

微波辅助净化-气相色谱法测定含硫蔬菜中 有机磷农药残留

巫立健*

(南平市食品药品检验检测中心, 南平 353000)

摘要: **目的** 建立微波辅助净化-气相色谱法测定含硫蔬菜中有机磷农药残留的分析方法。**方法** 样品经微波预处理抑制酶促反应后, 使用乙腈提取、基质分散固相萃取净化、丙酮复溶、有机滤膜过滤后, 采用气相色谱-火焰光度检测器测定。**结果** 敌敌畏、甲胺磷、氧乐果、乐果、毒死蜱、水胺硫磷在 0.01~0.50 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内呈现良好的线性关系, 相关系数均大于 0.999, 方法的检出限为 0.0002~0.0004 mg/kg, 定量限为 0.0008~0.0013 mg/kg; 有机磷农药在香葱、韭菜、白萝卜基质中加标 0.002, 0.010, 0.100 mg/kg 浓度水平, 加标回收率为 83.2%~104.7%, 相对标准偏差在 2.3%~10.2% ($n=6$)。 **结论** 本方法简便, 抗干扰能力强, 定量准确, 具有良好的重现性和稳定性, 能够有效检测含硫蔬菜中有机磷农残的含量。

关键词: 有机磷农药残留; 微波辅助净化; 基质分散固相萃取; 含硫蔬菜; 气相色谱法

Determination of organophosphorus pesticide residues in sulfur-containing vegetables by gas chromatography with microwave-assisted clean-up treatment

WU Li-Jian*

(Center for Food and Drug Inspection and Testing of Nanping, Nanping 353000, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determination of organophosphorus pesticide residues in sulfur-containing vegetables by gas chromatography with microwave-assisted clean-up treatment. **Methods** After microwave pretreatment of the sample to inhibit the enzymatic reaction, the sample was extracted with acetonitrile, purified by matrix-dispersed solid phase extraction, reconstituted with acetone, and filtered with an organic filter, and then determined by gas chromatography-flame photodetector. **Results** Dichlorvos, methamidophos, omethoate, dimethoate, chlorpyrifos, and amithion exhibited good linear relationship in the concentration range of 0.01–0.50 $\mu\text{g/mL}$, the correlation coefficients were all greater than 0.999 mg/kg, and the limits of quantitation were 0.0008–0.0013 mg/kg. Organophosphorus pesticides spiked in chives, leeks, and white radish matrices at 0.002, 0.010, 0.100 mg/kg, the spiked recovery was 83.2%–104.7%, and the relative standard deviation was 2.3%–10.2% ($n=6$). **Conclusion** This method is simple, and has strong anti-interference ability, accurate quantification, good reproducibility and stability, which can effectively detect the content of organophosphorus pesticide residues in sulfur-containing vegetables.

KEY WORDS: organophosphorus pesticide residues; microwave-assisted clean-up treatment; matrix dispersive solid

*通讯作者: 巫立健, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全。E-mail: lijian.wu@foxmail.com

*Corresponding author: WU Li-Jian, Master, Engineer, Center for Food and Drug Inspection and Testing of Nanping, No.3, Xingyeli, Gongye Road, Nanping City, Nanping 353000, China. E-mail: lijian.wu@foxmail.com

phase extraction; sulfur-containing vegetables; gas chromatography

1 引言

现代农业生产中广泛使用农药防治作物病虫害以提高产量和改善品质,与此同时蔬菜水果中农药残留问题日趋严重,对人体健康造成了严重的威胁。有机磷农药(organophosphorus pesticides, OPPs)是一类含磷元素的有机化合物农药,可经消化道、呼吸道等进入人体,抑制乙酰胆碱酯酶活性,导致乙酰胆碱积聚,引起毒蕈碱样症状、烟碱样症状以及中枢神经系统症状,严重时可能因肺水肿、脑水肿、呼吸麻痹而死亡^[1-3]。为了保障消费者健康安全和规范农产品进出口贸易,世界多国和国际组织均制定了食品中农药最大残留限量标准。日本“食品中残留农业化学品肯定列表制度”和欧盟食品安全局规定毒死蜱在食物中的最大残留限量为 0.01~5.0 mg/kg,氧乐果在食物中的最大残留限量为 0.01~2.0 mg/kg; GB 2763-2016《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》规定水胺硫磷在食品中的最大残留限量为 0.01~0.05 mg/kg 等^[4,5]。因此,为了保障消费者的食品安全,建立食品中有机磷农药的高效、灵敏的残留检测技术具有重要的现实意义。

目前,有机磷类农药残留的检测方法主要有气相色谱法、液相色谱法、气相色谱-质谱法、液相色谱-质谱法等^[6-10]。其中,质谱联用技术抗干扰能力强,可以一次性完成多个待测物的定性、定量工作,已成为农药残留分析的重要手段之一,但质谱联用技术的检测成本昂贵。液相色谱法适合难于气化、热稳定性差、极性强的农药残留分析。气相色谱法是农药残留分析中广泛使用的重要方法,具有分析效率高、准确度高、灵敏度高等优点。其中,火焰光度检测器是气相色谱仪常用的一种对含磷、含硫化合物有高选择性、高灵敏度的检测器,是检测有机磷农药和含硫污染物的主要分析工具,用于测定蔬菜中的有机磷农药具有抗干扰能力强,检出限低等独特优势^[11]。

蒜素等含硫化合物具有与含硫、磷农药相似的结构和性质,在农药多残留测定时会产生强烈干扰。在新鲜的大蒜、葱、洋葱、白萝卜等含硫蔬菜中蒜素是以稳定的蒜氨酸的形式存在。当植物细胞被切碎、破坏时,细胞中的活性蒜氨酸酶和蒜氨酸发生酶促反应产生丙酮酸、氨以及蒜素等含硫化合物^[12-14]。现有的文献和法规标准使用的样品制备方法通常是将果蔬样品直接切碎、混匀,因此造成样品制备时产生大量的含硫化合物,影响果蔬中含硫、磷农药的测定。因此,可以通过特殊处理使蒜氨酸酶失去活性,中断产生硫化物的酶促反应,避免样品测定时产生高背景干扰^[15,16]。

本研究探讨了采用微波辅助加热法促使蒜氨酸酶失

去活性,避免制样过程产生蒜素在内的含硫化合物,然后样品经乙腈提取、丙酮复溶、有机滤膜过滤后,采用气相色谱-火焰光度检测器进行测定复杂基质中有机磷农药残留的可行性,以期为提高有机磷农药残留检测的准确性提供参考。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

Shimadzu GC-2010 Plus 气相色谱仪配有火焰光度检测器、Rtx-1701 Cap. Column 毛细管色谱柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm)[日本岛津企业管理(中国)有限公司]; BP211D 电子天平[赛多利斯科学仪器(北京)有限公司]; KQ-500DE 超声波清洗机(昆山市超声仪器有限公司); Milli-Q Advantage Direct 16 超纯水系统(德国默克密理博公司); IKA T25 型高速台式离心机(德国 IAK 公司); G80F23AN1XL-A1(S0)微波炉(格兰仕公司)。

甲醇、乙腈、丙酮(色谱纯,默克股份两合公司); 无水硫酸镁、氯化钠(分析纯,国药集团化学试剂有限公司); 0.2 μm 有机相滤膜(美国安捷伦科技有限公司); 实验室用水均为 Milli-Q 超纯水。

WondaPak QuEChERS 基质分散固相萃取醋酸钠提取盐试剂包(货号 5010-050021, 6 g 硫酸镁+1.5 g 醋酸钠)、PSA/C₁₈ 净化管(货号 5010-015026, 100 mg PSA(N-丙基乙二胺(primary secondary amine)键合硅胶吸附剂)+100 mg C₁₈(十八烷基三氯硅烷键合硅胶吸附剂)+300 mg 硫酸镁)[岛津(上海)实验器材有限公司]。

敌敌畏(dichlorvos)、甲胺磷(phorate)、氧乐果(omethoate)、乐果(dimethoate)、毒死蜱(chlorpyrifos)、水胺硫磷(isocarbophos)标准品(1.0 mg/mL,北京坛墨质检科技有限公司)。

香葱、韭菜、白萝卜等含硫蔬菜均为市售。

2.2 溶液配制

分别吸取 100 μL 浓度为 1.0 mg/mL 敌敌畏、甲胺磷、氧乐果、乐果、毒死蜱、水胺硫磷标准溶液于 10 mL 容量瓶中,加入丙酮定容至刻度线,得到质量浓度为 10 μg/mL 的标准储备液。临用前使用样品空白基质提取液依次稀释为 0.01、0.02、0.05、0.10、0.20、0.50 μg/mL 梯度系列混合标准工作液,分别进气相色谱仪分析,以峰面积响应为纵坐标,质量浓度为横坐标进行线性回归分析。

2.3 样品前处理

2.3.1 试样制备

葱、韭菜剪断成约 2 cm 小段,白萝卜切成厚度为

0.5 cm 小片。称取约 100 g 样品于 250 mL 烧杯中, 置于微波炉中设定 800 W 预处理 45 s 后, 室温下冷却, 放入匀浆机制成待测样。

2.3.2 提取

准确称取 10.0 g 待测样, 加入 10 mL 乙腈, 2 颗陶瓷均质子, 在涡旋振荡器中高速匀浆 2 min, 5000 rpm 离心 5 min, 加入 WondaPak QuEChERS 基质分散固相萃取醋酸钠提取盐试剂包, 涡旋振荡器上剧烈振荡, 然后 5000 rpm 离心 5 min, 吸取上清液转移到 PSA/C18 净化管中, 剧烈振荡 30 s, 离心, 取全部上清液, 氮吹蒸发近干, 加丙酮复溶, 定容至体积 2.0 mL, 用 0.2 μm 有机滤膜过滤后, 上机测定。

2.4 气相色谱条件

色谱柱: Rtx-1701 Cap. Column 毛细管色谱柱(30 m \times 0.25 mm, 0.25 μm); 进样口温度 250 $^{\circ}\text{C}$; 火焰光度检测器(flame photometric detector, FPD) 温度 300 $^{\circ}\text{C}$; 恒流模式, 柱流量 1.0 mL/min; 进样量 1 μL , 不分流进样。

柱温程序: 初始温度 80 $^{\circ}\text{C}$, 保持 1.0 min, 以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升至 200 $^{\circ}\text{C}$, 保持 2.0 min, 以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升至 220 $^{\circ}\text{C}$, 保持 1.0 min, 以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率升至 250 $^{\circ}\text{C}$, 保持 5.0 min。

3 结果与分析

3.1 样品微波预处理方法优化

微波炉磁控管产生的 2450 MHz 高频超短电磁波, 经食物吸收, 引起食物内极性分子(如水分子、蛋白质分子等)每秒 24.5 亿次的极高速分子热运动, 分子热运动所引起的摩擦生热使食物内部产生高热, 导致细胞中活性酶失活, 中断酶促反应, 可以有效避免产生背景干扰^[16,17]。

微波炉设定输出功率 800 W, 香葱试样放入微波炉预

处理, 设定微波时间为 0、15、30、45、60、75、90 s, 然后样品提取液上机测定。如图 1~4, 未经微波处理的含硫蔬菜样品色谱图在敌敌畏、甲胺磷、氧乐果、乐果、毒死蜱、水胺硫磷出峰时间附近存在背景响应干扰, 对目标物检测测定带来巨大影响。经微波加热预处理后, 含硫蔬菜样品中干扰物得到了有效的净化(图 5)。随微波加热时间的增加, 干扰物去除效果增强, 微波 45 s 后可去除大部分基质干扰, 但是到 45 s 以后图谱基线基本不变, 说明再增加微波处理时间对去除杂质已无明显作用。

3.2 微波预处理时间对农药稳定性的影响

将 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 混合标准溶液 5.0 mL 装入 25 mL 容量瓶中, 微波炉设定输出功率 800 W, 微波预处理 0、15、30、45、60、75、90 s, 室温下冷却后进气相色谱-火焰光度检测器检测分析。经气相色谱-火焰光度检测器检测分析发现, 在 0~60 s 之间, 待测农药的峰响应无显著变化; 预处理 60 s 后, 峰响应开始降低。

3.3 方法的线性范围及检出限

为了更好地消除基质效应的影响, 本方法采用基质匹配校正曲线进行测定, 采用含硫蔬菜样品空白基质的提取液, 配制 0.01、0.02、0.05、0.10、0.20、0.50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 系列有机磷农药混标标准溶液, 以仪器响应峰面积(Y)对质量浓度(X , $\mu\text{g}/\text{mL}$)进行回归分析。结果表明, 敌敌畏、甲胺磷、氧乐果、乐果、毒死蜱、水胺硫磷质量浓度在 0.01~0.50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内时, 呈现良好的线性关系, 相关系数均大于 0.999。在空白基质中添加混合标准溶液, 按 2.3 中的方法进行前处理后, 上机测定, 分别以信噪比 $S/N=3$ 和信噪比 $S/N=10$, 计算该方法的检出限(limit of detections, LODs)和定量限(limit of quantifications, LOQs), 结果见表 1。

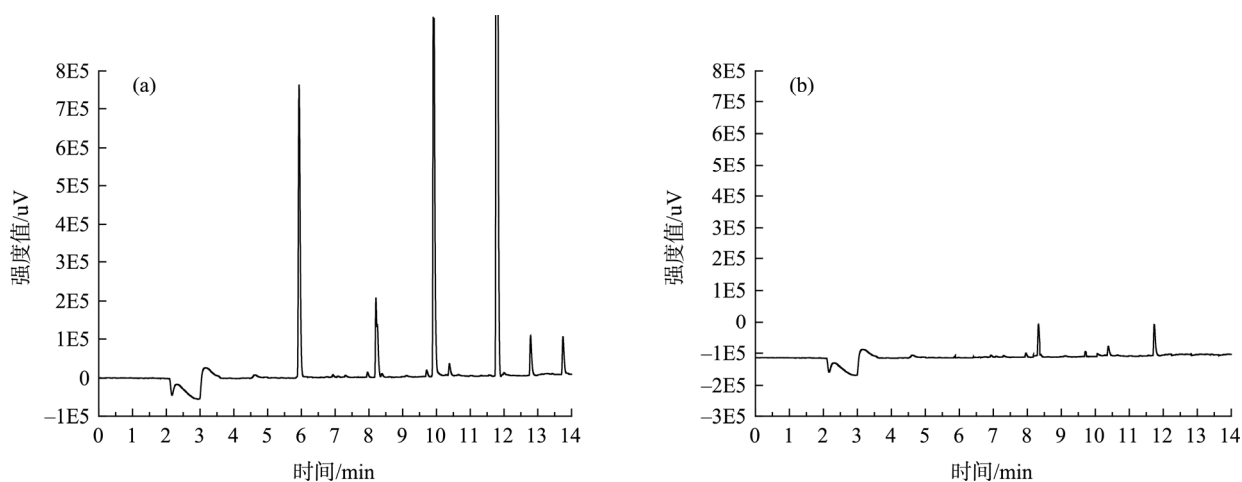


图1 白萝卜样品微波辅助净化前后色谱图

Fig.1 Chromatogram of white radish before and after microwave-assisted purification

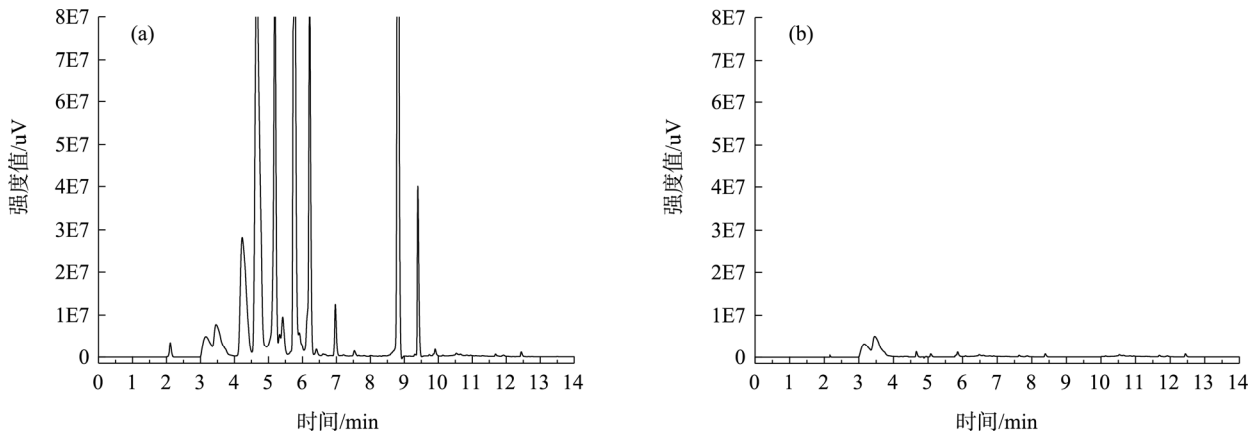


图 2 韭菜样品微波辅助净化前后色谱图

Fig.2 Chromatogram of Chinese chives before and after microwave-assisted purification

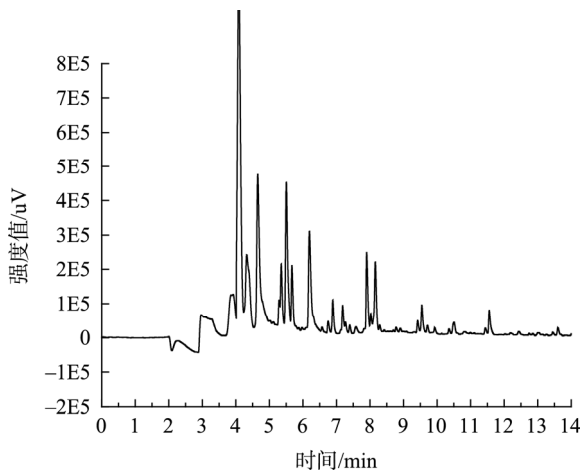
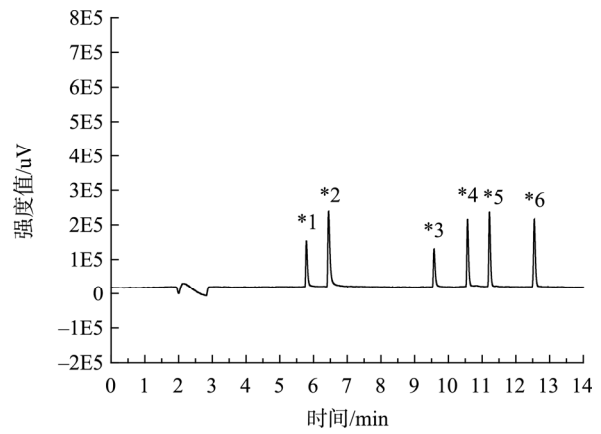


图 3 葱样品微波辅助净化前色谱图

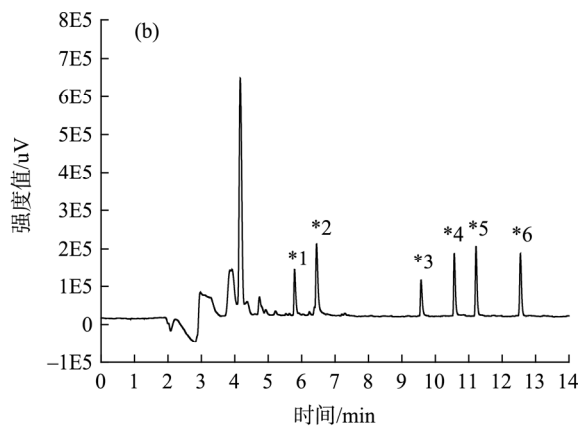
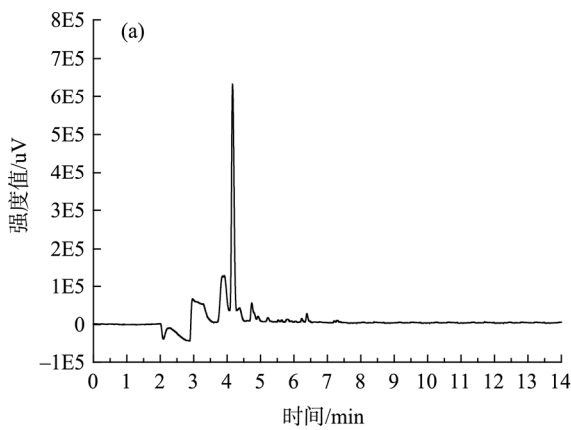
Fig.3 Chromatogram of scallion untreated by microwave



注: *1 敌敌畏, *2 甲胺磷, *3 氧乐果, *4 乐果, *5 毒死蜱, *6 标水胺硫磷。

图 4 50.0 ng/mL 有机磷农药标准品混合溶液色谱图

Fig.4 Chromatogram of 50.0 ng/mL mixed 6 organophosphorus pesticides standard solution



注: *1 敌敌畏, *2 甲胺磷, *3 氧乐果, *4 乐果, *5 毒死蜱, *6 水胺硫磷。

图 5 葱(微波处理后) (a) 及加标样品 (b) 微波辅助净化后色谱图

Fig.5 Chromatograms of scallion treated by microwave (a) and spiked sample (b) pretreated by microwave

表 1 有机磷农药的校正曲线、相关性系数、检出限和定量限
Table 1 The calibration curves, correlation coefficient (r), LODs, LOQs of OPPs

编号	化合物	线性范围/($\mu\text{g/mL}$)	校准曲线	相关系数 r^2	LOD/(mg/kg)	LOQ/(mg/kg)
1	敌敌畏	0.01~0.50	$Y=10156.9X-52500$	0.9996	0.0002	0.0008
	甲胺磷	0.01~0.50	$Y=24244.5X-274554$	0.9998	0.0002	0.0008
2	氧乐果	0.01~0.50	$Y=10825.3X-146986$	0.9999	0.0004	0.0013
3	乐果	0.01~0.50	$Y=16412.4X-224387$	0.9997	0.0004	0.0013
4	毒死蜱	0.01~0.50	$Y=16764.6X-148999$	0.9996	0.0002	0.0008
5	水胺硫磷	0.01~0.50	$Y=16813.1X-132144$	0.9999	0.0002	0.0008

3.4 回收率及精密度实验

分别向不含待测物的香葱、韭菜、白萝卜基质中添加敌敌畏、甲胺磷、氧乐果、乐果、毒死蜱、水胺硫磷混合标准溶液, 添加 0.002、0.010 和 0.100 mg/kg 3 种浓度水平(图 5), 每个水平平行测定 6 次, 平均加标回收率和相对标准偏差结果见表 2。结果表明, 本方法平均加标回收率为 83.2%~104.7%, 相对标准偏差(relative standard deviations,

RSD)为 2.3%~10.2%。因此, 本方法测定复杂基质中有机磷农药残留重复性良好, 能够满足农药残留测定的要求。

3.5 实际样品测定

应用本方法对南平市地域内市售的香葱、韭菜、白萝卜等 22 份含硫蔬菜进行有机磷农药残留测定, 样品中均未检出敌敌畏、甲胺磷、氧乐果、乐果、毒死蜱、水胺硫磷等农药残留。

表 2 有机磷农药基质加标回收率和精密度($n=6$)
Table 2 Recovery rate and precisions of OPPs spiked in blank vegetables ($n=6$)

化合物	葱加标水平/(mg/kg)	平均回收率/%	化合物	白萝卜加标水平/(mg/kg)	平均回收率/%	化合物	韭菜加标水平/(mg/kg)	平均回收率/%
敌敌畏	0.002	87.2(9.8)*	敌敌畏	0.002	95.7(5.2)	敌敌畏	0.002	86.9(5.2)
	0.010	91.7(4.2)		0.010	97.7(2.7)		0.010	97.6(7.6)
	0.100	90.5(5.4)		0.100	99.8(6.5)		0.100	102.0(2.3)
甲胺磷	0.002	89.1(8.1)	甲胺磷	0.002	88.6(6.6)	甲胺磷	0.002	89.3(8.2)
	0.010	92.8(4.4)		0.010	101.8(5.8)		0.010	93.8(3.9)
	0.100	96.6(3.6)		0.100	100.6(6.7)		0.100	101.1(3.6)
氧乐果	0.002	83.2(8.9)	氧乐果	0.002	96.3(5.3)	氧乐果	0.002	89.6(5.7)
	0.010	100.6(6.7)		0.010	101.9(2.3)		0.010	86.8(8.0)
	0.100	97.1(4.2)		0.100	93.5(5.6)		0.100	97.6(3.8)
乐果	0.002	83.8(8.6)	乐果	0.002	98.4(4.4)	乐果	0.002	96.8(6.4)
	0.010	93.0(5.5)		0.010	95.4(5.5)		0.010	87.8(8.3)
	0.100	102.6(5.3)		0.100	93.8(5.7)		0.100	101.6(5.2)
毒死蜱	0.002	90.3(10.2)	毒死蜱	0.002	98.0(5.1)	毒死蜱	0.002	96.9(6.5)
	0.010	99.7(5.6)		0.010	103.4(5.2)		0.010	103.6(6.3)
	0.100	97.9(6.0)		0.100	100.9(2.3)		0.100	101.7(4.5)
水胺硫磷	0.002	88.4(8.3)	水胺硫磷	0.002	98.7(4.2)	水胺硫磷	0.002	97.6(6.1)
	0.010	103.4(4.6)		0.010	100.7(7.0)		0.010	98.9(5.0)
	0.100	102.3(5.4)		0.100	104.7(5.7)		0.100	98.5(3.9)

*注: 括号中数据为 RSD(%)。

4 结 论

本研究采用微波辅助前处理技术建立了同时检测含硫蔬菜中多种有机磷农药残留的分析方法。本方法中 6 种有机磷农药在 0.01~0.50 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内基质匹配曲线线性良好, 相关系数均大于 0.999, 检出限为 0.0002~0.0004 mg/kg , 定量限为 0.0008~0.0013 mg/kg 。洋葱、韭菜、白萝卜基质在 0.002、0.010、0.100 mg/kg 浓度水平平均加标回收率为 83.2%~104.7%, 相对标准偏差为 2.3%~10.2%。因此, 本方法能够满足国内法规标准对果蔬中农药残留限量最高允许残留量的要求, 同时本方法操作简单方便, 抗干扰能力强, 检出限低, 能够有效地检测含硫蔬菜中有机磷农残的含量。

参考文献

- 田甜, 赵德恩, 梁登云, 等. 分散固相萃取-气相色谱-质谱法测定果蔬汁中 6 种有机磷农药的残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(6): 1388-1394.
Tian T, Zhao DE, Liang DY, *et al.* Determination of 6 organophosphorus pesticides in fruit and vegetable juice by dispersing solid phase extraction-gas chromatography-mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2018, 9(6): 1388-1394.
- 殷祥刚, 尹丽梅, 胥传来. 有机磷农药多残留免疫分析方法研究进展[J]. 食品科学, 2008, 29(10): 684-688
Yin XG, Yin LM, Xu CL. Research development of residue determination of organophosphorus pesticides based on multianalyte immunoassay [J]. *Food Sci*, 2008, 29(10): 684-688.
- 李鹏, 鲁召欣, 宋永欣. 急性重度有机磷农药中毒诊治进展[J]. 中国工业医学杂志, 2018, 31(2): 101-104.
Li P, Lu ZX, Song YX. Progress in diagnosis and treatment of acute severe organophosphorus pesticide poisoning [J]. *Chin J Ind Med*, 2018, 31(2): 101-104.
- 陈宇. 中国与主要国家农药残留限量标准对比分析[J]. 现代农业科技, 2017, (2): 94-97.
Chen Y. Comparative analysis of pesticides maximum residue limits in china and major countries [J]. *Mod Agric Sci Technol*, 2017, (2): 94-97.
- 孙钰洁, 王磊. 国家农药残留限量标准与绿色食品标准、CAC 标准的差异分析[J]. 现代农药, 2019, 18(1): 20-23.
Sun YJ, Wang L. Analysis on the difference of national pesticide residual limit standard, green food standard and CAC standard [J]. *Mod Agrochem*, 2019, 18(1): 20-23.
- 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.
- 王连珠, 李晓莲, 方恩华, 等. QuEChERS-液相色谱-串联质谱法测定棕榈原油中敌草快等 6 种农药残留[J]. 色谱, 2016, 34(7): 686-691.
Wang LZ, Li XL, Fang EH, *et al.* Determination of six pesticide residues including diquat in crude palm oil by QuEChERS-liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2016, 34(7): 686-691.
- 范君, 刘腾飞, 杨代风, 等. 不同基质效应对蔬菜中有机磷农药残留检测的影响[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(9): 3543-3548.
Fan J, Liu PF, Yang DF, *et al.* Influence of different matrix effects on determination of organophosphorus pesticide residues in vegetables [J]. *J Food Saf Qual*, 2017, 8(9): 3543-3548.
- 杨坤, 龙姜柳, 周曦曦, 等. 改良 QuEChERS/气相色谱法测定蔬菜中 35 种有机磷农药的残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(5): 1311-1317.
Yang K, Long JL, Zhou XX, *et al.* Determination of 35 kinds of organophosphorus pesticide residues in vegetables by modified QuEChERS/gas chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(5): 1311-1317.
- 黄田田, 汤梓, 董晓倩, 等. 多壁碳纳米管 QuEChERS-气相色谱法测定茶叶中 23 种有机磷农药残留量[J]. 食品科学, 2018, 39(6): 315-321.
Huang TT, Tang H, Dong XQ, *et al.* Determination of 23 organophosphorus pesticide residues in tea by QuEChERS extraction with multi-walled carbon nanotubes (MWCNTS) coupled to gas chromatography [J]. *Food Sci*, 2018, 39(6): 315-321.
- 袁兆岭, 宋兴良, 朱化雨. 食品中有机磷农药残留分析研究进展[J]. 食品研究与开发, 2006, 27(5): 161-164.
Yuan ZL, Song XL, Zhu HY. Progress for multi-residue determination of organophosphorus pesticides in food [J]. *Food Res Dev*, 2006, 27(5): 161-164.
- 郭永泽, 张玉婷, 刘磊, 等. 大蒜中多种农药残留测定的气相色谱-质谱联用技术研究[J]. 安徽农业科技, 2010, 38(8): 3870-3873.
Guo YZ, Zhang YT, Liu L, *et al.* Determination of multiple pesticides residue in garlic by gas chromatography/mass spectrometry [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2010, 38(8): 3870-3873.
- 洪萍, 应杏秋. 含硫蔬菜农药残留检测方法研究进展[J]. 中国卫生检验杂志, 2011, 21(9): 2355-2357.
Hong P, Ying XQ. Study on the method of pesticides residues in sulfur-containing vegetables [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2011, 21(9): 2355-2357.
- 姚艳玲, 沈涛, 倪炜华, 等. 气相色谱法测定蒜苗中 8 种有机磷农药残留[J]. 中国测试, 2009, 35(5): 95-97.
Yao YL, Shen T, Ni WH, *et al.* Determination of 8 organophosphorus pesticide residues in garlic sprouts by gas chromatography [J]. *Chin Measur Test Technol*, 2009, 35(5): 95-97.
- 程龙军, 郭得平. 葱蒜类作物中的蒜氨酸酶[J]. 植物生理学报, 2001, 37(5): 471-474.
Cheng LJ, Guo DP. Alliinase in garlic and allied species [J]. *J Plant Physiol*, 2001, 37(5): 471-474.
- 王楠, 侯旭杰. 新型加热技术在食品加工中的应用及其研究进展[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(4): 209-215.
Wang N, Hou XJ. Application of new heating technology and its research progress [J]. *Food Res Dev*, 2019, 40(4): 209-215.

- [17] 王科瑜, 杨宏旭, 王超英, 等. 烘烤、蒸煮和微波加热技术在动物源性食品加工中的应用[J]. 食品工业科技, 2018, 39(13): 325-330.

Wang KY, Yang HX, Wang CY, *et al.* Application of baking, boiling, microwaving heating techniques in animal-derived food processing [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2018, 39(13): 325-330.

(责任编辑: 陈雨薇)

作者简介

巫立健, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全。

E-mail: lijian.wu@foxmail.com