

多壁碳纳米管固相萃取净化-气相色谱质谱联用 同时测定茶叶中 26 种农药

陈啟荣*, 杨明, 梁颖, 朱琳娜, 邵鹏, 范筱京

(北京市理化分析测试中心, 北京市食品安全分析测试工程技术研究中心, 北京 100089)

摘要: **目的** 建立一种多壁碳纳米管固相萃取净化-气相色谱质谱联用同时测定茶叶中 26 种农药的检测方法。**方法** 样品经乙腈提取, 过滤型多壁碳纳米管柱净化后, 使用气相色谱质谱仪检测。**结果** 碳纳米管净化能够有效去除茶叶中干扰物质, 简化实验步骤, 降低前处理过程中农药的分解。26 种农药在 0.04~1.6 $\mu\text{g/mL}$ 范围内具有较好的线性。方法的检出限为 0.005~0.05 mg/kg, 定量下限为 0.015~0.15 mg/kg。采用该方法对茶叶样品进行加标回收率实验, 加标回收率在 66.6%~125.5%, 相对标准偏差为 0.3%~6.4% ($n=5$)。**结论** 该方法快速、准确、灵敏, 适合茶叶中多种农药的同时测定。

关键词: 多壁碳纳米管; 茶叶; 农药残留; 气相色谱质谱联用法

Determination of 26 pesticides in tea by gas chromatography-mass spectrometry with multi-walled carbon nanotubes as solid-phase

CHEN Qi-Rong*, YANG Ming, LIANG Ying, ZHU Ling-Na, SHAO Peng, FAN Xiao-Jing

(Beijing Center for Physical and Chemical Analysis, Beijing Engineering Research Center of Food Safety Analysis, Beijing 100089, China)

ABSTRACT: Objective To determine 26 pesticides in tea by solid-phase extraction with multi-walled carbon nanotubes and gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). **Methods** The sample was extracted with acetonitrile. After purified by multi-walled carbon nanotubes, the sample solution was detected by GC-MS. **Results** The established method was simple, and could reduce the pesticides decomposition in pretreatment. The calibration curves of 26 pesticides were linear in the range of 0.04~1.6 $\mu\text{g/mL}$. The limits of detection for 26 pesticides in tea were in the range of 0.005~0.05 mg/kg, and their limits of quantitation were 0.015~0.15 mg/kg. The spiked recoveries of 26 pesticides in tea sample were between 66.6% and 125.5% with relative standard deviations of 0.3%~6.4% ($n=5$). **Conclusion** The proposed method is rapid, accurate and sensitive, which is suitable for simultaneous detection of multiple pesticides.

KEY WORDS: multi-walled carbon nanotubes; tea; pesticides; gas-chromatography-mass spectrometry

基金项目: 北京市财政科技创新工程项目(PXM 2013_178305_000004)

Fund: Supported by Beijing Financial Found Project on Creative Engineer Project (PXM 2013_178305_000004)

*通讯作者: 陈啟荣, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: qrchen@163.com

*Corresponding author: CHEN Qi-Rong, Senior Engineer, Beijing Center for Physical and Chemical Analysis, No.27, West Third Ring Road, Haidian District, Beijing 100089, China. E-mail: qrchen@163.com

1 引言

我国是茶叶消费和出口大国,茶叶中农药残留一直是出口和日常监测的重要指标。根据中华人民共和国农业部公告^[1],明令禁止的农药包含六六六、滴滴涕等16种,甲胺磷、甲拌磷等19种农药禁止在蔬菜、水果、茶叶、中草药中使用。三氯杀螨醇、氰戊菊酯不得用于茶树上。依据国家标准《GB 2763-2014 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》^[2]要求,茶叶中各农残限量在0.1~20 mg/kg之间,标准中对茶叶中农残的检测方法规定不统一,如标准中规定乙酰甲胺磷的检测参照GB/T 5009.103^[3]规定的方法测定,六六六、滴滴涕按照GB/T 5009.19^[4]规定的方法测定,氟氰戊菊酯、氯菊酯等按照GB/T 23204^[5]规定的方法测定。检测标准的不统一增大了茶叶多农残检测的难度,建立一套完整快速的同时测定茶叶中多农残的分析方法显得尤为重要。目前茶叶中农药检测常用的提取方法有分散固相萃取^[6-8]、加速溶剂萃取法^[9]、微波萃取法^[10]和液液萃取法^[11]等。市面上常用的净化柱有凝胶色谱净化柱、活性炭柱净化柱和弗罗里硅土净化柱等,这几类净化柱对色素有一定的去除作用,但是净化后提取液的颜色仍然较深,容易对仪器造成污染,干扰测试结果。本文采用的多壁碳纳米管材料具有较强的吸附性能,其吸附性优于C₁₈、硅石和活性炭等常用的吸附材料,此外碳纳米管具有的特殊 π 电子产生的 π - π 共轭作用,为这种材料提供了高选择性。目前,已经有多壁碳纳米管净化应用到水质^[12-17]、土壤^[16]、蔬菜^[18,19]等领域中的相关报道,也有一些报道采用多壁碳纳米管净化测定茶叶中农残^[20,21]。多壁碳纳米管能有效净化茶叶中色素、糖分等大分子成分,同时对有机磷、有机氯和菊酯等农药吸附性较小,解决了多种农药同时测定的净化问题。

本实验选定日常茶叶中有限量要求的部分农药及国家禁用农药为研究对象,采用多壁碳纳米管做固相萃取净化柱反复抽提净化,气质联用同时测定茶叶中有机磷、有机氯和拟除虫菊酯等26种农药。该方法的建立解决了目前茶叶检测中不同性质农药需要采用不同的检测标准进行前处理的技术问题,简化了茶叶中多农残分析的前处理过程。该方法具有操作简单,净化效率高,检测时间短,检出限低等优点。

2 材料与amp;方法

2.1 仪器与试剂

Agilent 7890/5975C 气相色谱-质谱联用仪(美国安捷伦公司); CR22GIII高速离心机(日本 Hitachi 公司)。

农药标准品甲拌磷、乙酰甲胺磷、敌敌畏、乐果、杀螟硫磷、水胺硫磷、毒死蜱、甲胺磷、 α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、*pp'*-滴滴伊、*op'*-滴滴涕、*pp'*-滴滴涕、*pp'*-滴滴滴、氟氰戊菊酯、氟胺氰菊酯、三氟氯氰菊酯、甲氰菊酯、氯菊酯、联苯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯、三氯杀螨醇,浓度100 μ g/mL,购于国家环境保护监测研究中心;乙腈、正己烷均为色谱纯,购于 Fisher 公司。

过滤型多壁碳纳米管 m-PFC 净化柱购于天津博纳艾杰尔科技有限公司,内有10 mg多壁碳纳米管和150 mg无水硫酸镁。

2.2 试验方法

2.2.1 溶液配制

标准曲线配制:配制甲拌磷、乙酰甲胺磷、敌敌畏、乐果、杀螟硫磷、水胺硫磷、毒死蜱、甲胺磷8种混合标准溶液,浓度为0.08、0.16、0.4、0.8、1.6 μ g/mL; α -六六六、 β -六六六、 γ -六六六、 δ -六六六、*pp'*-滴滴伊、*op'*-滴滴涕、*pp'*-滴滴涕、*pp'*-滴滴滴、氟氰戊菊酯、氟胺氰菊酯、三氟氯氰菊酯、甲氰菊酯、氯菊酯、联苯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯、三氯杀螨醇等18种混合标准溶液,浓度为0.04、0.08、0.16、0.4、0.8 μ g/mL。

2.2.2 样品前处理

①采样和试样制备

抽取有代表性的样品,用四分法缩减取200 g,粉碎后混匀,装入自封袋中,避光,备用。

②提取

称取经过粉碎的茶叶(绿茶)样品5.0 g(精确至0.001 g)于聚四氟离心管中,加入10 mL乙腈超声提取,离心,收集上清液于浓缩瓶中,残渣继续用10 mL乙腈提取一次,合并2次提取液,40 $^{\circ}$ C旋转蒸发浓缩至近干,正己烷定容至2 mL,备用。

③净化

将注射器与过滤型多壁碳净化柱相连接,向上抽动提取液使提取液经过净化柱,再推出到收集瓶

中,重复操作至提取液颜色褪去,净化完全后进样分析。

2.2.3 气相色谱-质谱条件

(1) 气相色谱条件

色谱柱: HP-5MS 石英毛细管柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm); 升温程序: 初始温度 60 °C, 保持 1 min, 以 30 °C/min 升至 160 °C, 保持 2 min, 以 30 °C/min 升至 300 °C, 保持 10 min; 进样口温度 280 °C; 载气: 高纯氦气, 流速 1.0 mL/min; 不分流进样。

(2) 质谱条件

电子轰击(EI)离子源; 电子能量 70 eV; 离子源温度 230 °C; 接口温度 280 °C; 选择离子检测模式, 溶剂延迟 5 min, 标样色谱图见图 1, 农残对应序号见表 1。

3 结果与分析

3.1 质谱条件优化

在全扫描模式下,调整色谱条件,对标准品混合样品进行全扫描,保证 26 种标准品能够很好地分离,确定最优的升温程序: 初始温度 60 °C, 保持 1 min, 以 30 °C/min 升至 160 °C, 保持 2 min, 以 30 °C/min 升至 300 °C, 保持 10 min; 进样口温度 280 °C; 载气: 高纯氦气, 流速 1.0 mL/min; 不分流进样。采用此升温程序能够很好的分开 26 种被测农药。设定离子扫描的方式,同时测定有机磷、有机氯和拟除虫菊酯类农药,结合保留时间和定性离子峰对被测农药进行定性分析。具体扫描离子参数及保留时间见表 1。

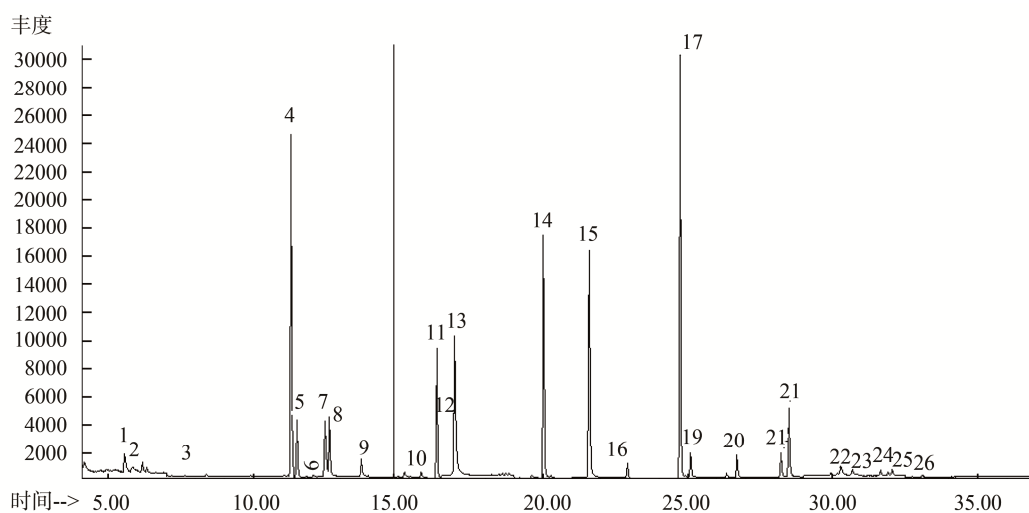


图 1 农药标准溶液色谱图

Fig. 1 Chromatogram of standard

表 1 被测农药的测定参数

Table 1 Detection parameters of target pesticides

序号	化合物名称	保留时间(min)	定量离子(m/z)	定性离子(m/z)
1	敌敌畏	5.533	109	145 185 220
2	甲胺磷	5.596	94	95 141 126
3	乙酰甲胺磷	7.524	94	95 136 142
4	甲拌磷	11.295	121	75 97 231
5	α -六六六	11.496	219	183 221 254
6	乐果	11.970	87	93 125 229
7	β -六六六	12.423	219	181 254 217

续表 1

序号	化合物名称	保留时间(min)	定量离子(<i>m/z</i>)	定性离子(<i>m/z</i>)		
8	γ -六六六	12.617	183	219	221	254
9	δ -六六六	13.676	219	181	183	217
10	杀螟硫磷	15.781	277	109	125	260
11	毒死蜱	16.325	314	197	258	286
12	水胺硫磷	16.811	136	230	289	
13	三氯杀螨醇	16.926	139	141	250	252
14	<i>pp'</i> -滴滴伊	20.016	318	316	246	248
15	<i>pp'</i> -滴滴滴	21.589	235	237	199	165
16	<i>op'</i> -滴滴涕	22.911	235	199	165	
17	<i>pp'</i> -滴滴涕	23.012	235	199	165	
18	联苯菊酯	24.73	181	165	166	
19	甲氰菊酯	25.085	181	209	265	349
20	三氟氯氰菊酯	26.687	181	197	208	
21	氯菊酯	28.204, 28.467	183	163	165	255
22	氯氰菊酯	29.914, 30.138, 30.229	163	152	181	
23	氟氰戊菊酯	30.269, 30.658	199	157	451	
24	氰戊菊酯	31.642	167	181	225	419
25	氟胺氰菊酯	31.9, 32.043	250	181	252	
26	溴氰菊酯	32.748, 33.101	181	172	174	253

3.2 提取溶剂的选择

为同时满足 26 种不同性质农药的提取效率, 实验比较了乙腈、乙腈-水、丙酮-正己烷混合液 3 种溶剂提取效果, 采用丙酮-正己烷提取后样品色素提取比较多, 干扰严重, 给后续净化带来困难; 茶叶经过水浸泡后再用乙腈提取, 经过水浸泡后茶叶的体积膨胀, 需要加入更加多的乙腈溶剂来提取, 并且提取过程中需要加入氯化钠促进水相和有机相的分层, 反而降低了提取效率; 采用乙腈直接提取只需要少量的溶剂就可以提取充分, 因此, 本实验采用乙腈做提取溶剂。

3.3 净化条件的优化

在茶叶样品中加入 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 混合标准品溶液,

考察净化次数对回收率的影响, 结果表明, 净化 1~2 次提取溶液仍然带有颜色, 净化不够充分, 净化 3~5 次净化液颜色没有明显区别。分别对净化 3、4、5 次的加标样品进行回收率测定, 结果表明, 净化次数对有机氯和菊酯类农药无明显影响, 随着净化次数的增多有机磷类农药的回收率会有下降。总体考虑回收率和净化效率选定抽提净化 3 次。

3.4 精密度和准确度

在优化的实验条件下, 8 种有机磷农药溶液在 0.08~1.6 $\mu\text{g/mL}$ 范围内有较好的线性, 有机氯及拟除虫菊酯类农药在 0.04~16 $\mu\text{g/mL}$ 范围内具有较好的线性。采用 $S/N=3$ 计算方法的检出限, $S/N=10$ 计算方法的定量下限, 结果见表 2。

对同一浓度的标准样品混合液平行进样 5 次, 相

对标准偏差为 0.3%~6.4%，对样品进行平行试验，两次平均测定的相对偏差小于 5%。

茶叶样品在进行前处理前加入一定浓度的标准品进行加标回收率实验，加标质量为 0.08、0.32、0.80 mg/kg，加标样品平行测定 5 次，计算相对标准偏差，

结果见表 2。由表可见，加标回收率为 66.6%~125.5%，相对标准偏差为 0.3%~6.4%。对实际铁观音样品进行检测，样品中含有三氯杀螨醇，联苯菊酯，氯氰菊酯农药，实际样品色谱图见图 2，农残对应序号见表 1，空白样品色谱图见图 3。

表 2 农药标准溶液的回归方程及样品加标回收率($n=5$)
Table 2 Regression equations of standards and their recoveries at different spiked concentrations ($n=5$)

化合物名称	回归方程	相关系数(r^2)	检出限(mg/kg)	定量限(mg/kg)	加标浓度(mg/kg)	回收率	相对标准偏差
敌敌畏	$Y=24980X-615.6$	0.998	0.01	0.03	0.08, 0.32, 0.80	83.4, 81.3, 107.4	5.1, 3.8, 4.1
甲胺磷	$Y=30350X-1992$	0.996	0.02	0.06	0.08, 0.32, 0.80	91.2, 102.7, 111.5	3.7, 4.0, 4.6
乙酰甲胺磷	$Y=1728X-2.23$	0.993	0.02	0.06	0.08, 0.32, 0.80	85.9, 90.9, 115.9	1.2, 0.3, 0.5
甲拌磷	$Y=23880X+145$	0.999	0.01	0.03	0.08, 0.32, 0.80	98.4, 94.6, 118.3	3.9, 4.5, 4.2
α -六六六	$Y=24330X-143$	0.999	0.005	0.015	0.08, 0.32, 0.80	90.5, 89.9, 110.6	4.8, 3.9, 6.2
乐果	$Y=5670X-170$	0.991	0.02	0.06	0.08, 0.32, 0.80	84.1, 72.8, 90.9	1.5, 0.5, 1.0
β -六六六	$Y=19660X-372.3$	0.999	0.005	0.015	0.08, 0.32, 0.80	87.2, 86.1, 120.3	4.8, 2.8, 3.2
γ -六六六	$Y=25400X-421.6$	0.999	0.005	0.015	0.08, 0.32, 0.80	88.9, 83.4, 103.5	0.8, 1.6, 2.3
δ -六六六	$Y=11780X-565.2$	0.993	0.005	0.015	0.08, 0.32, 0.80	90.2, 86.1, 100.9	1.5, 0.7, 1.6
杀螟硫磷	$Y=4307X-824$	0.998	0.01	0.03	0.08, 0.32, 0.80	84.2, 73.9, 123.1	0.9, 1.8, 2.8
毒死蜱	$Y=12900X-35.37$	0.998	0.01	0.03	0.08, 0.32, 0.80	70.4, 66.6, 99.9	5.1, 4.0, 4.5
水胺硫磷	$Y=27400X-1.81$	0.993	0.01	0.03	0.08, 0.32, 0.80	78.9, 86.1, 109.4	4.2, 3.5, 4.2
三氯杀螨醇	$Y=77620X-1970$	0.999	0.02	0.06	0.08, 0.32, 0.80	84.1, 72, 115.7	4.2, 0.9, 5.0
pp' -滴滴伊	$Y=37210X-400.6$	0.998	0.01	0.03	0.08, 0.32, 0.80	73.4, 70.3, 117.6	4.6, 3.1, 4.0
pp' -滴滴滴	$Y=156500X-4585$	0.998	0.01	0.03	0.08, 0.32, 0.80	69.4, 72.5, 110.5	3.8, 4.2, 6.4
op' -滴滴涕	$Y=47270X-1424$	0.995	0.01	0.03	0.08, 0.32, 0.80	81.2, 80.2, 109.9	2.9, 3.1, 5.5
pp' -滴滴涕	$Y=15281X-4215$	0.996	0.01	0.03	0.08, 0.32, 0.80	79.0, 81.2, 119.2	3.1, 4.1, 3.8
联苯菊酯	$Y=204500X-6842$	0.997	0.01	0.03	0.08, 0.32, 0.80	79.8, 77.6, 116.3	2.9, 3.5, 4.4
甲氰菊酯	$Y=28480X-1129$	0.994	0.01	0.03	0.08, 0.32, 0.80	84.9, 77.2, 106.1	2.9, 2.7, 3.5
三氟氯氰菊酯	$Y=30230X-1463$	0.997	0.01	0.03	0.08, 0.32, 0.80	90.4, 88, 118.8	4.1, 2.6, 3.7
氯菊酯	$Y=17500X-449.8$	0.997	0.02	0.06	0.08, 0.32, 0.80	77.2, 85.2, 116.1	5.3, 3.4, 5.0
氯氰菊酯	$Y=7121X-320.7$	0.992	0.01	0.03	0.08, 0.32, 0.80	80.5, 74.1, 102.5	1.9, 2.4, 3.3
氟氰戊菊酯	$Y=19880X-1107$	0.995	0.05	0.15	0.32, 0.80	84.1, 78, 97.5	2.9, 3.1, 4.5
氰戊菊酯	$Y=21630X-9869.8$	0.998	0.02	0.06	0.08, 0.32, 0.80	71.9, 82, 125.5	1.9, 2.1, 2.4
氟胺氰菊酯	$Y=18540X-811.8$	0.999	0.05	0.15	0.32, 0.80	76.8, 87.5, 94.5	2.8, 1.6, 2.3
溴氰菊酯	$Y=14270X-718.7$	0.994	0.05	0.15	0.32, 0.80	82.1, 70.0, 94.7	1.9, 2.3, 1.9

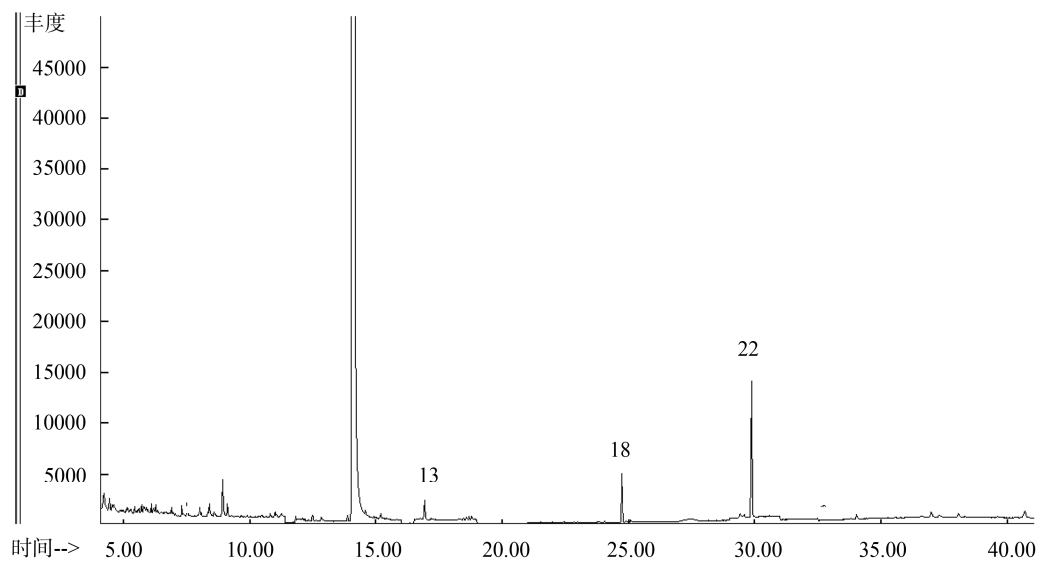


图 2 茶叶样品色谱图

Fig. 2 Chromatogram of tea sample

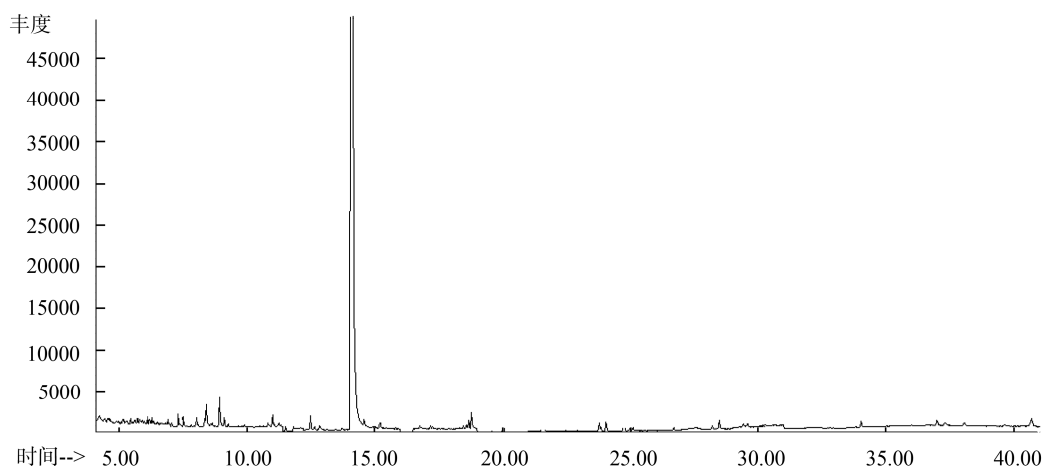


图 3 空白样品色谱图

Fig. 3 Chromatogram of blank sample

4 结 论

采用乙腈提取茶叶中的农药, 具有较高的提取效率, 提取需要的溶剂量小, 减少了环境的污染。采用多壁碳纳米管反复抽提净化, 净化后的样品直接进样, 净化效率高, 净化步骤快速、简单、易于操作, 避免了传统净化方法需要大量溶剂和进一步浓缩, 降低了提取净化过程中农药的分解, 提高了检测精度。26 种农药在 0.04~1.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内具有较好的线性。方法的检出限为 0.005~0.05 mg/kg , 定量下限

为 0.015~0.15 mg/kg 。采用该方法对茶叶样品进行加标回收率实验, 加标回收率在 66.6%~125.5%, 相对标准偏差为 0.3%~6.4%。

参考文献

- [1] 中华人民共和国农业部公告第 199 号[R].
The ministry of agriculture of the People's Republic of China announcement NO.199 [R].
- [2] 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 National food safety standard maximum residue

- limits for pesticides in food [S].
- [3] GB/T5009.103-2003 植物性食品中甲胺磷农药和乙酰甲胺磷农药残留量的测定[S].
GB/T5009.103-2003 Determination of methamidophos and acetate pesticide residues in vegetable foods [S].
- [4] GB/T5009.19-2008 食品中有机氯农药多组分残留量的测定[S].
GB/T5009.19-2008 Determination of organochlorine pesticide multiresidues in foods [S].
- [5] GB/T23204-2008 茶叶中519种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法[S].
GB/T23204-2008 Determination of 519 pesticides and related chemicals residues in tea GC-MS method [S].
- [6] 章晴, 陈士恒, 杨永坛. 分散固相萃取-气相色谱法测定茶叶中25种有机氯农药与拟除虫菊酯农药残留[J]. 分析仪器, 2013, 4: 16-22.
Zhang Q, Chen SH, Yang YT. Determination of 25 organochlorine and pyrethroid pesticide residues in tea by dispersive solid phase extraction-gas chromatography [J]. Anal Instrum, 2013, 4: 16-22.
- [7] 鲍治帆, 官兴丽, 谢吉林, 等. 分散固相萃取-气相色谱法快速测定茶叶中27种常见含卤素农药残留[J]. 食品科学, 2014, 35(10): 174-178.
Pao ZF, Guan XL, Xie JL, *et al.* Rapid Determination of 27 kinds of common halogen-containing pesticide residues in tea by dispersive solid-phase extraction and gas chromatography [J]. Food Sci, 2014, 35(10): 174-178.
- [8] 叶江雷, 金贵娥, 庄婉娥, 等. 分散固相萃取净化测定茶叶中20种农药残留的GC- μ ECD测定[J]. 分析实验室, 2011, 30(10): 115-119.
Ye JL, Jin GE, Zhuang WE, *et al.* Determination of 20 pesticide residues in tea by DSPE and GC- μ ECD [J]. Chin J Anal Lab, 2011, 30(10): 115-119.
- [9] 胡贝贞, 沈国军, 邵铁锋, 等. 加速溶剂萃取-气相色谱-负化学源质谱法测定茶叶中有机氯和拟除虫菊酯类农药残留量[J]. 分析实验室, 2009, 28(1): 80-83.
Hu BZ, Shen GJ, Shao TF, *et al.* Determination of organochlorine and pyrethroid pesticide residues in tea by accelerated solvent extraction and gas chromatography-negative chemical ionization-mass spectrometry [J]. Chin J Anal Lab, 2009, 28(1): 80-83.
- [10] 颜鸿飞, 李拥军, 王美玲, 等. 微波辅助萃取-分散固相萃取-气相色谱质谱法测定茶叶中23种农药残留[J]. 分析测试技术与仪器, 2013, 19(4): 206-213.
Yan HF, Li YJ, Wang ML, *et al.* Residual analysis of 23 pesticides in tea by microwave assisted extraction dispersive solid phase extraction purification and gas chromatography-mass spectrometry [J]. Anal Testing Technol Instrum, 2013, 19(4): 206-213.
- [11] 刘小文, 高熹, 肖春, 等. 气相色谱仪测定普洱茶中17种有机磷农药残留[J]. 食品工业科技, 2009, 30(10): 321-323.
Liu XW, Gao X, Xiao C, *et al.* Determination of 17 organophosphorus pesticide residues in pure tea by gas chromatography [J]. Sci Technol Food Ind, 2009, 30(10): 321-323.
- [12] Niu H, Shi Y, Cai Y, *et al.* Solid-phase extraction of sulfonyl urea herbicides from water samples with single-walled carbon nanotubes disk [J]. Microchim Acta, 2008, 164(3-4): 431-438.
- [13] Katsumata H, Matsumoto T, Kaneco S, *et al.* Preeconcentration of diazinon using multiwalled carbon nanotubes as solid-phase extraction adsorbents [J]. Microchem J, 2008, 88(1): 82-86.
- [14] Wang S, Zhao P, Min C, *et al.* Multi-residue determination of pesticides in water using multi-walled carbon nanotubes solid-phase extraction and gas chromatography - mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2007, 1165(1-2): 166-171.
- [15] 张玲金, 谢文明. 多壁纳米碳管固相萃取测定水中的有机氯农药[J]. 分析测试学报, 2004, 23(Z1): 258-261.
Zhang LJ, Xie WM. Multiwalled carbon nanotubes as a solid-phase extraction adsorbent for the determination of OCPs in water [J]. J Instrum Anal, 2004, 23(Z1): 258-261.
- [16] Min G, Wang S, Zhu H, *et al.* Multi-walled carbon nanotubes as solid-phase extraction adsorbents for determination of atrazine and its principal metabolites in water and soil samples by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Sci Total Environ, 2008, 396(1): 79-85.
- [17] 汪雨, 支辛辛, 张玲金. 利用碳纳米管固相萃取气相色谱法对水中有机氯农药和多氯联苯的测定[J]. 分析测试学报, 2008, 27(5): 493-496.
Wang Y, Zhi XX, Zhang LJ. Determination of polychlorinated biphenyls and organochlorine pesticides in water by GC with multiwalled carbon nanotubes as a solid-phase extraction adsorbent [J]. J Instrum Anal, 2008, 27(5): 493-496.
- [18] 赵海香, 贾艳霞, 丁明玉, 等. 多壁碳纳米管固相萃取净化气相色谱法分析蔬菜中有机氯和拟除虫菊酯农药残留[J]. 色谱, 2011, 29(5): 443-449.
Zhao HX, Jia YX, Ding MY, *et al.* Analysis of organochlorine pesticides and pyrethroid pesticides in vegetables by gas chromatography-electron capture detection coupled with solid-phase extraction using multiwalled carbon nanotubes as adsorbent [J]. Chin J Chromatogr, 2011, 29(5): 443-449.
- [19] 彭晓俊, 庞晋山, 邓爱华, 等. 改性多壁碳纳米管固相萃取-高效液相色谱法测定农产品中痕量残留的4种有机氯农药[J]. 色谱, 2012, 30(9): 966-970.

Peng XJ, Pang JS, Deng AH, *et al.* Determination of the trace residues of four organochlorine pesticides in agricultural products by high performance liquid chromatography with modified multi-walled carbon nanotubes as solid phase extraction adsorbent [J]. *Chin J Chromatogr*, 2012, 30(9): 966–970.

[20] Zhao PY, Wang L, Jiang YP, *et al.* Dispersive cleanup of acetoni-trile extracts of tea samples by mixed multiwalled carbon nano-tubes, primary secondary amine and graphitized carbon blacksorbents [J]. *J Agric Food Chem*, 2012, 60(16): 4026–4033.

[21] 冯月超, 马立利, 贾丽, 等. 多壁碳纳米管分散固相萃取-液质联用技术测定茶叶中草甘膦、草铵膦、氨基甲酸磷残留量 [J]. *食品安全质量检测学报*, 2014, 5(4): 1147–1154.

Feng YC, Ma LL, Jia L, *et al.* Determination of glyphosate, glu-

fosinate and aminomethylphonic acid residues in tea by liquid chromatography-tandem mass spectrometry using multi-walled carbon nanotubes as dispersive solid-phase extraction sorbent [J]. *J Food Saf Qual*, 2014, 5(4): 1147–1154.

(责任编辑: 金延秋)

作者简介



陈啟荣, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向食品安全检测。

E-mail: qrchen@163.com

“食品与现代生物技术”专题征稿函

生物技术既是历史悠久的传统技术, 也是充满活力与生机的现代高新技术。现代生物技术, 正在推动世界工业革命的进程, 也在以前所未有的速度冲击着人类固有的传统观念。随着生物技术理论和方法的不断趋于完善、成熟, 它对现代食品工业的影响也更加广泛而深入。生物技术在食品领域的应用, 包括在优质食品原料生产、食品加工与保藏、食品质量与安全控制、食品生产废弃物利用及改善和增加食品营养价值等方面, 都将日益显示其巨大的作用与意义。

鉴于此, 本刊特别策划“食品与现代生物技术”专题。专题将围绕基因工程、细胞工程、酶工程、发酵工程、分子生物学技术、免疫学技术、基因芯片和生物传感器等现代生物技术在食品加工生产与保藏保鲜及食品安全检测与控制的应用等方面展开, 基于技术原理、技术特点、优势与局限性、影响因素、工艺及设备、应用实践等各个方面展开讨论, 同时该专题也关注转基因食品的安全性评价与管理。本专题预计在 2016 年 5 月出版。

鉴于您在该领域的杰出成就, 本刊主编吴永宁研究员特邀请您撰稿, 综述、研究论文、研究简报等稿件形式均可, 以期为食品生物技术的推广应用、科研开发提供理论和实践指导。请您请在 2016 年 4 月 30 日前通过网站或 Email 投稿。我们将快速处理并优先发表。

感谢您的参与和支持! 盼您回复!

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.com

Email: jfoodsq@126.com

《食品安全质量检测学报》编辑部