

Florisil 固相萃取-气相色谱法测定蜂蜜中的 六六六、滴滴涕残留量

陈兴连^{1,2}, 耿慧春^{1,2}, 杨东顺^{1,2}, 方海仙^{1,2}, 梅文泉^{1,2*}

(1. 云南省农业科学院质量标准与检测技术研究所, 昆明 650223;

2. 农业部农产品质量监督检验测试中心(昆明), 昆明 650223)

摘要: **目的** 建立 Florisil 固相萃取-气相色谱法测定蜂蜜中六六六(hexachlorocyclohexane, HCH)、滴滴涕(dichlorodiphenyl trichloroethane, DDT)残留量的分析方法。**方法** 样品加水后利用乙腈提取残留农药, 选用 Florisil 柱中加入乙二胺-N-丙基硅烷(primary secondary amine, PSA)为净化材料, 以固相萃取方法净化样品, 以 DB-17 石英毛细管色谱柱分离, 采用气相色谱-电子捕获检测器测定, 以峰面积外标法定量。**结果** 8种农药在3个添加水平下的平均回收率在70.2%~97.4%之间, 相对标准偏差为1.2%~9.6%, 方法检出限为0.00006~0.0004 mg/kg, 均能达到农残分析的要求。**结论** 该方法具有操作简便、快速、准确的特点, 适用于蜂蜜中六六六、滴滴涕残留的分析。

关键词: 气相色谱法; 蜂蜜; 六六六; 滴滴涕; Florisil 固相萃取

Determination of hexachlorocyclohexane and dichlorodiphenyl trichloroethane in honey by florisil solid phase extraction-gas chromatography

CHEN Xing-Lian^{1,2}, GENG Hui-Chun^{1,2}, YANG Dong-Shun^{1,2}, FANG Hai-Xian^{1,2}, MEI Wen-Quan^{1,2*}

(1. *Quality Standardizing and Testing Technology Institute, Yunnan Academy of Agricultural Science, Kunming 650223, China*; 2. *Supervision & Testing Center for Farm Products Quality, Ministry of Agriculture (Kunming Section), Kunming 650223, China*)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determination of hexachlorocyclohexane (HCH) and dichlorodiphenyl trichloroethane (DDT) in honey by florisil solid phase extraction-gas chromatography. **Methods** The pesticides were extracted by acetonitrile after adding water, cleaned-up by solid phase extraction with florisil column added primary secondary amine (PSA), separated by the capillary columns of DB-17, detected by gas chromatography with electron capture detector(GC-ECD), and quantified by the external standard method. **Results** At different spiked levels, the average recoveries of 8 kinds of pesticides were in the range of 70.2%~97.4% with the relative standard deviations of 1.2%~9.6%, the limits of detection of the method were 0.00006~0.0004 mg/kg, which could meet the requirements for the analysis of pesticide residues. **Conclusions** This method is simple, rapid and accurate, and can be used for the analysis of HCH and DDT in honey.

基金项目: 云南省科技创新平台建设计划项目(公共科技服务项目)(2014DA001)

Fund: Supported by the Yunnan Platform Construction Science and Technology Plan Project (Public Service of Science and Technology) (2014DA001)

*通讯作者: 梅文泉, 研究员, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: wenquan_mei@hotmail.com

*Corresponding author: MEI Wen-Quan, Researcher, Institute of Agriculture Quality Standards & Testing Technique, Yunnan Academy of Agricultural Science, No.9, Xueyun Road, Wuhua District, Kunming 650223, China. E-mail: wenquan_mei@hotmail.com

KEY WORDS: gas chromatography; honey; hexachlorocyclohexane; dichlorodiphenyl trichloroethane; florisil solid phase extraction

1 引言

早在 20 世纪 30 年代, 六六六(hexachlorocyclohexane, HCH)、滴滴涕(dichlorodiphenyl trichloroethane, DDT)作为一类氯代芳烃衍生物相继问世, 这类农药因其价格低廉、杀虫效果显著, 曾被世界各国广泛用于农作物病虫害防治, 在人类生产中曾发挥过重大作用^[1-3]。但此类农药具有致畸、致癌、致突变作用^[4,5], 其衍生物、代谢物毒性强。尽管 20 世纪 70 年代末就已在全球范围内停止生产及使用, 由于其化学性质稳定, 半衰期长, 疏水性和亲脂性强, 一旦进入环境将大量富集并长期残留^[6-8], 至今还在水、土、农作物等样品中检出^[9]。蜜蜂采集了受此农药污染的蜜源植物会致使蜂蜜中有残留, 因此, 对蜂蜜中六六六、滴滴涕农药残留量的监测一直深受关注^[10,11]。

蜂蜜中含多种营养成份, 基质较复杂, 不利于分析物的提取、分离^[12], 提取和净化等样品前处理过程都对分析结果可靠性有很大影响。目前关于蜂蜜中六六六、滴滴涕的国家标准测定方法主要包括气相色谱法^[13]和气相色谱-质谱联用法^[14]等, 而这些方法的前处理提取和净化步骤繁琐, 耗费溶剂多, 耗时费力, 对实验人员伤害大。因此, 建立蜂蜜中六六六和滴滴涕的快速准确分析方法势在必行。

本研究拟在 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》^[15]和 QuEChERS 方法的基础上, 对样品提取和富集净化方式进行优化和改进, 通过 SPE 固相萃取柱和乙二胺-N-丙基硅烷(primary secondary amine, PSA)净化填料的合理组合, 采用 Florisil 固相萃取-气相色谱法确立蜂蜜中六六六和滴滴涕的快速提取、净化和测定方法。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

Agilent 6890N 气相色谱仪, 配备电子捕获检测器(美国安捷伦公司); 旋转蒸发器(德国海道尔夫公司); 电子天平(沈阳龙腾电子有限公司); 涡旋振荡器(美国 Thermo Scientific 公司); Florisil 固相萃取柱(规格: 6 mL, 1 g, 美国 SUPELCO 公司); 微孔有机相滤膜(孔径为 0.22 μm); PSA、 NH_2 、弗罗里硅土(中国迪马科技)。

乙腈、氯化钠(分析纯, 上海国药集团); 丙酮、正己烷(色谱纯, 美国 J.T.Baker); 纯净水(杭州娃哈哈公司); 六六六(α -666、 β -666、 γ -666 和 δ -666)、滴滴涕(OP-DDE、PP'-DDE、OP-DDT 和 PP'-DDD)。

蜂蜜购于当地超市。

2.2 实验方法

2.2.1 标准溶液的配制

取适量六六六、滴滴涕标准物质, 用正己烷稀释成 40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。根据各种农药在电子捕获检测器上的响应值, 准确吸取一定体积的各农药标准储备液, 用正己烷定容得到 α -666、 β -666、 γ -666 和 δ -666 浓度分别为 0.032、0.128、0.104 和 0.0544 $\mu\text{g}/\text{mL}$, OP-DDE、PP'-DDE、OP-DDT 和 PP'-DDD 浓度分别为 0.0620、0.0585、0.288 和 0.139 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标准溶液, 于 -20 $^{\circ}\text{C}$ 下保存。

2.2.2 样品前处理

称取 5.00 g 蜂蜜样品于 150 mL 具塞量筒中, 加入 10.0 mL 纯净水, 在旋涡混合器上混匀 2~3 min, 以获得均质溶液, 加 4~5 g 氯化钠与 25.0 mL 乙腈于量筒中, 旋涡混合器上混匀 2~3 min, 室温下静置 30 min, 分取 10.0 mL 于 150 mL 三角瓶中, 在旋转蒸发器上浓缩至近干, 加 1~2 mL 正己烷:丙酮(9:1, V:V), 待净化。

预先在氟罗里砂柱中加入 0.25~0.30 g PSA, 再加 5.0~6.0 mL 正己烷:丙酮(9:1, V:V)活化, 然后将上述待净化样品转入柱中, 用 10.0~12.0 mL 正己烷:丙酮(9:1, V:V)洗涤残渣后倒入柱中。收集的洗脱液于 40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中浓缩至近干, 正己烷定容至 2.0 mL, 上机测定。

2.2.3 色谱条件

色谱柱: DB-17; 检测器: 电子捕获检测器(electron capture detector, ECD); 柱箱采用程序升温: 初温 150 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2 min, 以 15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 270 $^{\circ}\text{C}$, 保持 17 min; 进样口温度: 200 $^{\circ}\text{C}$; 检测器温度 320 $^{\circ}\text{C}$; 载气(氮气)流速: 1.0 mL/min; 进样量: 1.0 μL 。以保留时间定性, 峰面积外标法定量。

3 结果与分析

3.1 样品前处理条件的优化

3.1.1 样品加水量及提取溶剂的选择

蜂蜜的基质较为复杂, 含糖量高且呈粘稠状, 含水量较低。根据欧盟对于农产品中农药残留的提取方法要求, 含水量少的农产品应在前处理之前加入适当的水以使其含水量适中, 以便于后续的提取。本研究比较了在蜂蜜样品中分别加入 0、5、10、15 和 20 mL 水时对于六六六和滴滴涕的提取效果, 都采用乙腈作为提取溶剂。实验结果表明, 当蜂蜜样品中不加入水时, 乙腈对于目标化合物的提取效率最低, 低于 50%, 随着加入水的体积不断增大, 目

标化合物的提取效率逐渐增大, 当加入 10 mL 水时达到了较好的提取效率。因此在对蜂蜜等类似样品进行前处理时, 若直接用有机试剂提取, 有部分目标农药可能会与其中的糖类通过一定的化学键结合或吸附, 而当加入适量的水时, 可以充分地溶解蜂蜜中的糖类, 使其中的目标农药充分地分散于溶液中, 从而提高了提取效率, 也利于后续的操作。

另一方面, 研究中还比较了乙腈和丙酮分别作为提取溶剂时的提取效果。结果表明, 丙酮的提取效率低于乙腈。由于丙酮在水中的溶解度大于乙腈, 即使在饱和的氯化钠水溶液中, 丙酮仍然有部分与水溶液混溶, 从而对目标化合物的提取效率比乙腈差; 此外, 丙酮的极性比乙腈小, 当丙酮作为提取溶剂时, 目标化合物常会与基质中的部分中等及小极性的烃类、杂醇、色素等干扰物质共流出, 使得提取溶液的颜色较深、干扰较大。因此, 选择乙腈作为提取溶液较为合适。

3.1.2 净化材料的选择

从加入一定浓度标准农药的蜂蜜样品提取液中取上层乙腈 5.0 mL 于 6 支 10 mL 的离心管中, 再分别加入 0.40 g PSA、PSA 与弗罗里硅土(1:1, *m:m*)、PSA 与 NH_2 (1:1, *m:m*)、弗罗里硅土、弗罗里硅土与 NH_2 (1:1, *m:m*)、 NH_2 , 涡旋混匀 2 min 后静置 10 min 以上, 取上层清液 2.0 mL 浓缩至近干, 加入 2.0 mL 正己烷溶解, 过膜后上机测定。测定结果表明, 上述 6 组材料中, PSA 与弗罗里硅土(1:1, *m:m*) 净化的样品杂质峰较少, 且对于目标化合物的回收较好, 其他 5 组材料净化的样品杂质峰较多, 对待测农药干扰较大, 且部分化合物的回收较差。通常情况下, NH_2 填料作为极性吸附剂, 能够有效地吸附基质中的大极性干扰物质, 本实验中, NH_2 填料的加入能够对蜂蜜中的大极性物质进行有效的吸附, 而 γ -666 相对于 α -666、 β -666 等六六六类化合物的极性较大, NH_2 填料的加入会对 γ -666 有一定的吸

附, 从而降低了回收效率。PSA 和弗罗里硅土都属于中等极性的吸附填料, 能够吸附大部分的中极性干扰物质, 对目标化合物的吸附较小。综上, 本研究净化材料主要选用 PSA 与弗罗里硅土。

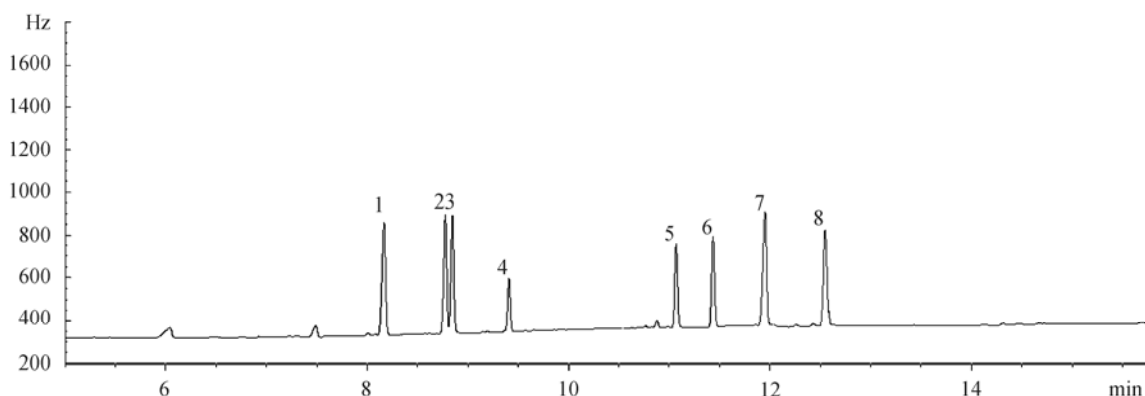
3.1.3 净化方法的选择

在上述优化结果的基础上, 实验中比较了空白样品提取液用 0.2 g PSA 与 0.5 g 弗罗里硅土, 按上述的方法和用 Florisil 柱中加入 0.4 g PSA, 按 2.2.2 固相萃取的方法进行样品净化实验。结果表明, 用加 PSA 的 Florisil 柱固相萃取的方法比加入 PSA 和弗罗里硅土的净化效果好, 样品中的杂质较少, 且对待测农药干扰也较小, 如图 1、2、3 所示。分析原因可能为 SPE 固相萃取柱是在重力作用下, 通过不同极性化合物之间不断的吸附和解吸附过程, 而最终达到一个较好的富集净化状态, 与没通过外力的吸附和解吸附过程相比, 具有更好的净化效果。

本研究比较了 florisil 柱中加入 PSA 和不加 PSA 条件下的样品净化实验。结果表明, 加入 PSA 的 florisil 固相萃取柱净化的样品杂质干扰较小, 如图 3 及图 4 所示。PSA 的加入能够有效去除蜂蜜中的糖类和色素等杂质, 8 种农药回收率在 73.5%~94.9% 之间, 相对标准偏差范围为 1.4%~4.5%, 满足农残检测对回收率的要求。综合上述优化结果, 本研究最终选用 florisil 柱中加入 PSA 为净化材料, 以固相萃取方法净化样品。

3.1.4 PSA 加入量的选择

在上述优化结果的基础上, 比较了向 florisil 柱中分别添加 0.10、0.15、0.20、0.25、0.30、0.35、0.40 和 0.45 g PSA 时的净化效果及回收率。结果表明, 随着 PSA 量的增加, 杂质峰逐渐降低, 但农药回收率受 PSA 量的影响可忽略, 综合考虑蜂蜜基质杂质的不同及实验成本, PSA 最终添加量确定为 0.25~0.30 g。



1: α -666; 2: γ -666; 3: β -666; 4: δ -666; 5: OP-DDE; 6: PP'-DDE; 7: OP-DDT; 8: PP'-DDD

图 1 六六六、滴滴涕标准农药的色谱图

Fig. 1 Chromatogram of HCH and DDT

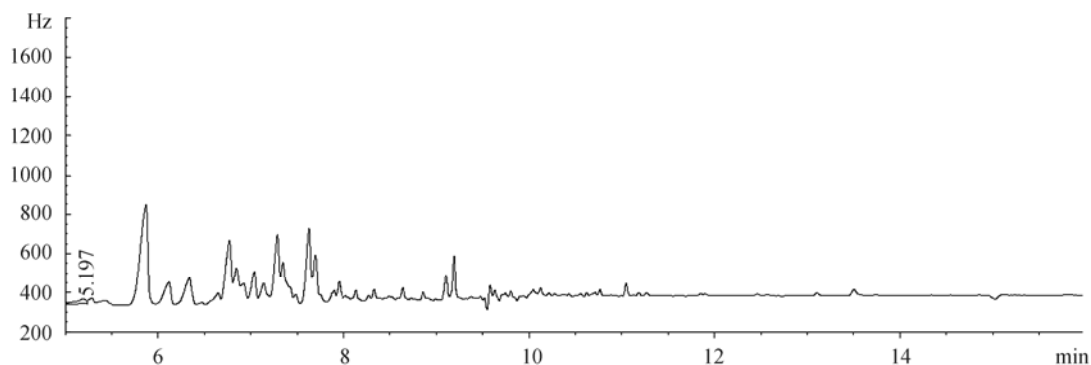


图 2 弗罗里硅土与 PSA 混合净化的蜂蜜空白样品色谱图

Fig. 2 Chromatogram of honey without pesticides purified by florisol and PSA

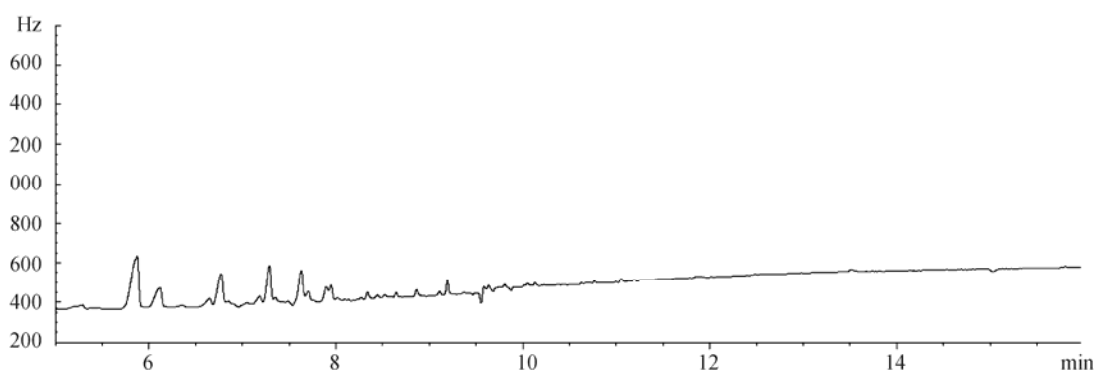


图 3 Florisil 柱中加 PSA 净化的蜂蜜空白样品色谱图

Fig. 3 Chromatogram of honey purified by florisol column added PSA

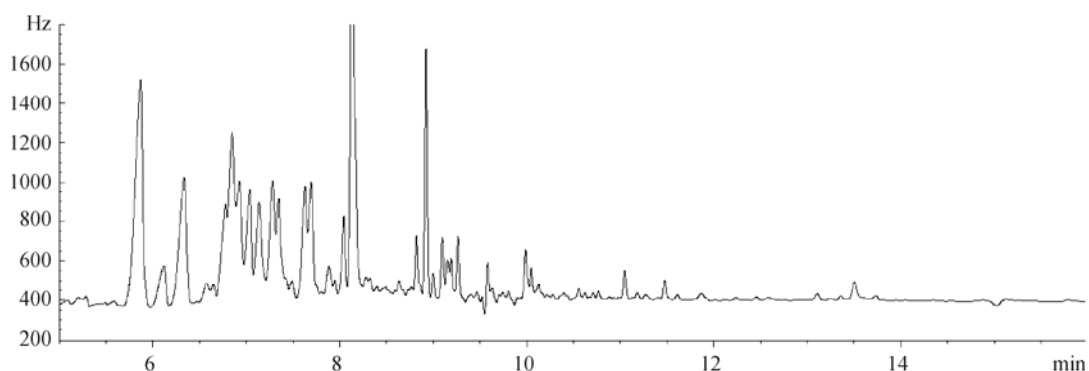


图 4 Florisil 柱净化的蜂蜜空白样品色谱图

Fig. 4 Chromatogram of honey without pesticides purified by florisol column

3.2 8 种农药在蜂蜜中的相对标准偏差

选择空白蜂蜜基质进行检出限和定量限的实验, 通过 3 倍和 10 倍信噪比(S/N)分别确定其检出限和定量限。同时称取空白蜂蜜样品 10 份, 每份 5.00 g, 一份为空白对照, 其余 9 份分成 3 组, 每组 3 份, 第一组每份加入 2.2.1 配制的混合标液 0.104 mL, 第二组加入 0.30 mL, 第三组加入 1.0 mL(各组农药添加浓度见表 1), 放置 1 h 待农药充

分浸入到蜂蜜中后再向每份中加入 10.0 mL 蒸馏水, 涡漩使其充分混匀, 按 2.2.2 的步骤处理后上机, 测定方法回收率、相对标准偏差(见表 1)。从表 1 可以看出, 8 种农药在 3 个添加水平下的平均回收率在 70.2%~97.4%之间, 相对标准偏差为 1.2%~9.6%, 检出限为 0.00006~0.0004 mg/kg, 定量限为 0.0003~0.002 mg/kg, 平均能达到农药残留分析的要求。

表 1 8 种农药的加标回收率、检出限及相对标准偏差结果
Table 1 Results of recoveries, detection limits and relative standard deviations of 8 kinds of pesticides

农药名称	添加浓度 (mg/kg)	回收率 (%)	相对标准 偏差(%)	添加浓度 (mg/kg)	回收率 (%)	相对标准 偏差(%)	添加浓度 (mg/kg)	回收率 (%)	相对标准 偏差(%)	检出限 (mg/kg)	定量限 (mg/kg)
α -666	0.00067	70.2	2.4	0.0019	73.5	2.9	0.0064	77.4	8.4	0.00006	0.0003
β -666	0.0027	81.6	5.1	0.0077	89.8	1.4	0.0256	94.7	1.2	0.0001	0.0005
γ -666	0.0022	77.8	8.1	0.0062	81.2	2.9	0.0208	81.9	6.5	0.00006	0.0003
δ -666	0.0011	79.6	9.6	0.0033	84.3	4.5	0.0109	87.1	3.3	0.00008	0.0003
OP-DDE	0.0013	90.7	5.9	0.0037	90.1	2.7	0.0124	97.4	4.3	0.0002	0.0008
PP'-DDE	0.0012	79.7	6.2	0.0035	84.4	1.4	0.0117	81.8	1.5	0.0001	0.0004
OP-DDT	0.0060	87.8	8.9	0.017	94.9	1.7	0.0576	94.2	5.9	0.0004	0.002
PP'-DDD	0.0029	89.1	3.9	0.0083	90.9	1.8	0.0277	88.1	3.0	0.00008	0.0004

4 结 论

用本方法测定蜂蜜中六六六、滴滴涕农药残留, 试样加水后经乙腈提取、浓缩, 通过比较不同净化材料及不同净化方法对杂质的去除效果, 最终确定弗罗里砂柱中加入 PSA 的固相萃取方式净化。本方法操作简便, 能有效去除糖类、色素等大量杂质, 净化效果好, 溶剂用量少, 样品前处理时间短, 各组分回收率及精密度均满足农药残留检测的要求。该方法的建立能够更加有效地监控蜂蜜中的农药残留, 具有很好的应用价值。

参考文献

- [1] Bruzzoniti MC, Checchini L, De Carlo RM, *et al.* QuEChERS sample preparation for the determination of pesticides and other organic residues in environmental matrices: a critical review [J]. *Anal Bioanal Chem*, 2014, 406(17): 4089–4116.
- [2] 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 organochlorine, organophosphorus and organophosphorus pesticides residues in tea by gas chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2014, 5(8): 2500–2511.
- [3] 张建平. 超声波溶剂提取-气相色谱法测定烟草及烟草制品中 19 种有机氯农药残留[J]. *分析科学学报*, 2012, 28(3): 377–379.
Zhang JP. Determination of 19 organochlorine pesticides residues in tobacco and tobacco products by ultrasonic solvent extraction and gas chromatography [J]. *J Anal Sci*, 2012, 28(3): 377–379.
- [4] 刘明阳, 刘建华, 张颢等. 我国有机氯污染物污染现状及监控对策[J]. *环境科学与技术*, 2004, 27 (3):108–110.
Liu MY, Liu JH, Zhang F, *et al.* Present situation and control countermeasures of organochlorine pollution in China [J]. *Environ Sci Technol*, 2004, 27(3): 108–110.
- [5] 吕晓磊, 王立, 马放, 等. 污灌湿地六六六和滴滴涕残留现状及来源分析[J]. *哈尔滨工业大学学报*, 2012, 44 (6): 28–32.
Lv XL, Wang L, Ma F, *et al.* The analysis of the status and sources of 666 and DDT residues in sewage irrigation wetland [J]. *J Harbin Inst Technol*, 2012, 44(6): 28–32.
- [6] 何浩. 气相色谱法快速测定食品中多种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药残留量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2016, (3): 1063–1068.
He H. Rapid determination of organochlorine pesticides, organophosphorus pesticides residues in foods by gas chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2016, (3): 1063–1068.
- [7] 王雁, 何伟, 秦宁, 等. 巢湖表层沉积物中有机氯农药的残留与风险[J]. *环境科学学报*, 2012, 32 (3): 308–316.
Wang Y, He W, Qin N, *et al.* Organochlorine pesticide residues and risk in the surface sediments of Chaohu [J]. *J Environ Sci*, 2012, 32(3): 308–316.
- [8] Li S, Yang X, Hu L, *et al.* Directly suspended-solidified floating organic droplets for the determination of fungicides in water and honey samples [J]. *Anal Method*, 2014, 6(18): 7510–7517.
- [9] Fan C, Li N, Cao X. Determination of chlorophenols in honey samples using in-situ ionic liquid-dispersive liquid-liquid microextraction as a pretreatment method followed by high-performance liquid chromatography [J]. *Food Chem*, 2015, 174: 446–451.
- [10] Shamsipur M, Yazdanfar N, Ghambarian M. Combination of solid-phase extraction with dispersive liquid-liquid microextraction followed by GC-MS for determination of pesticide residues from water, milk, honey and fruit juice [J]. *Food Chem*, 2016, 204: 289–297.
- [11] 林竹光, 金珍, 马玉, 等. 气相色谱-质谱法分析蜂蜜中多种有机氯农药残留[J]. *分析实验室*, 2006, 25(6): 12–17.
Lin ZG, Jin Z, Ma Y, *et al.* Multiresidue determination of organochlorine pesticides in honey by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Lab*, 2006, 25(6): 12–17.
- [12] 张晓燕, 郑定钊, 袁芳, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定蜂蜜中的红霉素及其代谢物[J]. *分析测试学报*, 2013, 32 (9): 1131–1134.
Zhang XY, Zheng DZ, Yuan F, *et al.* Determination of erythromycin and its metabolites in honey by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Instrum Anal*, 2013, 32 (9): 1131–1134.
- [13] SN 0130-92 出口蜂产品中六六六、滴滴涕残留量检验方法[S].
SN 0130-92 Testing methods for amount of 666 and DDT residues in

exported bee products [S].

- [14] GB/T 19426-2006 蜂蜜、果汁和果酒中 497 种农药及相关化学残留量的测定[S].

GB/T 19426-2006 Determination of 497 kinds of pesticide and related chemical residues in honey, fruit juice and wine [S].

- [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 organophosphorus pesticides, organochlorine pesticides, pyrethroid pesticides and carbamate pesticides in vegetables and fruits [S].

(责任编辑: 姚 菲)

作者简介



陈兴连, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: 15288288942@163.com

梅文泉, 研究员, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: wenquan_mei@hotmail.com

《粮油产品质量安全专题》征稿函

小麦、水稻、大豆等粮油产品是我国人民广泛食用的主要农产品, 在人们日常饮食中占据着非常重要的主导地位, 特别是对中国以植物类食品为主的国家来说, 具有无可替代的作用。粮油产品质量安全关系到每个人的日常生活, 具有十分重要的意义。

鉴于此, 本刊特别策划了“**粮油产品质量安全**”专题, 由江南大学食品学院王兴国教授担任专题主编, 围绕(1)粮油产品营养指标、储存指标、卫生指标、微生物指标等质量安全关键安全因子的快速检测; (2)粮油掺伪技术; (3)农产品质量安全追溯体系; (4)无公害农产品、绿色食品以及有机农产品开发; (5)产前、产中和产后的标准化管理体系、产后农户储粮技术和流通管理; (6)粮油食品质量安全风险评估、管理法律法规、监管现状及问题或您认为本领域有意义的问题进行论述, 计划在 2017 年 5 月份出版。

鉴于您在该领域丰富的研究经历和突出的学术造诣, 本刊特邀请您为本专题撰写稿件, 综述、研究论文、研究简报均可, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。请在 2017 年 3 月 15 日前通过网站或 Email 投稿。我们将快速处理并经审稿合格后优先发表。

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.com

E-mail: jfoods@126.com

《食品安全质量检测学报》编辑部