

# 气相色谱法测定保康茶叶中有机氯农药残留

石勤艳, 姚颖辉, 侯义德, 冯向阳, 李欢欢\*

(湖北文理学院, 食品科学技术学院, 襄阳 441053)

**摘要: 目的** 建立气相色谱法快速测定保康茶叶中 8 种有机氯农药残留的分析方法。**方法** 样品用正己烷超声提取, 经浓硫酸磺化反应对其净化除杂, 后用气相色谱-电子捕获检测器分离检测, 外标法定量。**结果** 本方法对 8 种有机氯农药的检出限(limit of detection, LOD)为 0.29~0.47 ng/mL, 线性相关性良好,  $r^2$  在 0.9991~0.9999 之间, 方法加标回收率在 82.7%~110.0%之间, 方法相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)在 1.11%~4.45%之间。**结论** 本方法简单快捷, 准确度和精密度高, 抗干扰能力强, 适用于茶叶中有机氯农药残留的定量检测。

**关键词:** 气相色谱法; 有机氯农药; 溶剂提取; 磺化反应; 茶叶

## Determination of organochlorine pesticide residues in Baokang tea samples by gas chromatography

SHI Qin-Yan, YAO Ying-Hui, HOU Yi-De, FENG Xiang-Yang, LI Huan-Huan\*

(School of Food Science and Technology, Hubei University of Arts and Science, Xiangyang 441053, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for rapid determination of organochlorine pesticide residues in Baokang tea samples by gas chromatography. **Methods** The samples were extracted by n-hexane ultrasonic, purified by concentrated sulfuric acid reaction, separated and detected by gas chromatography-electron capture detector, and then quantified by external standard method. **Results** The limit of detection (LOD) of this method for 8 organochlorine pesticides was 0.29–0.47 ng/mL, with good linear correlation, and the recovery rates were 82.7%–110.0%, and relative standard deviations (RSDs) were 1.11%–3.88%. **Conclusion** This method is simple and fast, with high accuracy and precision and strong anti-interference ability, and it is suitable for the quantitative detection of organochlorine pesticide residues in tea.

**KEY WORDS:** gas chromatography; organochlorine pesticide; solvent extraction; sulfonation reaction; tea

## 1 引言

保康县由于山多, 昼夜温差大, 土壤有机质含量丰富,

适宜茶树生长但易于滋生病虫害, 给茶叶种植带来了严重的威胁, 农药是茶叶生产的必要保障<sup>[1,2]</sup>。有机氯农药是一类典型的农作物杀虫剂, 但由于有机氯农药理化性质稳定, 不

**基金项目:** 湖北省高等学校实验室研究项目(HBSY2018-33)、湖北文理学院科研基金项目(2020170329, 2018kypygp001)、湖北文理学院教学研究项目(JY2018044)

**Fund:** Supported by the University Laboratory Research Project of Hubei Province (HBSY2018-33), the Scientific Research Foundation of Hubei University of Arts and Science (2020170329, 2018kypygp001) and the Teaching Research Project of Hubei University of Arts and Science (JY2018044)

\***通讯作者:** 李欢欢, 硕士, 工程师, 主要研究方向为农产品质量安全检测。E-mail: 754806317@qq.com

\***Corresponding author:** LI Huan-Huan, Master, Engineer, School of Food Science and Technology, Hubei University of Arts and Science, Xiangyang 441053, China. E-mail: 754806317@qq.com

易分解, 茶叶种植过程中不当使用有机氯农药会造成有机氯农药残留严重危害人体健康<sup>[3-7]</sup>。因此, 需要加强茶叶中的有机氯农药残留检测, 以促进茶叶产业的标准化建设<sup>[8,9]</sup>。

气相色谱-电子捕获检测器(gas chromatography-electron capture detector, GC-ECD)<sup>[10-12]</sup>具有灵敏度高、准确性好、分析速度快等优点, 被广泛用于国内外茶叶中有机氯农药残留的检测中。但由于茶叶基质复杂且有机氯残留量低, 直接仪器检测会影响分析结果的准确性和灵敏度, 需要辅以合适的样品前处理技术进行茶叶中有机氯农药残留的分离富集, 从而建立准确可靠的分析方法用于茶叶的农残监测。本研究采用有机溶剂提取并富集茶叶中的有机氯农残和磺化反应净化基质的方式对保康茶叶中的有机氯农药残留进行预处理, 进而用气相色谱-电子捕获检测器进行分离检测, 旨在满足国家标准对茶叶中有机氯农药残留限量的检测要求, 并为保康茶叶中有机氯农药残留提供快速灵敏的分析检测方法, 从而对保康产地的茶叶进行质量监控, 确保茶叶产业的绿色安全化种植。

## 2 材料与方法

### 2.1 材料与试剂

正己烷(分析纯, 上海展业化工有限公司); 浓硫酸(分析纯, 洛阳市化学试剂厂); 100 μg/mL 有机氯混合标准溶液( $\alpha$ -666、 $\beta$ -666、 $\gamma$ -666、 $\delta$ -666、 $p,p'$ -DDE、 $o,p'$ -DDD、 $o,p'$ -DDT、 $p,p'$ -DDT, 分析纯, 深圳市环科检测技术有限公司)。

绿茶产自湖北省襄阳市保康山区。

### 2.2 仪器与设备

ME104E 托盘天平[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司]; KQ-2200E 型超声波清洗机(昆山市超声仪器有限公司); XW-80A 旋涡混合器(上海青浦泸西仪器厂); QYC 系列全温培养摇床(上海新苗医疗器械制造有限公司); MTN-2800D 氮吹浓缩装置(天津奥特赛恩斯仪器有限公司); LD-Y350A 高速万能粉碎机(上海顶帅电器有限公司); TDL-60B 低速台式离心机(上海安亭科学仪器厂); GC-2010Plus 气相色谱仪[配置 ECD 检测器, 岛津企业管理(中国)有限公司]。

### 2.3 实验方法

#### 2.3.1 标准溶液的配制

有机氯系列标准溶液是由 100 μg/mL 的有机氯标准储备液( $\alpha$ -666、 $\beta$ -666、 $\gamma$ -666、 $\delta$ -666、 $p,p'$ -DDE、 $o,p'$ -DDD、 $o,p'$ -DDT、 $p,p'$ -DDT)经正己烷逐级稀释配制而得, 密封后置于冰箱中冷藏备用。

#### 2.3.2 茶叶样品前处理

溶剂提取: 取干燥的保康茶叶于粉碎机中进行粉碎, 之后置于研钵中充分研磨, 研磨后的茶叶粉经过筛(20 目)处理, 其粒径符合国家标准要求<sup>[13,14]</sup>。准确称取 2.00 g 保

康茶叶粉于离心管中, 加入 10.0 mL 正己烷用于有机氯农药残留的提取, 先用旋涡混合器涡旋混合 1 min, 之后在 25 °C 条件下超声提取 60 min。将离心管置于离心机中, 于 4000 r/min 转速条件下离心 5 min, 收集上层提取液。回收下层样品, 用上述方式重复提取, 合并 2 次提取液用于后续磺化处理。

磺化处理: 向有机氯提取液中滴加浓硫酸 2.0 mL 进行磺化反应, 密封后置于涡旋混合器上涡旋 2 min, 涡旋过程中每隔 30 s 开盖放气 1 次。磺化反应结束后, 超声 15 min 以消除乳化现象, 之后在 4000 r/min 条件下离心 5 min, 收集上层清液, 氮吹浓缩至 2.0 mL。样品经 0.22 μm 微孔滤膜过滤后用 GC-ECD 分析检测。

#### 2.3.3 气相色谱条件

采用气相色谱-电子捕获检测器(GC-ECD)分离检测有机氯农药残留; RTX-1 石英毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm); 进样口温度 190 °C; ECD 检测器温度 280 °C; 载气氮气; 载气流速 3.0 mL/min; 尾吹气流量 30.0 mL/min; 分流进样, 分流比 10:1; 进样体积 1.0 μL。

程序升温条件; 190 °C 保持 7 min, 之后以 20 °C/min 速率升温至 240 °C, 保持 8 min, 再以 10 °C/min 速率升温至 250 °C, 保持 1 min。

### 2.4 数据处理

#### 2.4.1 定性分析

采用 2.3.3 的气相色谱条件, 对 8 种有机氯农药的单独标准品分别进行检测, 记录每种农药对应的色谱峰保留时间, 以此作为定性依据。

#### 2.4.2 定量分析

采用标准曲线法对 8 种有机氯农药残留进行定量分析。将有机氯标准储备液用正己烷进行逐级稀释, 配制得到有机氯系列标准工作溶液, 以峰面积( $A$ )对浓度( $C$ )做标准工作曲线, 并拟合得到线性方程及线性相关系数。根据线性关系及样品峰面积, 计算保康茶叶样品中的有机氯农药残留量。具体计算公式如下;

$$C = \frac{A - b}{k} \times V$$

式中:  $C$ , 茶叶中有机氯农药含量, ng/g;

$A$ , 有机氯农药的峰面积;

$b$ , 线性方程的纵截距;

$k$ , 线性方程的斜率, 1/(ng/mL);

$V$ , 茶叶样品处理后的体积, mL;

$m$ , 称取茶叶样品的质量, g。

## 3 结果与分析

### 3.1 样品处理方法选择

有机氯农药是一类电负性强的有机化合物, 电子捕

获检测器对其具有较高的检测灵敏度,因而气相色谱-电子捕获检测器在有机氯农药残留检测中的应用十分广泛。由于茶叶样品中有机氯农药残留量较低且基体组分复杂,需要选择合适的样品处理方法以提高有机氯农药的提取效率,降低基体干扰,保证分析结果的准确性。目前文献<sup>[10,13-15]</sup>报道的茶叶中有机氯农药提取方法大多采用溶剂提取法,利用“相似相溶”原理选择合适的提取溶剂。有机氯农药是一类弱极性有机化合物,在石油醚、正己烷等非极性溶剂中的溶解性较好。实验过程发现,石油醚的挥发性较强,影响操作重现性,因此本研究选择正己烷作为茶叶中有机氯农药的提取溶剂。

茶叶中基质复杂,直接溶剂提取后用气相色谱-电子捕获检测器检测会造成基质增强效应,影响定量分析结果的准确性,因此样品处理过程需要进行基质净化。参考文献<sup>[16,17]</sup>可知,浓硫酸磺化法操作简单,基体净化能力强,因此本课题通过磺化反应以达到净化基体的目的,并通过超声方式降低磺化过程中的乳化现象。

### 3.2 气相色谱条件选择

#### 3.2.1 检测器的比较

目前有机氯农药残留的测定的常用方法有气相色谱-电子捕获检测法<sup>[10-12]</sup>、气相色谱-质谱法<sup>[18]</sup>、超高效液相色谱-串联质谱法<sup>[19]</sup>等。电子捕获检测器(electron capture detector, ECD)对有机氯农药残留具有高选择性和高灵敏度,与质谱类检测器相比,成本低廉且操作简便,因此本方法选择气相色谱-电子捕获检测法进行有机氯农药的检测。

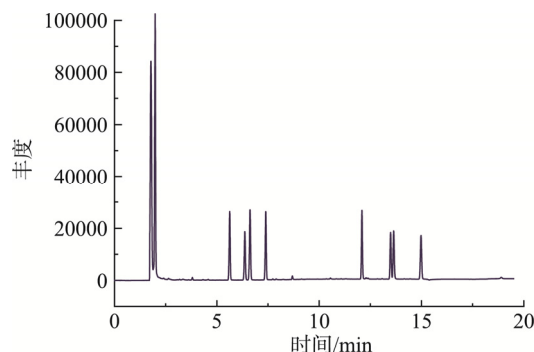
#### 3.2.2 优化色谱条件

影响有机氯农药分离的主要因素包括分配比、柱径、柱长、液膜厚度、载气流速和程序升温过程等。由于有机氯农药极性较弱,因而选择弱极性色谱柱 RTX-1 石英毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm)进行分离富集。载气流速和程序升温条件参考文献<sup>[20]</sup>优化而得,详见 2.3.3。在最优气相色谱条件下对 8 种有机氯农药进行分离检测,色谱图见图 1, 15 min 即可实现全部分析物出峰,且分离度大于 1.5。8 种有机氯农药通过气相色谱保留时间进行定性,结果见表 1。

### 3.3 方法分析性能

对本方法的分析性能进行考察,结果见表 2。对方法的线性相关性进行考察,以峰面积( $Y$ )对标准溶液浓度( $X$ , ng/mL)进行线性回归分析,拟合得到工作曲线线性方程、相关系数  $r^2$  以及线性范围等信息,结果可知,8 种有机氯农药在其线性范围内相关性良好,  $r^2$  在 0.9991~0.9999 之间。根据国际理论和应用化学联合会(International Union of Pure and Applied Chemistry, IUPAC)的定义,计算仪器信噪比(signal-noise ratio,  $S/N$ )为 3 时的样品浓度作为检出限(limit of detection, LOD),

可见本方法对 8 种有机氯农药的检出限在 0.29~0.47 ng/mL,可以满足国家标准<sup>[13,14]</sup>对有机氯农残检测的限量要求。考察本方法的精密度,对 1 ng/mL 的有机氯标准混合溶液进行重复测定( $n=5$ ),计算得到相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 1.11%~4.45%,方法重现性良好。



注: 1.  $\alpha$ -666; 2.  $\beta$ -666; 3.  $\gamma$ -666; 4.  $\delta$ -666; 5.  $p,p'$ -DDE; 6.  $p,p'$ -DDD; 7.  $o,p'$ -DDT; 8.  $p,p'$ -DDT。

图 1 有机氯农药的气相色谱图

Fig.1 GC-ECD chromatogram of target organochlorine pesticides

### 3.4 茶叶样品分析

将本方法应用于保康茶叶中有机氯农药残留的分析检测,通过工作曲线法进行定量。通过加标回收实验对本方法的准确性进行验证;准确称取 2.0 g 茶叶样品,分别加入 0、10、40、100 ng 的有机氯标准混合样品,经正己烷提取、磺化处理后用 GC-ECD 检测,结果见表 3。经检测,采集的保康茶叶 8 种有机氯农药均有检出,含量在 2.12~7.29 ng/g 之间,低于国家标准<sup>[13,14]</sup>限量要求(0.2 mg/kg)。样品加标回收率在 82.7%~110.0% 之间,相对标准偏差 RSD 在 0.42%~15.54% 之间,方法准确性高、重现性好。

## 4 结论

本研究建立了气相色谱法检测保康茶叶中有机氯农药残留的分析方法,经过正己烷溶剂提取和磺化反应净化处理,进而用气相色谱-电子捕获检测器分离检测。方法对 8 种有机氯农药的检出限在 0.29~0.47 ng/mL 之间,线性范围宽,相关系数  $r^2$  在 0.9991~0.9999 之间。将本方法用于保康茶叶样品分析,8 种有机氯农药均有一定程度检出,均低于国家标准的限量要求,加标回收率在 82.7%~110.0% 之间。本方法重现性好,准确性高,结果可靠,符合这 8 种农药残留检测要求,可应用于保康县以及其他地区茶叶中有机氯农药残留的快速分析。

表 1 有机氯农药的保留时间  
Table 1 Retention time of target organochlorine pesticides

出峰顺序	保留时间/min	分析物	结构式
1	5.63	$\alpha$ -666	
2	6.37	$\beta$ -666	
3	6.62	$\gamma$ -666	
4	7.39	$\delta$ -666	
5	12.09	$p,p'$ -DDE	
6	13.49	$p,p'$ -DDD	
7	13.64	$o,p'$ -DDT	
8	14.98	$p,p'$ -DDT	

表 2 方法分析性能  
Table 2 Analytical performance of proposed GC-ECD method

分析物	线性回归方程	$r^2$	线性范围/(ng/mL)	检出限/(ng/mL)	精密度/%
$\alpha$ -HCH	$Y=1814.8X-10.5$	1	0.98~100	0.30	1.95
$\beta$ -HCH	$Y=1165.2X+2207.1$	0.9993	1.42~100	0.42	4.45
$\gamma$ -HCH	$Y=1970.0X+981.9$	0.9999	0.96~100	0.29	4.15
$\delta$ -HCH	$Y=1766.7X+423.11$	1	0.99~100	0.30	1.16
$p,p'$ -DDE	$Y=1631.0X+1712.7$	0.9999	0.98~100	0.29	1.65
$p,p'$ -DDD	$Y=1185.7X+1688.7$	0.9997	1.47~100	0.44	2.48
$o,p'$ -DDT	$Y=1145.1X+2615.8$	0.9991	1.45~100	0.44	1.11
$p,p'$ -DDT	$Y=1315.1X+1851.6$	0.9996	1.56~100	0.47	3.88

注: \* Y: 峰面积值; X: 有机氯农药浓度值(mg/L)。

表 3 保康茶叶中有机氯农药分析结果  
Table 3 Analysis results of target organochlorine pesticides in Baokang tea

分析物	加标浓度/(ng/g)	峰面积	检测含量/(ng/g)	回收率/%	重现性/%
$\alpha$ -666	0	4788.33	4.68	-	9.00
	5	9000.05	9.31	96.1	0.42
	20	25165.00	27.15	110.0	2.90
	50	47117.67	51.23	93.7	1.15
$\beta$ -666	0	4687.67	3.0	-	8.52
	5	10476.10	7.0	87.8	2.30
	20	30502.67	20.92	91.0	4.05
	50	73245.33	50.62	95.6	0.55
$\gamma$ -666	0	2105.33	2.12	-	13.27
	5	7917.02	7.15	100.5	1.88
	20	25617.67	22.49	101.7	4.76
	50	50668.33	44.20	84.8	1.85
$\delta$ -666	0	9486.33	7.29	-	3.05
	5	13565.43	10.16	82.7	1.21
	20	31301.33	22.64	83.0	3.76
	50	66729.33	47.56	83.0	1.87
$p,p'$ -DDE	0	9296.26	5.35	-	15.54
	5	16797.33	9.23	89.1	8.90
	20	43347.67	22.94	90.5	1.37
	50	96756.67	50.53	91.3	1.56
$p,p'$ -DDD	0	5832.33	4.43	-	7.55
	5	11807.67	8.49	90.0	8.09
	20	31391.67	21.80	89.2	4.60
	50	72950.33	50.04	91.9	2.19

续表 3

分析物	加标浓度/(ng/g)	峰面积	检测含量/(ng/g)	回收率/%	重现性/%
o,p'-DDT	0	5696.33	3.39	-	8.30
	5	12380.33	7.01	83.5	9.32
	20	37154.67	20.42	87.3	3.60
	50	84673.56	46.13	86.4	1.05
p,p'-DDT	0	9880.67	4.83	-	6.51
	5	22780.33	9.99	101.7	3.32
	20	61832.33	25.64	103.3	3.77
	50	139177.67	56.62	103.3	1.39

## 参考文献

- [1] 刘腾飞, 杨代凤, 张丽, 等. 茶叶中农药残留分析技术研究进展[J]. 食品科学技术学报, 2017, 35(4): 80-94.  
Liu TF, Yang DF, Zhang L, *et al.* Review on analytical methods of pesticide residues in tea [J]. J Food Sci Technol, 2017, 35(4): 80-94.
- [2] 陈兴连, 邵金良, 方海仙, 等. 气相色谱法同时快速测定茶饮料及其制品中 17 种有机氯、拟除虫菊酯农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(6): 1275-1283.  
Chen XL, Shao JL, Fang HX, *et al.* Rapid and simultaneous determination of 17 kinds of organochlorine and pyrethroid pesticides in tea drink and its products by gas chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(6): 1275-1283.
- [3] 龚香宜. 有机氯农药在湖泊水体和沉积物中的污染特征及动力学研究[D]. 武汉: 中国地质大学, 2007.  
Gong XY. Pollution characteristics and dynamics of organochlorine pesticides in lake water and sediment [D]. Wuhan: China University of Geosciences, 2007.
- [4] 雷云, 吴珊月, 刘文菁, 等. SPME-GC-ECD 法测定含硫蔬菜中的有机氯农药[J]. 化学研究与应用, 2018, 30(9): 1560-1565.  
Lei Y, Wu SY, Liu WJ, *et al.* Determination of organochlorine pesticides in sulfur-containing vegetables with SPME-GC-ECD [J]. Chem Res Appl, 2018, 30(9): 1560-1565.
- [5] 柴继业, 唐子刚, 史西志, 等. 基于 QuEChERS-GC/ECD 快速检测贝类中有机氯农药及多氯联苯残留[J]. 水产养殖, 2018, 39(1): 29-35.  
Chai JY, Tang ZG, Shi XZ, *et al.* Simultaneous analysis of polychlorinated biphenyls and organochlorine pesticides in marine products by QuEChERS coupled with GC-ECD [J]. J Aquacul, 2018, 39(1): 29-35.
- [6] 赵琼晖, 靳保辉, 谢丽琪, 等. 气相色谱-质谱法测定茶叶中的 25 种有机氯农药残留[J]. 色谱, 2006, (6): 629-632.  
Zhao QH, Jin BH, Xie LQ, *et al.* Determination of 25 organochlorine pesticides in tea by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2006, (6): 629-632.
- [7] 郭子钰, 李婉莹, 高汉勇, 等. 利用气液微萃取技术联用气相色谱-质谱法检测谷类中 27 种残留农药[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(14): 4541-4548.  
Guo ZY, Li WY, Gao HY, *et al.* Determination of 27 pesticides residues in grains by gas-liquid microextraction combined with gas chromatography-mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(14): 4541-4548.
- [8] 杨基峰, 左惠敏, 何旭元, 等. 茶叶中有机磷农药残留量的 GC-MS 测定[J]. 分析实验室, 2006, (7): 67-70.  
Yang JF, Zuo HM, He XY, *et al.* Determination of five organophosphorus pesticides in tea by gas chromatography with mass-selective detection [J]. Anal Lab, 2006, (7): 67-70.
- [9] 曾小星, 万益群, 谢明勇. 气相色谱-电子捕获检测器同时测定茶叶中有机氯及拟除虫菊酯类农药残留[J]. 分析科学学报, 2008, 24(6): 636-640.  
Zeng XX, Wan YQ, Xie MY. Determination of organochlorine and pyrethroid pesticide residues in tea by gas chromatography-electron capture detector [J]. J Anal Sci, 2008, 24(6): 636-640.
- [10] 黄晓会, 薛健, 徐小龙, 等. 气相色谱法测定菊花中 25 种有机氯农药残留量[J]. 分析科学学报, 2013, 29(3): 409-412.  
Huang XH, Xue J, Xu XL, *et al.* Determination of 25 organochlorine pesticides in flos chrysanthemi by gas chromatography [J]. J Anal Sci, 2013, 29(3): 409-412.
- [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 multi-residues of organochlorine, pyrethroid and organophosphorus in tea by gas chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(8): 2500-2511.
- [12] 罗在粉, 黎进堂, 卿云光, 等. GC-ECD 法测定都匀毛尖茶中有机氯及拟除虫菊酯类农药残留[J]. 广州化工, 2014, 42(22): 125-127.  
Luo ZF, Li JT, Qing YG, *et al.* Testing the pesticide residual of organochlorine and pyrethroid in duyun maojian tea with gas chromatograph - electron capture detector [J]. Guangzhou Chem Ind, 2014, 42(22): 125-127.
- [13] GB/T 23204-2008 茶叶中 519 种农药及相关化学残留量的测定气相色谱-质谱法[S].  
GB/T 23204-2008 Determination of 519 pesticides and related chemicals residues in tea—GC-MS method [S].
- [14] GB/T 5009 176-2003 茶叶、水果、食用植物油中三氯杀螨醇残留量的测定[S].  
GB/T 5009 176-2003 Determination of dicofol residues in tea, fruits, edible vegetable oils [S].
- [15] 时磊, 陈海英, 蔡小虎, 等. 超声提取-气相色谱法同时测定稻谷中 18 种有机氯农药和 7 种多氯联苯[J]. 理化检验: 化学分册, 2016, 52(9):

1090–1094.

Shi L, Chen HY, Cai XH, *et al.* Ultrasonic extraction-gas chromatography for simultaneous determination of 18 organochlorine pesticides and 7 polychlorinated biphenyls in rice [J]. *Phys Testing Chem Anal Part B (Chem Anal)*, 2016, 52(9): 1090–1094.

- [16] 许仁杰, 蔡春平, 丁立平, 等. 双重净化-气相色谱法同时测定蛋及豆制品中六六六、滴滴涕和指示性多氯联苯[J]. *食品科学*, 2016, 37(24): 222–227.

Xu RJ, Cai CP, Ding LP, *et al.* Simultaneous determination of hexachlorocyclohexanes, dichlorodiphenyltrichloroethanes and indicator polychlorinated biphenyls in eggs and egg products by double depuration-gas chromatography [J]. *Food Sci*, 2016, 37(24): 222–227.

- [17] 易承学, 徐虹, 荆绮. 中药材中六六六和滴滴涕残留量检测方法的优化实验[J]. *职业与健康*, 2019, 35(2): 180–184.

Yi CX, Xu H, Jing Q. Optimal method for determination of hexachlorocyclohexanes and dichlorodiphenyltrichloroethanes residues in Chinese medicinal herbs [J]. *Occup Health*, 2019, 35(2): 180–184.

- [18] 杨明智. 气相色谱—质谱法快速检测茶叶中 28 种农药残留[D]. 厦门: 集美大学, 2016.

Yang MZ. Rapid detection of 28 pesticides residue in tea by GC-MS [D]. Xiamen: Jimei University, 2016.

- [19] 吴春英, 白鹭, 谷风, 等. 超高效液相色谱/串联质谱法同时测定水中有机氯农药[J]. *中国给水排水*, 2016, 32(10): 135–139.

Wu CY, Bai L, Gu F, *et al.* Determination of organochlorine pesticides residues in water using solid phase extraction/ultra performance liquid chromatography/tandem mass spectrometry [J]. *China Water Wastewater*, 2016, 32(10): 135–139.

- [20] He J, Balasubramanian R, Karthikeyan S, *et al.* Determination of semi-volatile organochlorine compounds in the atmosphere of singapore using accelerated solvent extraction [J]. *Chemosphere*, 2009, 75: 640–648.

(责任编辑: 王 欣)

## 作者简介



石勤艳, 主要研究方向为食品安全检测技术。

E-mail: 1981538944@qq.com



李欢欢, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测技术。

E-mail: 754806317@qq.com