

高效萃取吸管-在线凝胶色谱-气相色谱-质谱法 测定淡水鱼中的农药残留量

马丽芳*, 胡贵祥, 夏 祥

(南昌市疾病预防控制中心, 传染病预防控制国家重点实验室研究基地, 南昌 330038)

摘 要: **目的** 建立一种在线凝胶色谱-气相色谱-质谱(gel permeation chromatography coupled with gas chromatography-mass spectrometry, GPC-GC/MS)联用法测定淡水鱼中农药残留的检测方法。**方法** 采用超声辅助技术和高效萃取吸管法对南昌地区淡水鱼样品净化处理, 以乙腈为提取液, 采用氯化钠去除水分后, 经在线 GPC-GC-MS 系统进样分析, 选择离子检测方式定量检测。**结果** 25 种化合物的质量浓度在一定范围内与其对应的峰面积有良好的线性关系, 相关系数大于 0.996, 方法的检出限为 $9.1 \times 10^{-5} \sim 3.1 \times 10^{-1}$ mg/kg。以空白样品为基体进行加标回收实验, 回收率为 71.4%~103.2%, 相对标准偏差小于 9%。**结论** 该方法前处理简单快速, 灵敏度高, 有机溶剂使用量少, 适用于淡水鱼中农药残留的检测。

关键词: 高效萃取吸管; 在线凝胶色谱-气相色谱-质谱; 淡水鱼; 农药残留

Determination of pesticide residues in freshwater fish by disposable pipette extraction-online gel chromatography gas chromatography coupled with mass spectrometry

MA Li-Fang*, HU Gui-Xiang, XIA Xiang

(The Collaboration Unit for Field Epidemiology of State Key Laboratory for Infectious Disease Prevention and Control, Nanchang Center for Disease Control and Prevention, Nanchang 330038, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of pesticide residues in freshwater fish by online gel permeation chromatography coupled with gas chromatography-mass spectrometry(GPC-GC/MS). **Methods** The samples in Nanchang area were purified by ultrasonic assisted technology and high efficiency extraction pipette, extracted with acetonitrile, removed water by sodium chloride, then analyzed by online GPC-GC-MS, quantitated by selected ion monitoring. **Results** The mass concentration of 25 compounds has a good linear relationship with its corresponding peak area within a certain range, and the correlation coefficient was greater than 0.996. The limits of the detection method were $9.1 \times 10^{-5} \sim 3.1 \times 10^{-1}$ mg/kg. The blank sample was used as the matrix for the standard recovery experiment. The recovery rates were 71.4%–103.2%, and the relative standard deviation was less than 9%. **Conclusion** The method is simple and rapid in pretreatment, sensitive, less organic solvent used and is suitable for the detection of pesticide residues in freshwater fish can be used.

基金项目: 江西省卫计委科技计划(20162009)

Fund: Supported by Science and Technology Plan of Jiangxi Provincial Health Planning Commission (20162009)

*通讯作者: 马丽芳, 主管技师, 主要研究方向为理化检验。E-mail: maryfang135@163.com

*Corresponding author: MA Li-Fang, Technician, Nanchang Center for Disease Control and Prevention, Nanchang 330038, China. E-mail: maryfang135@163.com

KEY WORDS: disposable pipette extraction; online gel permeation chromatography coupled with gas chromatography-mass spectrometry; freshwater fish; pesticide residues

1 引言

水产品具有高蛋白低脂肪、营养均衡性好等特点,是人类摄取动物性蛋白的重要来源之一。随着现代工业的迅速发展和大量使用农药,使得水生动物养殖和捕捞环境不断恶化,大大影响水产品品质,严重威胁消费者的健康^[1]。被农药残留污染的水产品被长期食用会通过富集作用积累,达到一定程度对机体产生明显的毒害作用。因此,对水产品中农药残留的检测非常必要。

目前,国内外关于水产品中农药残留检测的方法很多,主要有气相色谱法(gas chromatography, GC)^[2-7]、气相色谱-质谱法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)^[8-11]、高效液相色谱-串联质谱法(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)^[12,13]。由于水产品基质中含有大量的蛋白质和脂肪,对农药提取、净化和检测带来很大困扰。目前,多组分农药和其他农用化学品残留分析过程中,主要是采用超临界萃取(supercritical fluid extraction, SFE)、振荡均质、加速溶剂萃取(accelerated solvent extraction, ASE)等技术进行样品提取,采用液-液分配、凝胶渗透色谱(gel permeation chromatography, GPC)固相萃取柱(solid phase extraction, SPE)等技术进行样品净化^[14,15]。高效萃取吸管法(disposable pipette extraction, DPX)^[16]是一种新的前处理技术,能快速、低量地从各种来源的样本中萃取分析物,具有溶剂使用量少,不需要离心、浓缩等步骤就可以从溶液中除去吸附剂和盐类等颗粒物质,操作简单方便,污染小,可分析农药种类多,分析速度快等优点^[17],在水果、蔬菜、土壤等领域中的农药残留分析有着广泛的应用^[18-20]。但用于水产品中农药残留的检测相关报道较少。

本研究采用 QuEChERS 半自动 DPX 萃取吸管(DPX-Q)提取淡水鱼中的农药残留,通过在线 GPC-GC-MS 建立一种新的淡水鱼中 25 种农药残留的快速检测方法。该方法具有简单易操作、快速、溶剂消耗量小、环保等优点,是一种值得推广的绿色检测方法,为今后水产品中的农药残留检测提供一种新的方法,对保障食品安全和保护人类身体健康都具有重要的意义。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

在线凝胶色谱-气相色谱-质谱系统(包括 EV-200AC 凝胶渗透色谱柱, 2 mm×150 mm, 2010 plus 气相色谱-质谱, 日本岛津公司); KQ-500DB 型数控超声仪(昆山市超声仪器

有限公司); Eppendorf 5430 小型高速离心机(德国艾本德公司); MS3BS25 涡旋振荡器(德国 IKA 公司); DPX-Q 高效萃取吸管(5 mL, 美国 DPX 公司)。

标准品: 固体内标物 D₁₀-毒死蜱(纯度为 99.55%)、农药氟虫腈砒(纯度为 98.23%)(德国 LGC Labor GmbH 公司); 吡啶醚菌酯(纯度为 99.5%, 德国 Dr.Ehrenstorfer GmbH 公司); 氟虫腈亚砒(纯度为 98.2%)、异菌脲(纯度为 97.7%)、氟甲腈(纯度为 98.1%)、氟虫腈(纯度为 99.1%)(美国 CATO Research Chemicals Inc 公司); 其余 19 种农药标准品(浓度均为 100 mg/L, 农业部环境保护科研监测所); 乙腈(农残级, 美国 ACS 恩科化学); 环己烷(农残级, 美国 ACS 恩科化学); 丙酮(农残级, 美国 ACS 恩科化学); 氯化钠(优级纯, 上海国药集团)。

实际样品来源: 草鱼、鲫鱼、鲈鱼均购于农贸市场。

2.2 实验方法

2.2.1 样品提取

将鱼肉可食部分捣碎匀浆, 称取 5 g(精确至 0.001 g)样品至 50 mL 具塞聚四氟乙烯离心管中, 加入内标物 D₁₀-毒死蜱 100 µg/mL 5 µL 然后加入 10 mL 乙腈, 涡旋混匀 1 min, 室温超声 15 min, 加入 0.5 g 氯化钠立即涡旋混匀 1 min, 以 6000 r/min 转速离心 10 min, 吸取 2.0 mL 乙腈溶液到另一试管中待用。

2.2.2 样品净化

将 5 mL DPX-Q 吸管套在 DPX 专用注射筒上, 然后吸取试管中全部乙腈溶液, 净化后的溶液转到 15 mL 聚四氟乙烯离心管中, 氮气浓缩近干, 最后用丙酮: 环己烷(3:7, V/V)定容到 1 mL, 涡旋, 离心转移到自动进样小瓶中, 用于上机进样检测。

2.2.3 标准溶液的配制

内标物: 将固体内标物 D₁₀-毒死蜱用丙酮-环己烷(3:7, V/V)配成浓度为 100 mg/L 的溶液;

将固体氟虫腈砒、吡啶醚菌酯、氟虫腈亚砒、异菌脲、氟甲腈、氟虫腈用丙酮-环己烷(3:7, V/V)分别配制成浓度为 100 mg/L 的标准溶液;

标准中间液: 吸取浓度为 100 µg/mL 标准溶液 500 µL 于 25 mL 容量瓶中, 用丙酮-环己烷(3:7, V/V)定容至刻度, 得标准中间液浓度为 2.0 µg/mL。

标准系列: 分别吸取浓度为 2.0 µg/mL 的标准中间液 0.25、0.50、1.50、2.00、2.50、5.00 mL 以及内标物 D₁₀-毒死蜱 100 µg/mL 10 µL 于 10 mL 容量瓶中, 再用丙酮-环己烷(3:7, V/V)定容至刻度, 配制浓度分别为 0.05、0.1、0.2、0.5、1.0 µg/mL 系列标准溶液。

2.2.4 GPC-GC-MS 分析条件

1) GPC 条件

GPC 柱: EV-200AC 凝胶渗透色谱柱 (2 mm×150 mm×16 μm); 进样量: 10 μL; 流动相: 丙酮-环己烷 (3:7, V/V); 流速: 0.1 mL/min; 柱温: 40 °C。

2) GC-MS 条件

色谱柱: 预柱: 惰性石英管: 5 m×0.53 mm; 分析柱: DB-5MS: 25 m×0.25 mm×0.25 μm; 进样口温度: 120 °C保持 4.5 min, 然后以 80 °C/min 升至 250 °C, 保持 28.87 min; 程序升温: 初始温度 82 °C保持 5 min, 然后以 8 °C/min 升至 280 °C保持 5.25 min; 柱流速: 1.75 mL/min; 载气: 氦气, 纯度≥99.999%; 离子源温度: 200 °C; 接口温度: 250 °C; 选择 SIM 下定量离子绘制校准曲线, 分析实际样品。

2.2.5 基质效应

将同浓度的标准溶液和经高效萃取吸管处理后基质的样品溶液, 进入在线 GPC-GC-MS。根据分子量的不同, 将油脂等干扰成分与农药分离, 通过六通阀的转换有效截取含有农药残留部分的馏分, 导入试样定量捕集环, 最后在程序升温气化(programmed temperature vaporization, PTV)进样口内进行 GC-MS 分离检测。

2.2.6 提取条件的优化

按 2.2.1 方法将称取的样品超声后, 分别加入氯化钠和氯化钠、无水硫酸镁混合物, 涡旋超声后经 DPX 净化处理, 氮吹浓缩进样检测, 计算回收率。

2.2.7 加标回收实验

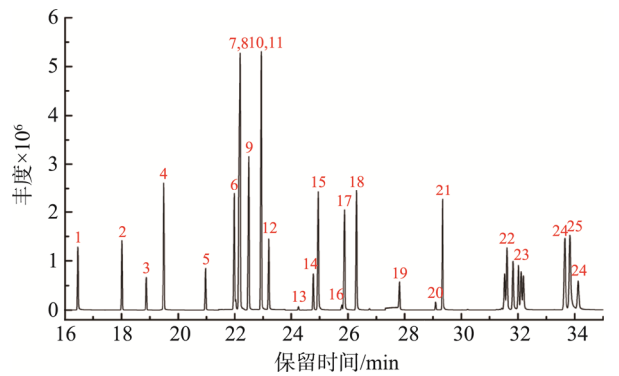
选用草鱼样品若干份, 加入混合标准溶液, 加标水平

为 0.15、0.30、0.60 mg/kg 3 个浓度水平按照上述实验条件进行检测。

3 结果与分析

3.1 25 种农药的 SIM 色谱图

25 种农药混合标准溶液的色谱图见图 1。25 种农药的定量离子、定性离子及保留时间见表 1(峰号 1~25 所对应的化合物名称同表 1)。



注: 1-氧乐果; 2-甲拌磷; 3-五氯硝基苯; 4-百菌清; 5-氟虫腈亚砷; 6-甲拌磷亚砷; 7-毒死蜱; 8-甲拌磷砷; 9-水胺硫磷; 10-氟甲腈; 11-甲基异柳磷; 12-氟虫腈; 13-α-硫丹; 14-氟虫腈砷; 15-腈菌唑; 16-β-硫丹; 17-恶霜灵; 18-三唑磷; 19-硫丹硫酸酯; 20-异菌脲; 21-氯氟氰菊酯; 22-氟氯氰菊酯; 23-氯氰菊酯; 24-氰戊菊酯; 25-吡啶醚菊酯

图 1 25 种农药混合标准溶液的色谱图

Fig.1 Chromatogram of mixed standard solution of 25 pesticides

表 1 25 种农药定量、定性离子及保留时间
Table 1 Retention time and characteristic ions of 25 pesticides

峰号	化合物	定量离子/(m/z)	定性离子/(m/z)	保留时间/min
1	氧乐果	110	156, 79, 126	16.440
2	甲拌磷	260	121, 231, 153	18.000
3	五氯硝基苯	295	237, 249	18.860
4	百菌清	266	264, 268	19.470
5	氟虫腈亚砷	388	333, 390	20.920
6	甲拌磷亚砷	97	125, 153, 199	21.950
7	毒死蜱	314	258, 286	22.140
8	甲拌磷砷	153	97, 125, 199	22.140
9	水胺硫磷	136	121, 230.00	22.465
10	氟甲腈	351	353, 55	22.905
11	甲基异柳磷	58	199, 121	22.905
12	氟虫腈	367	369, 213	23.170
13	α-硫丹	242	408, 302, 374	24.230

续表 1

峰号	化合物	定量离子/(<i>m/z</i>)	定性离子/(<i>m/z</i>)	保留时间/min
14	氟虫腈砒	383	385, 255	24.730
15	腈菌唑	179	150, 181	24.920
16	β -硫丹	242	406, 336, 370	25.765
17	恶霜灵	105	163, 45	25.840
18	三唑磷	161	172, 257	26.275
19	硫丹硫酸酯	386	98, 185, 352	26.735
20	异菌脲	314	187, 189	27.805
21	氯氟氰菊酯-1	181	197, 141	29.095
21	氯氟氰菊酯-2	181	197, 141	29.330
22	氟氯氰菊酯-1	163	206, 226	31.515
22	氟氯氰菊酯-2	163	206, 226	31.590
23	氯氰菊酯-1	163	181, 165	31.810
	氯氰菊酯-2	163	165, 181	32.000
	氯氰菊酯-3	163	181, 165	32.100
	氯氰菊酯-4	163	165, 181	32.180
24	氰戊菊酯-1	167	225, 181	33.630
	氰戊菊酯-2	167	225, 181	34.110
25	吡啶醚菌酯	132	164, 111	33.815

3.2 基质效应的考察

按 2.2.5 实验方法考察基质效应。由于鱼类产品油脂含量高,成分复杂,在相同的条件下将同浓度的标准和处理好的样品分别进行检测,结果见图 2,实验表明,由于基质效应,会有杂峰、峰形不好,进而影响分离效果。所以本研究中加入内标来补偿基质效应,提高了回收率。

3.3 提取条件的优化

按 2.2.6 实验方法对提取条件进行优化,实验表明,加入氯化钠比加入氯化钠和无水硫酸镁的混合物回收率提高近 5%(结果见表 2)。提取液中含有大量的水与无水硫酸镁接触瞬间结成块状,被包裹在结块里层的无水硫酸镁就达不到好的除水效果,会降低农药转入到乙腈层的效率,直接影响到净化效果。因此本实验采用乙腈超声后加入氯化钠盐析涡旋振荡 1 min,经 DPX 高效萃取吸管净化,大大提高提取效果。

3.4 相关系数和检出限

按“2.2.3”所述方法配制一系列不同浓度混合标准溶液,在“2.2.4.1”所述的 GPC 条件和“2.2.4.2”所述的质谱条件下对混合物标准溶液进行测定,以定量离子峰面积 *Y* 为纵坐标,对应农药浓度 *X* 为横坐标进行线性回归分析;以 3 倍信噪比计算检出限(limit of detection, LOD),按照

S/N=10 计算得出定量限(limit of quantitation, LOQ)结果见表 3。

3.5 回收率和精密度

按照上述 2.2.7 的实验条件,选用草鱼样品若干份(已测得这样的农药残留本底值为空白),对样品进行低、中、高 3 种浓度分别为 0.15、0.30、0.60 mg/kg 的加标回收率实验,每个添加水平做 6 个平行,求平均回收率及相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)。结果见表 4,测得的加标回收率与相对标准偏差(RSD)分别为 71.4%~103.2%和 1.1%~8.6%。

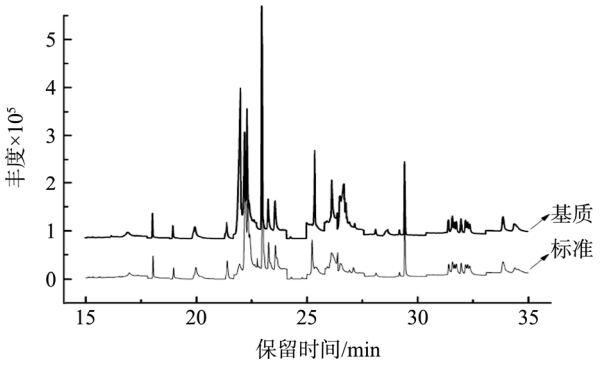


图 2 基质效应对 25 种农药响应值的影响
Fig.2 Effect of matrix effect on response values of 25 pesticides

表 2 提取剂优化效果比较($n=6$)
Table 2 Comparison of the optimization effects of extractant ($n=6$)

化合物名称	提取剂氯化钠(回收率/%) (RSD/%)		提取剂氯化钠和无水硫酸镁(回收率/%) (RSD/%)	
氧乐果	88.5	3.6	83.9	4.6
甲拌磷	88.8	2.8	84.1	2.8
五氯硝基苯	94.3	4.9	89.2	3.3
百菌清	92.3	2.9	87.1	4.5
氟虫腈亚砷	99.1	4.2	95.0	3.1
甲拌磷亚砷	93.8	3.9	88.5	1.3
毒死蜱	90.8	3.2	85.6	2.6
甲拌磷砒	92.9	2.2	87.3	1.8
水胺硫磷	89.0	1.8	84.6	2.4
氟甲腈	89.7	2.0	84.6	4.0
甲基异柳磷	97.6	3.3	92.8	2.4
氟虫腈	93.7	4.1	88.5	1.5
α -硫丹	87.9	1.1	83.1	2.7
氟虫腈砒	101.3	2.3	96.5	2.6
腈菌唑	100.5	3.1	95.0	3.5
β -硫丹	88.3	1.6	83.0	2.4
恶霜灵	91.7	2.3	87.1	1.7
三唑磷	103.2	1.8	98.0	2.3
硫丹硫酸酯	98.5	3.1	92.6	3.9
异菌脲	98.2	1.9	93.0	2.0
氯氟氰菊酯	100.9	1.6	96.1	3.2
氟氯氰菊酯	96.1	2.6	91.0	1.7
氯氰菊酯	98.4	4.3	93.5	2.6
氰戊菊酯	88.3	3.8	82.5	3.3
吡啶醚菌酯	96.1	2.6	90.2	1.8

表 3 25 种农药线性参数及检出限、定量限
Table 3 Linearity parameters, detection limits and limits of quantification of 25 pesticides

农药名称	线性回归方程	相关系数 r /	检出限 LOD/(mg/kg)	定量限 LOQ/(mg/kg)
氧乐果	$Y=3.467831X-0.1504807$	0.996	0.00038	0.00114
甲拌磷	$Y=2.76377X-2.784761e-002$	0.9995	0.00037	0.00111
五氯硝基苯	$Y=1.553964X-3.28461e-002$	0.9994	0.00085	0.00255
百菌清	$Y=10.3417X-0.2602568$	0.998	0.00010	0.00030
氟虫腈亚砷	$Y=2.639873X+4.01664e-002$	0.9995	0.00034	0.00102
甲拌磷亚砷	$Y=5.728348X-0.2404034$	0.997	0.0033	0.0099
毒死蜱	$Y=5.563932X+9.915257e-002$	0.9997	0.00016	0.00048
甲拌磷砒	$Y=11.77344X+7.015696e-002$	0.9998	0.00019	0.00057

续表 3				
农药名称	线性回归方程	相关系数 r /	检出限 LOD/(mg/kg)	定量限 LOQ/(mg/kg)
水胺硫磷	$Y=15.98843X-0.2688013$	0.9999	0.000091	0.000273
氟甲腈	$Y=3.802104X+0.1269402$	0.998	0.00024	0.00072
甲基异柳磷	$Y=22.27773X+0.4303231$	0.9994	0.00040	0.0012
氟虫腈	$Y=5.385989X-1.941011e-002$	0.9999	0.00025	0.00075
α -硫丹	$Y=0.7057325X+2.407656e-002$	0.998	0.0018	0.0054
氟虫腈砒	$Y=2.566553X+5.729471e-002$	0.9994	0.0011	0.0033
腈菌唑	$Y=11.79858X+0.1228265$	0.9996	0.00015	0.00045
β -硫丹	$Y=0.5738803X+1.77589e-002$	0.998	0.0015	0.0045
恶霜灵	$Y=5.976928X+0.1470495$	0.9994	0.00035	0.00105
三唑磷	$Y=11.23677X-6.148522e-002$	0.9999	0.00031	0.00093
硫丹硫酸酯	$Y=0.1483385X+2.836653e-003$	0.9997	0.0034	0.0102
异菌脲	$Y=2.634076X+9.990373e-003$	0.9998	0.0011	0.0033
氯氟氰菊酯-1	$Y=0.9631214X+2.410643e-003$	0.9990	0.0024	0.0072
氯氟氰菊酯-2	$Y=21.08067X+0.1701292$	0.9997	0.00012	0.00036
氟氯氰菊酯-1	$Y=7.601596X+2.196977e-003$	0.9998	0.15	0.45
氟氯氰菊酯-2	$Y=15.41038X+2.159041e-002$	0.9991	0.074	0.222
氯氰菊酯-1	$Y=16.92218X-2.26829e-002$	0.997	0.31	0.93
氯氰菊酯-2	$Y=17.01355X-8.121866e-002$	0.997	0.28	0.84
氯氰菊酯-3	$Y=14.28629X-6.552148e-002$	0.997	0.14	0.42
氯氰菊酯-4	$Y=13.02255X-4.536428e-002$	0.997	0.0029	0.0087
氰戊菊酯-1	$Y=16.85764X+0.1313009$	0.996	0.0019	0.0057
吡啶醚菌酯	$Y=15.72708X-0.4789741$	0.9991	0.030	0.090
氰戊菊酯-2	$Y=5.908615X+5.037234e-002$	0.997	0.073	0.219

表 4 农药在草鱼中的添加回收率和相对标准偏差($n=6$)
Table 4 Recoveries and RSDs of pesticides in grass carp ($n=6$)

化合物名称	添加量 0.15 mg/kg		添加量 0.3 mg/kg		添加量 0.6 mg/kg	
	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %
氧乐果	88.5	5.4	86.7	5.5	88.2	2.1
甲拌磷	88.8	1.7	71.4	3.2	72.3	2.7
五氯硝基苯	94.3	2.6	78.8	2.4	79.8	1.1
百菌清	92.3	3.5	79.6	3.4	75.9	2.5
氟虫腈亚砒	99.1	5.4	97.4	1.7	98.9	2.1
甲拌磷亚砒	93.8	2.2	87.8	2.2	83.3	2.9
毒死蜱	90.8	3.6	81.3	3.6	94.7	5.3
甲拌磷砒	92.9	5.1	101.4	2.7	101.9	2.6
水胺硫磷	89.0	4.6	93.3	6.1	96.6	3.6
氟甲腈	89.7	8.6	90.1	3.7	93.9	5.2

续表 4

化合物名称	添加量 0.15 mg/kg		添加量 0.3 mg/kg		添加量 0.6 mg/kg	
	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %	回收率/ %	RSD/ %
甲基异柳磷	97.6	6.4	98.8	3.0	102.4	3.5
氟虫腈	93.7	3.8	98.2	2.0	97.2	2.2
α -硫丹	87.9	3.9	91.0	4.1	88.1	6.8
氟虫腈砒	101.3	4.6	98.6	2.5	98.1	2.8
腈菌唑	100.5	2.4	101.5	2.5	98.2	2.7
β -硫丹	88.3	4.8	84.7	3.8	85.5	4.2
恶霜灵	91.7	4.3	81.4	4.5	90.2	1.9
三唑磷	103.2	4.2	101.3	2.7	93.9	6.4
硫丹硫酸酯	98.5	1.5	91.3	3.8	91.8	4.4
异菌脲	98.2	2.0	94.9	3.7	96.9	2.0
氯氟氰菊酯	100.9	2.1	100.8	3.1	91.3	4.1
氟氯氰菊酯	96.1	3.6	91.6	3.1	89.1	3.6
氯氰菊酯	98.4	4.0	90.4	2.8	95.8	1.4
氰戊菊酯	88.3	2.1	100.8	3.1	91.3	4.1
吡啶醚菌酯	96.1	4.1	95.6	2.0	98.5	1.8

3.6 实际样品检测

按优化的实验方法对 3 批次的草鱼、鲫鱼、鲈鱼样品进行上述 25 种农药的检测，结果均未检出。

4 结 论

本实验通过高效萃取吸法结合 GPC-GCMS 分析方法，对南昌地区淡水鱼中的 25 种农药残留进行分析测定，建立了一种快速高效的检测技术。该方法步骤简单，有机试剂使用量少，GPC-GC/MS 一方面实现了试样提纯到分析的自动化，减少了人为操作带来的偶然误差，另一方面有很强的去除基质干扰能力，提高了方法的灵敏度和结果的准确性。本方法具有操作简单、准确度高、分离效果好、重现性好，而且可以对多种农药同时分析，为今后淡水鱼中农药残留快速分析提供一种可行的方法。

参考文献

[1] 戴文津, 杨小满, 陈华, 等. 水产品中主要化学污染物质的研究[J]. 湖北农业科学, 2011, 5(3): 560–563.
Dai WJ, Yang XM, Chen H, *et al.* Main chemical pollutants in aquatic products: A review [J]. Hubei Agric Sci, 2011, 5(3): 560–563.
[2] 符靖雯, 黄子敬, 陈孟君, 等. 气相色谱-电子捕获检测器快速测定水产品中多种农药及兽药残留[J]. 理化检验-化学分册, 2018, 54(9): 1015–1019.
Fu JW, Huang ZJ, Chen MJ, *et al.* Rapid determination of pesticides and veterinary drug residues in aquatic products by gas chromatography-electron capture detector [J]. Phys Test Chem Anal Part B (Chem Anal), 2018, 54(9): 1015–1019.
[3] 高钰一, 沈美芳, 宋红波, 等. 气相色谱测定水产品中 7 种拟除虫菊酯

- 的残留量[J]. 水产学报, 2009, 33(1): 132–137.
- Gao YY, Shen MF, Song HB, *et al.* Determination of 7 pyrethroids residues in a aquatic product by gas chromatography [J]. J Fish Chin, 2009, 33(1): 132–137.
- [4] 胡红美, 郭远明, 雷科, 等. 分散固相萃取净化-气相色谱法测定水产品中氯霉素和氟苯尼考[J]. 食品科学, 2014, 35(8): 231–235.
- Hu HM, Guo YM, Lei K, *et al.* Determination of chloramphenicol and florfenicol in fishery products by using dispersive solid phase extraction and gas chromatograph [J]. Food Sci, 2014, 35(8): 231–235.
- [5] 杨秋红, 艾晓辉, 李荣, 等. 固相萃取-气相色谱法同时检测水产品中的氯霉素、甲砒霉素、氟苯尼考和氟苯尼考胺[J]. 分析实验室, 2015, 34(5): 533–537.
- Yang QH, Ai XH, Li R, *et al.* Simultaneous determination of chloramphenicol thiamphenicol florfenicol and forfenicol-amine in aquatic products by Gas chromatographic method with solid phase extraction [J]. Anal Lab, 2015, 34(5): 533–537.
- [6] 鲁宝权. 扬州市长江段不同水层中鱼类有机氯农药残留研究[J]. 环境科学与管理, 2010, 35(3): 66–68.
- Lu BQ. Study on organochlorine pesticide residues in different water layers of Yangtze river in Yangzhou [J]. Environ Sci Manag, 2010, 35(3): 66–68.
- [7] 杨琳, 严华, 朱彦儒, 等. 气相色谱法测定水产品中有机磷的残留量[J]. 福建农林大学学报(自然科学版), 2010, 39(3): 290–294.
- Yang L, Yan H, Zhu YR, *et al.* Determination of organophosphate residues in aquatic product by the method of gas chromatography [J]. J Fujian Agric Forest Univ (Nat Sci Ed), 2010, 39(3): 290–294.
- [8] 高尧华, 刘冰, 滕爽, 等. 气质联用法测定水产品中 50 种农药残留量[J]. 食品研究与开发, 2018, 39(3): 132–138.
- Gao YH, Liu B, Teng S, *et al.* Determination of 50 pesticide residues in aquatic products by gas chromatography/mass spectrometry/mass spectrometry [J]. Food Res Dev, 2018, 39(3): 132–138.
- [9] 孙晓杰, 郭萌萌, 孙伟红, 等. QuEChERS 在线凝胶色谱-气相色谱/质谱快速检测水产品中农药多残留[J]. 分析科学学报, 2014, 30(6): 868–872.
- Sun XJ, Guo MM, Sun WH, *et al.* Rapid determination of eight pesticide multiresidues in aquatic products by QuEChERS coupled with online gel permeation chromatography-gas chromatography/mass spectrometry [J]. J Anal Sci, 2014, 30(6): 868–872.
- [10] 高华鹏, 俞雪均, 沈维军, 等. 气相色谱-质谱法测定水产品中硫丹和毒死蜱的残留量[J]. 理化检验-化学分册, 2009, 45(1): 85–87.
- Gao HP, Yu XJ, Shen WJ, *et al.* Determination of endosulfan and chlorpyrifos residues in aquatic products by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Phys Test Chem Anal Part B (Chem Anal), 2009, 45(1): 85–87.
- [11] 郑锋, 庞国芳, 李岩, 等. 凝胶渗透色谱净化气相色谱-质谱法检测河豚鱼、鳗鱼和对虾中 191 种农药残留[J]. 色谱, 2009, 27(5): 700–710.
- Zheng F, Pang GF, Li Y, *et al.* Determination of pesticide residues in fugu, eel and prawn using gas chromatography-mass spectrometry with gel permeation chromatographic clean-up [J]. Chin J Chromatogr, 2009, 27(5): 700–710.
- [12] Fu L, Lu XB, Tan J, *et al.* Multiresidue determination and potential risks of emerging pesticides in aquatic products from northeast China by LC-MS/MS [J]. J Environ Sci, 2018, (63): 116–125.
- [13] Zheng WJ, Park JA, Zhang D. Determination of fenobucarb residues in animal and aquatic food products using liquid chromatography-tandem mass spectrometry coupled with a QuEChERS extraction method [J]. J Chromatogr B Anal Technol Biomed Lif Sci, 2017, (1058): 1–7.
- [14] 唐庆强, 吕园园, 庄健业, 等. 气相色谱法测定鳗鱼中多种有机磷农药残留量[J]. 分析实验室, 2009, 28: 233–234.
- Tang QQ, Lv YY, Zhuang JY, *et al.* Determination of organophosphorus pesticide residues in eel by gas chromatograph [J]. Anal Lab, 2009, (28): 233–234.
- [15] 周敏, 李玮, 赵凯, 等. 蔬菜中农药残留的分散液相微萃取/气相色谱-质谱联用技术快速分析[J]. 分析测试学报, 2010, 29(9): 928–932.
- Zhou M, Li W, Zhao K, *et al.* Rapid analysis of pesticide residue in vegetable by dispersive liquid-liquid microextraction coupled with GC-MS [J]. J Instr Anal, 2010, 29(9): 928–932.
- [16] Guido. DPX 技术优化 QuEChERS 样品处理[J]. 实验与分析, 2010, (5): 30–31.
- Guido. DPX technology optimizes QuEChERS sample processin [J]. Exp Anal, 2010, (5): 30–31.
- [17] 刘洪林, 童华荣, 曾艺涛, 等. 农药残留分析前处理方法研究进展[J]. 食品与机械, 2014, 30(5): 299–304.
- Liu HL, Tong HR, Zeng YT, *et al.* Research progress on pretreatment method for pesticide residue analysis [J]. Food Mach, 2014, 30(5): 299–304.
- [18] Fernandes VC, Domingues VF, Mateus N, *et al.* Multiresidue pesticides analysis in soils using modified QuEChERS with disposable pipette extraction and dispersive solid-phase extraction [J]. J Sep Sci, 2013, 36(2): 376–382.
- [19] Li Z, Li Y, Liu X, *et al.* Multiresidue analysis of 58 pesticides in bean products by disposable pipet extraction (DPX) cleanup and gas chromatography-mass spectrometry determination [J]. J Agric Food Chem,

2012, 60(19): 4788–4798.

- [20] Guan HX, Brewera WE, Garrish ST, *et al.* Disposable pipette extraction for the analysis of pesticides in fruit and vegetables using gas chromatography/mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2010, 1217(12): 1867–1874.

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介



马丽芳, 主管技师, 主要研究方向为食品理化检验。

E-mail: maryfang135@163.com

“茶学研究”专题征稿函

茶叶源于中国, 与咖啡、可可并称为世界三大饮料。茶叶可鲜食, 也可以加工精制备用, 具有降压、提神等多种保健功能, 且含有多种有机化学成分和无机矿物元素。国内外对茶叶市场需求稳定增长, 我国的茶产业增长潜力巨大, 茶已成为社会生活中不可缺少的健康饮品和精神饮品。

鉴于此, 本刊特别策划了“茶学研究”专题, 主要围绕茶叶的贮藏保鲜、精深加工、品质评价、生物化学和功能性成分、香气成分分析、污染物分析检测、茶树生长代谢、茶叶资源的质量标准化等方面展开论述和研究, 综述及研究论文均可。

鉴于您在该领域丰富的研究经历和突出的学术造诣, 本刊主编吴永宁研究员及编辑部全体成员特别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。

本专题计划在 2020 年 4 月出版, 请在 2020 年 3 月 1 日前通过网站或 E-mail 投稿。我们将快速处理并经审稿合格后优先发表。

希望您能够通过各种途径宣传此专题, 并积极为本专题推荐稿件和约稿对象。

同时, 希望您能够推荐该领域的相关专家并提供电话和 E-mail。

感谢您的参与和支持!

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.com(注明茶学研究专题)

E-mail: jfoodsq@126.com(注明茶学研究专题)

《食品安全质量检测学报》编辑部