁莲, 董燕飞. 高效液相色谱法同时检测蔬菜中的 7 种农药残留的分析[J]. 中国农学通报, 2015, 31(12): 267–272
- Wang JL, Dong YF. High performance liquid chromatography (HPLC) method for the simultaneous determination of 7 pesticides residues in vegetables [J]. Chin Agric Sci Bull, 2015, 31(12): 267–272
- [11] 王洁莲, 田子卿. 液相色谱法检测韭菜中阿维菌素残留方法的改进[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, 6(1): 289–292
- Wang JL, Tian ZQ. Simultaneous determination for residues of seven pesticides residues in vegetables by HPLC with electron capture detector [J]. J Food Saf Qual, 2015, 6(1): 289–292
- [12] 崔新仪, 储晓刚, 王大宁. 氟虫腈及其代谢物的研究进展[J]. 农药, 2008, 47(2): 87–89.
- Cui XY, Chu XG, Wang DN. Research progress of fipronil and metabolin [J]. Agrocheincals, 2008, 47 (2): 87–89.
- [13] 陈士恒, 章晴, 史晓梅, 等. 超声提取-分散固相萃取-气相色谱法测定绿茶中有机磷类农药残留[J]. 食品科学技术学报, 2014, 32(5): 63–68.
- Chen SH, Zhang Q, Shi XM, *et al.* Determination of 13 organophorus pesticides residues in green tea by ultrasonic assisted extraction-dispersive solid phase extraction-gas chromatography [J]. J Food Sci Technol, 2014, 32(5): 63–68.
- [14] 于鸿, 贺小平, 黄聪, 等. 固相萃取结合气相色谱法测定茶叶中三氯杀螨醇和拟除虫菊酯类农药残留[J]. 中国食品卫生杂志, 2011, 23(4): 1316–1319.
- Yu H, He XP, Huang C, *et al.* Determination of dicofol and pyrethroid pesticide residues in tea by GC-SPE [J]. Chin J Food Hyg, 2011, 23(4): 1316–1319.
- [15] Xie XY. Detrrm Ination of organochlorine and pyrthroid pesticide residues in solid and sediment by capillary gas chromatography with ssolid-phase-extraction purification [J]. Edu Chem, 2006, 25 (3): 347-350.
- [16] Zisis VE, Emmanouil NP, Euphemia PM. Microwave-assisted extraction (MAE)-acid hydrolysis of dithiocarbamates for trace analysis into bacco and peaches [J]. J Agnic Food Chem, 2002, 50: 2220–2226.
- [17] Renwick AG. Pesticide residue analysis and its relationship to hazard characterisation (ADI/ARfD) and intake estimations (NEDI/NESTI) [J]. Pet Sci Technol, 2002, 58: 1073–1082.
- [18] 刘罗慧, 赵玲玲. 对农药残留标准的再认识[J]. 医学与哲学(人文社会医学版), 2006, 27(12): 32–33.
- Liu LH, Zhao LL. Several philosophical thoughts on the pesticide residue standards [J]. Med Phil (A), 2006, 27(12): 32–33.
- [19] 江英志, 谢桂勉. 有机磷农药多残留检测研究进展[J]. 安徽农业科学, 2010, 38(17): 9060–9061, 9192.
- Jiang YZ, Xie GM. Research progress of Multi-residue determination of organophorous pestidue [J]. J Anhui Agric Sci, 2010, 38(17): 9060–9061, 9192.
- [20] Kroes R, Muller D, Lambe J, *et al.* Assessment of intake from the diet [J]. Food Chem Toxicol, 2002, 40: 327–338.
- [21] 陈子键, 王宇, 李美英, 等. 食品基质有机磷农药残留的前处理新方法研究进展[J]. 分析测试学报, 2015, 34(11): 1315–1323.
- Chen ZJ, Wang Y, Li MY, *et al.* Novel pretreatment methods for the determination of organophosphorus pesticides in foods [J]. J Instrum Anal, 2015, 34(11): 1315–1323.
- [22] 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 mehods for determination of organophosphorus pesticide, organochlorine pesticides, pyrethroid pesticideand carbamate pesticides in vegetables and fruits [S].
- [23] GB/T 19648-2006 水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留的测定气相色谱-质谱法[S]
- GB/T 19648-2006 Method for determination of 500 pesticides and related chemicals residues in fruits and vegetables GC-MS method [S].
- [24] 褚能明, 杨俊英, 柴勇, 等. 两种 SPE 净化方法在蔬菜农药多残留分析中的比较[J]. 西北农业学报, 2013, 23(5): 1525–1528.
- Zhu NM, Yang JY, Chai Y, *et al.* Comparison of two kinds of SPE clean-up methods in vegetables pesticide multi-residue analysis [J]. Acta Agric Boreali-occidentalis Sin, 2013, 23 (5): 1525–1528
- [25] 赵延胜, 董英, 张峰, 等. 复杂基质韭菜中有机磷农药残留检测技术研究[J]. 现代科学仪器, 2009, 27(3): 52–54.
- Zhao YS, Dong Y, Zhang F, *et al.* Determination of orgnaophosphorus residues in complex matrix Chinese chives by SPE-GC/MS [J]. Mod Sci Instrum, 2009, 27(3): 52–54.
- [26] 纪淑娟, 刘长江, 佐藤元昭, 等. 用气-质联用技术检测葱、蒜、韭菜中多种农药残留量时试样预处理方法[J]. 理化检验(化学分册), 2009, 42(11): 914–917.
- Ji SJ, Liu CJ, Sato M, *et al.* The method of sample pretreatment in the determination of residual pesticides in onion, garlic and chives by hyphenation of gas chromatography and mass spectrometry [J]. Physic Testing Chem Anal Part B: Chem Anal, 2009, 42(11): 914–917.
- [27] 赵延胜. 基于有机磷农药残留检测的非菜复杂基质净化技术研究[D]. 镇江: 江苏大学, 2009.
- Zhao YS. Study on clean up technology of complex matrix based on detection of organophosphorus residues in Chinese chive [D]. Zhenjiang: Jiangsu University, 2009
- [28] Steven J. Lehotay QuEcChERS approach for determining pesticide residues [M]. Clifton: Humana Press, 2004.
- [29] 李炎, 蔡跃, 杨胜琴, 等. 改进的 QuEcChERS 方法配合 GPC-GC-MS 在线联用系统测定果蔬中 31 种农药残留[J]. 中国卫生检验杂志, 2011, (2): 277–279
- Li Y, Cai Y, Yang SQ, *et al.* Determination of 31 pesticide residues in fruits and vegetables using a on-line GPC-GC-MS system combined with modified QuEcChERS [J]. Chin J Health Lab Technol, 2011, (2): 277–279
- [30] 苏明明, 董振霖, 徐静, 等. QuEcChERS 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): 113-126
- Su MM, Dong ZL, XU Jing, *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): 113-126
- [31] 徐娟, 陈捷, 叶弘毅, 等. QuEChERS 提取与高效液相色谱-电喷雾电离串联质谱联用法检测茶叶中的 19 种农药残留[J]. *分析测试学报*, 2011, 30(9): 990-995
- Xu J, Chen J, Ye HY, *et al.* Determination of 19 pesticide residues in Tea using QuEChERS extraction and high-performance liquid chromatography-electrospray tandem mass spectrometry [J]. *J Instrum Anal*, 2011, 30 (9): 990-995
- [32] 周勇, 王彦辉, 周小毛, 等. QuEChERS-气相色谱法检测苕麻及其土壤中 8 种有机磷农药残留[J]. *农药学报*, 2013, 15(2): 217-222
- Zhou Y, Wang YH, Zhou XM. *et al.* Determination of 8 organophosphorus pesticide residues in ramie and soil by QuEChERS-gas chromatography [J]. *Chin J Pestic Sci*, 2013, 15(2): 217-222
- [33] NY/T 1380-2007 蔬菜、水果中 51 种农药残留的测定 气相色谱-质谱法[S].
- NY/T 1380-2007 Determination of 51 pesticide residues in vegetables and fruits by gas chromatography-mass spectrometry [S].
- [34] 陈晓水, 边照阳, 杨飞, 等. 对比 3 种不同的 QuEChERS 前处理方式在气相色谱-串联质谱检测分析烟草中上百种农药残留中的应用[J]. *色谱*, 2013, 11(31): 1116-1128.
- Chen XS, Bian ZY, Yang F, *et al.* Comparison of three different QuEChERS sample treatment methods in the analysis of more than one hundred pesticide residues in tobacco by gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2013, 11(31): 1116-1128.
- [35] 李海飞, 聂继云, 徐国锋, 等. QuEChERS 样品前处理方法联合在线 GPC/GC-MS 测定水果中 15 种三唑类农药残留量方法评估[J]. *分析测试学报*, 2015, 11(12): 1331-1338.
- Li HF, Nie JY, Xu GF, *et al.* Evaluation of QuEChERS method for the analysis of 15 triazole pesticides residues in fruits by online gel permeation chromatography gas chromatography-mass spectrometry [J]. *J Instrum Anal*, 2015, 11(12): 1331-1338.
- [36] 丁立平, 蔡春平, 王丹红. 改进的 QuEChERS-气相色谱-质谱联用法测定蔬菜中的氟吗啉和烯酰吗啉残留[J]. *色谱*, 2014, 32(8): 849-854.
- Ding LP, Cai CP, Wang DH. Determination of flumorph and dimethomorph residues in vegetables by improved QuEChERS-gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2014, 32(8): 849-854.
- [37] 桂文君. 农药残留监测新技术研究进展[J]. *北京工商大学学报(自然科学版)*, 2012, 30(3): 13-18.
- Gui WJ. Recent advances in residue detection of pesticide [J]. *J Beijing Technol Bus Univ (Nat Sci Ed)*, 2012, 30(3): 13-18.
- [38] 王志华, 储晓刚. 凝胶渗透色谱技术在农药残留分析中的应用[J]. *分析测试学报*, 2005, 24(2): 123-127.
- Wang ZH, Chu XG. Application of gel permeation chromatography in analysis of pesticide residues [J]. *J Instrum Anal*, 2005, 24(2): 123-127.
- [39] 刘咏梅, 王志华, 储晓刚. 凝胶渗透色谱净化-气相色谱测定糙米中 7 种常见有机磷农药残留[J]. *农药*, 2004, 43(10): 460-462.
- Liu YM, Wang ZH, Chu XG. Determination of 50 organophosphorus pesticides in unpolished rice sa ple by gas chromatography-nitrogen phosphorous detecting with gel permeation chromatography clean up [J]. *Agrochincals*, 2004, 43(10): 460-462.
- [40] 康庆贺, 吴岩, 高凯扬, 等. 固相萃取-在线凝胶渗透色谱-气相色谱/质谱法测定松子仁中的 28 种有机氯农药和拟除虫菊酯农药[J]. *色谱*, 2009, 27(2): 181-185.
- Kang QH, Wu Y, Gao KY, *et al.* Determination of 28 organochlorine and pyrethroid pesticides in pine nuts using solid-phase extraction and on-line gel permeation chromatography-gas chromatography/mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2009, 27(2): 185-189.
- [41] 于胜良, 杨桂朋, 付萌. 凝胶渗透色谱净化-气相色谱/串联质谱分析蘑菇中的 36 种农药残留[J]. *色谱*, 2007, 25(4): 581-585.
- Yu SL, Yang GP, Fu M. Determination of 36 pesticide residues in mushroom by gel penetration chromatography and gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2007, 25(4): 581-585.
- [42] Petry T, Lofstedt RE, Dietrich DR. Science and politics: from science to decision making [J]. *Regul Toxicol Pharm*, 2006, 44(1): 1-3.
- [43] Renwick AG. Pesticide residue analysis and its relationship to hazard characterisation (ADI/ARfD) and intake estimations (NEDI/NESTI) [J]. *Pestic Manag Sci*, 2002, 58: 1073-1082.
- [44] 刘文杰, 万英, 庞新安, 等. 高效液相色谱法同时测定土壤中多菌灵、吡虫啉和甲基托布津的残留[J]. *分析测试学报*, 2007, 26(1): 133-135.
- Liu WJ, Wan Y, Pang XA, *et al.* Determination of carbendazol, imidacloprid and thiophanate methyl in soil by high performance liquid chromatography [J]. *J Instrum Anal*, 2007, 26(1): 133-135
- [45] 江云国, 张永涛. 固相萃取-气相色谱法测定水中的有机磷农药[J]. *安徽农业科学*, 2012, 40(8): 4551-4552, 4576.
- Jiang YG, Zhang YT. Determination of organophosphorus pesticides in water by solid phase extraction-gas chromatography [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2012, 40(8): 4551-4552, 4576.
- [46] 吴成, 许志强, 张晓丽, 等. 蔬菜有机磷农药多残留检测中的样品基质干扰及检测方法的适宜性[J]. *农业工程学报*, 2007, 23(9): 208-212.
- Wu C, Xu ZQ, Zhang XL, *et al.* Matrix interference and suitability with multi-residue analysis of organophosphorus pesticides in vegetables [J]. *Trans Chin Soc Agric Eng*, 2007, 23(9): 208-212.
- [47] 孙艳艳. 大蒜农药残留检测中干扰物净化材料的筛选与净化技术研究[D]. 沈阳: 沈阳药科大学, 2009.
- Sun YY. The detection of purification material screening and purification technology garlic pesticide residue [D]. Shenyang: Shenyang Pharmaceutical University, 2009.
- [48] GB/T 20769-2008 水果和蔬菜中 450 种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱法[S].
- GB/T 20769-2008 Determination of 450 pesticides and related chemicals residues in fruits and vegetables-LC-MS-MS method [S].

(责任编辑: 金延秋)

作者简介



王洁莲, 硕士, 高级农艺师, 主要研究方向为农产品中农药残留的检测。
E-mail: agilent2006@163.com