

# GC-ECD 法测定茨菇中 15 种有机氯类农药和拟除虫菊酯类农药的残留量

李映梅, 熊彩云, 白铭松\*, 熊斌, 罗静, 吴春凯, 杨成涛 (祥云县综合检验检测院, 云南祥云 672100)

**摘要** [目的]快速准确测定茨菇中的 15 种有机氯类农药和拟除虫菊酯类农药的残留量。[方法]样品经乙腈提取, 经过弗罗里砂柱净化, 使用 GC-ECD 法测定, 外标法定量。从线性范围、检出限、加标回收率、重复性 4 个方面进行方法学验证。[结果]15 种有机氯类农药和拟除虫菊酯类农药在 1 ~ 1 000 ng/mL 线性关系良好, 相关系数大于 0.994; 方法灵敏度高, 检出限为 0.000 1 ~ 0.001 0 mg/kg; 回收率高, 低浓度加标水平的回收率为 80.1% ~ 118.9%, 中浓度加标水平的回收率为 83.1% ~ 119.1%, 高浓度加标水平的回收率为 82.9% ~ 111.6%; 重复性好, 相对标准偏差(RSD)为 1.21% ~ 8.55%。[结论]该方法高效、稳定、准确, 适用于茨菇中的 15 种有机氯类农药和拟除虫菊酯类农药的残留量的测定。

**关键词** 茨菇; GC-ECD 法; 有机氯; 拟除虫菊酯; 农药残留; 方法学验证

中图分类号 S481+.8; O657.7+1 文献标识码 A

文章编号 0517-6611(2019)20-0213-04

doi: 10.3969/j.issn.0517-6611.2019.20.058

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



## Determination of 15 Organochlorine Pesticides and Pyrethroid Pesticide Residues in *Sagittaria sagittifolia* by GC-ECD

LI Ying-mei, XIONG Cai-yun, BAI Ming-song et al (Xiangyun Inspection and Testing Institute for Comprehensive Control, Xiangyun, Yunnan 672100)

**Abstract** [Objective] The research aimed to quickly and accurately determine the residues of 15 organochlorine pesticides and pyrethroid pesticides in *Sagittaria sagittifolia*. [Method] The samples were extracted with acetonitrile and purified with Florisil of solid phase extraction, and detected by GC-ECD. The external standard method was used for quantification. The methodological verification was carried out from 4 aspects of linear range, the limits of detection, recoveries and repeatability. [Result] 15 organochlorine pesticides and pyrethroid pesticides had good linearity from 1 to 1000 ng/mL, and the correlation coefficient was greater than 0.994. The method had high sensitivity, the limits of detection for all the pesticides in samples ranged from 0.000 1 to 0.001 0 mg/kg. The method had high recovery, the recoveries of low marking level concentration were 80.1% - 118.9%, the recoveries of medium marking level concentration were 83.1% - 119.1%, the recoveries of high marking level concentration were 82.9% - 111.6%. The relative standard deviations were good in the range of 1.21% - 8.55%. [Conclusion] The method is efficient, stable and accurate, and is suitable for the determination of the residues of 15 organochlorine pesticides and pyrethroid pesticides in *Sagittaria sagittifolia*.

**Key words** *Sagittaria sagittifolia*; GC-ECD; Organochlorine; Pyrethroid; Pesticide residue; Methodological verification

水生植物茨菇又称茨菰、慈菇(*Sagittaria sagittifolia*), 是南方人餐桌上的一道美味, 既可炒可炖, 又可凉拌, 营养丰富, 味美松软, 同时具有清热、解毒之功效, 深受人民群众的青睐<sup>[1-2]</sup>, 除了食用和药用功效之外, 茨菇可以净化处理农田排水, 因此茨菇兼具经济价值和净化功能<sup>[3]</sup>。为了提高茨菇的产量, 在种植过程中会喷施三唑酮<sup>[2,4]</sup>、溴氰菊酯<sup>[3,5]</sup>、氰戊菊酯<sup>[3,6-7]</sup>、百菌清<sup>[7]</sup>等有机氯和拟除虫菊酯类农药来防治蚜虫病、黑粉病和斑纹病<sup>[8]</sup>。而有机氯农药化学性质稳定, 半衰期比较长, 难以降解<sup>[9]</sup>, 虽然拟除虫菊酯类农药相比较有机氯类农药具有高效、低毒和生物降解等特点<sup>[10]</sup>, 但两者都极易造成土壤和农产品的污染<sup>[11-13]</sup>, 会在生物体内长期蓄积<sup>[14-17]</sup>, 不易破坏、分解, 极易造成残留, 危及健康, 损害中枢神经系统, 具有致畸、致癌和致突变的作用<sup>[11,18-20]</sup>。因此准确测定茨菇中有机氯农药和拟除虫菊酯类农药既可直接保证食用安全, 又可间接反映土壤和水体的农药残留情况。根据相关文献和国家标准采用固相萃取(SPE)技术进行前处理<sup>[21]</sup>, 以毛细管柱为分析柱, 使用 GC-ECD 或气质联用仪检测有机氯和拟除虫菊酯类农药残留<sup>[22-25]</sup>。笔者结合实验室情

况, 选定 GC-ECD 测定 15 种有机氯类农药和拟除虫菊酯类农药残留, 并从线性范围、检出限、加标回收率、重复性 4 个方面进行考察, 为农产品的食用安全提供技术手段。

### 1 材料与方法

**1.1 材料和仪器** GC-2010 Plus(日本岛津公司); 分析天平(美国奥豪斯, CP214, 感量 0.000 1 g); 超声波发生器(上海科导仪器有限公司, SK5200HP); 高速分散器(德国 IKA 公司, T25); 旋转蒸发器(上海亚荣生化仪器厂, RE-2000B); 氮吹仪(杭州奥盛仪器有限公司, WD-12)。

为避免 15 种有机氯和拟除虫菊酯的农药残留的出峰时间重叠, 将它们分为 3 组: ①第 I 组标准品。氯氰菊酯(DR. Ehrenstorfer GmbH, 纯度 99.0%), 氰戊菊酯(DR. Ehrenstorfer GmbH, 纯度 98.3%), 氯氟氰菊酯(农业部环境保护科研监测所, 1000 μg/mL), 甲氰菊酯、百菌清、溴氰菊酯(农业部环境保护科研监测所, 100 μg/mL); ②第 II 组标准品。三唑酮、五氯硝基苯、乙烯菌核利、氟氯氰菊酯、联苯菊酯、氟氰戊菊酯(农业部环境保护科研监测所, 100 μg/mL); ③第 III 组标准品。α-666、β-666、γ-666、δ-666、腐霉利、氟胺氰菊酯(农业部环境保护科研监测所, 100 μg/mL)。乙腈(色谱纯, 德国默克股份有限公司), 正己烷(色谱纯, 德国默克股份有限公司); 丙酮(色谱纯, 美国天地有限公司), 弗罗里砂柱(Agela Technologies, 1 000 mg/6 mL)。

**作者简介** 李映梅(1986—), 女, 云南大理人, 工程师, 硕士, 从事农产品色谱类检测分析工作。\*通信作者, 主管药师, 从事农产品色谱类检测分析工作。

**收稿日期** 2019-05-06; **修回日期** 2019-05-29

## 1.2 方法

**1.2.1 标准溶液的配制。**准确称取或吸取第 I 组、第 II 组、第 III 组有机氯和拟除虫菊酯标准品,配制成浓度为 5 μg/mL 的中间液,用茛菪基液逐级稀释,配制成浓度分别为 1、2、5、10、20、50、100、200、1 000 ng/mL 的标准系列溶液,现配现用。

**1.2.2 样品处理与分析。**取茛菪可食部分,将其切碎,充分混匀放入食品加工器粉碎,制成待测样。放入分装容器中,于-20~-16℃保存,备用。

准确称取样品 25 g(精确到 0.1 g)放入烧杯中,加 50 mL 乙腈,在匀浆机高速匀浆 2 min,过滤,滤液收集到 100 mL 具塞量筒中,加入 5 g 氯化钠,剧烈振荡 1 min,在室温静置 30 min。移取上层乙腈提取液 10.00 mL 于浓缩瓶中,使用旋转蒸发仪 40℃下浓缩至近干,加入 2.0 mL 正己烷,盖上铝箔,待净化。

将弗罗里矽柱依次用 5 mL 丙酮+正己烷(10+90)、5.0 mL 正己烷预淋洗,当溶剂液面到达柱吸附层表面时,立

即转移上述净化溶液至固相萃取柱上,用 15 mL 刻度离心管接收洗脱液,用 5 mL 丙酮+正己烷(10+90)冲洗浓缩瓶后淋洗弗罗里矽柱,并重复一次。将盛有淋洗液的离心管置于氮吹仪上,50℃条件下,氮吹至小于 5 mL,用正己烷定容至 5.0 mL,混匀,过 0.22 μm 滤膜,移入进样瓶中,待 GC-ECD 测定。

**1.2.3 气相色谱条件。**毛细管色谱柱:SH-RTx-5,规格为 30 m×0.32 mm×1.5 μm;进样口温度 200℃;程序升温:初始柱温 150℃,保持 2 min;以 6℃/min 升温至 270℃,保持 40 min;载气:高纯氮气,控制模式:线速;压力 137.4 kPa;进样方式:不分流进样;进样量 1 μL。

## 2 结果与分析

**2.1 线性关系** 15 种有机氯和拟除虫菊酯的标准工作溶液为 1~1 000 ng/mL,以浓度(ng/mL)为横坐标、峰面积为纵坐标绘制标准曲线,回归方程和相关系数见表 1。从表 1 可看出,各农药残留的相关系数>0.994,表明在此浓度范围内线性关系良好,满足检测要求。

表 1 15 种有机氯和拟除虫菊酯的线性关系、相关系数

Table 1 Linear relationship and correlation coefficient of 15 organochlorines and pyrethroids

组别 Group	化合物 Compound	保留时间 Retention time	线性方程 Linear equation	相关系数 Correlation coefficient
I	百菌清	15.632	$y = 23\ 643.90x - 74\ 149.2$	0.999 6
I	甲氰菊酯	26.780	$y = 5\ 048.43x + 59\ 626.2$	0.999 3
I	氯氟氰菊酯 1	28.744	$y = 12\ 625.50x + 25\ 490.5$	0.999 7
I	氯氟氰菊酯 2	29.488	$y = 12\ 476.50x - 54\ 240.2$	0.999 7
I	氯氰菊酯 1	38.148	$y = 6\ 811.77x - 51\ 492.9$	0.999 1
I	氯氰菊酯 2	38.753	$y = 8\ 098.12x - 119\ 929$	0.998 2
I	氯氰菊酯 3	39.444	$y = 5\ 168.42x + 81\ 413.8$	0.994 1
I	氰戊菊酯 1	45.412	$y = 21\ 655.70x - 145\ 740$	0.998 7
I	氰戊菊酯 2	47.345	$y = 20\ 141.50x - 57\ 070.2$	0.999 9
I	溴氰菊酯	53.079	$y = 8\ 753.09x - 329\ 493$	0.994 3
II	五氯硝基苯	14.877	$y = 21\ 743.80x + 89\ 744.2$	0.999 9
II	乙烯菌核利	16.941	$y = 8\ 420.70x + 89\ 744.2$	0.999 7
II	三唑酮	18.361	$y = 8\ 237.01x + 36\ 771.0$	0.999 9
II	联苯菊酯	26.267	$y = 6\ 737.29x + 46\ 652.9$	0.999 6
II	氟氯氰菊酯	37.274	$y = 9\ 661.10x + 11\ 088$	0.999 9
II	氟氰戊菊酯-1	39.458	$y = 8\ 026.27x + 12\ 927.8$	0.999 9
II	氟氰戊菊酯-2	40.882	$y = 8\ 638.40x + 6\ 130.05$	0.999 9
III	α-666	13.553	$y = 31\ 041.80x - 131\ 383$	0.999 7
III	β-666	14.432	$y = 10\ 983.00x + 113\ 835$	0.999 5
III	γ-666	14.721	$y = 27\ 212.20x - 57\ 875.3$	0.999 8
III	δ-666	15.485	$y = 24\ 821.20x - 40\ 064.9$	0.999 9
III	腐霉利	20.030	$y = 4\ 910.98x + 77\ 496.5$	0.998 7
III	氟胺氰菊酯 1	47.099	$y = 10\ 069.70x + 8\ 858.68$	0.999 9
III	氟胺氰菊酯 2	47.552	$y = 10\ 215.10x + 18\ 361.1$	0.999 9

**2.2 检出限** 检测器产生的响应信号为噪声值 3 倍时的量为检出限,检测器产生的响应信号为噪声值 10 倍时的量为定量限,并通过定容体积和样品量换算得到样品的检出限和定量限,见表 2。由表 2 可知,该方法的检出限较低,检出限

均低于标准 NY/T 761—2008。说明该方法在该实验室有良好的灵敏度,能够很好地满足检测要求。

**2.3 回收率试验** 选取样品称量,分别加入不同体积混合标准溶液,得到 3 个梯度水平,浓度为 50、100 和 200 ng/mL 的

回收率试验,回收率结果见表 3。从表 3 可看出,在 3 个加标浓度水平中,15 种由有机氯和拟除虫菊酯的回收率为 80%~120%,说明建立的该方法具有较好的回收率,能够满足苜蓿中 15 种有机氯和拟除虫菊酯的测定。

**2.4 重复性试验** 实验室采用苜蓿样品平行加入 500  $\mu\text{L}$  浓度为 5  $\mu\text{g}/\text{mL}$  农药标准品,然后经过前处理,平行测定 7 次,结果见表 4。从表 4 可看出,15 种有机氯和拟除虫菊酯的 RSD  $\leq$  10%,说明试验整个过程稳定性较好,能够满足检测需求。

### 3 结论

该方法同时测定了苜蓿中氯氟菊酯、氰戊菊酯、甲氰菊酯、氯氟氰菊酯、百菌清、溴氰菊酯、三唑酮、五氯硝基苯、乙炔菌核利、氟氯氰菊酯、联苯菊酯、氟氰戊菊酯、六六六、腐霉利、氟胺氰菊酯 15 种有机氯和拟除虫菊酯类农药残留量。样品经过前处理,采用 GC-ECD 外标法定量,从 4 个方面进行方法学验证。结果表明,15 种有机氯类农药和拟除虫菊酯类农药线性良好,检出限均低于标准 NY/T 761—2008,高低浓度的加标回收率均符合农药残留的分析,同时重复性好。该方法适用于苜蓿中 15 种有机氯类农药和拟除虫菊酯类农药残留量的测定。

表 2 15 种有机氯和拟除虫菊酯的检出限和定量限

Table 2 Detection limits and quantification limits for 15 organochlorines and pyrethroids

序号 No.	化合物 Compound	检出限 Detection limit	定量限 Quantitative limit	标准检出限*
				Standard detection limit
1	百菌清	0.000 1	0.001 0	0.001 0
2	甲氰菊酯	0.000 3	0.002 0	0.002 0
3	氯氟氰菊酯	0.000 5	0.005 0	0.000 5
4	氯氟菊酯	0.001 0	0.006 0	0.003 0
5	氰戊菊酯	0.000 8	0.005 0	0.002 0
6	溴氰菊酯	0.001 0	0.050 0	0.001 0
7	五氯硝基苯	0.000 1	0.001 0	0.000 2
8	乙炔菌核利	0.000 2	0.001 0	0.000 4
9	三唑酮	0.000 2	0.001 0	0.001 0
10	联苯菊酯	0.000 4	0.002 0	0.000 6
11	氟氯氰菊酯	0.000 8	0.010 0	0.002 0
12	氟氰戊菊酯	0.001 0	0.005 0	0.001 0
13	$\alpha$ -666	0.000 1	0.001 0	0.000 1
	$\beta$ -666	0.000 2	0.001 0	0.000 4
	$\gamma$ -666	0.000 1	0.001 0	0.000 2
	$\delta$ -666	0.000 1	0.001 0	0.000 1
14	腐霉利	0.000 5	0.002 0	0.002 0
15	氟胺氰菊酯	0.000 5	0.010 0	0.002 0

注: \* 为标准 NY/T 761—2008

Note: \* is standard NY/T 761—2008

表 3 15 种有机氯和拟除虫菊酯的加标回收率

Table 3 The spiked recovery of 15 organochlorines and pyrethroids

序号 No.	化合物 Compound	本底值 Background value	测定值 Measured value//ng/mL			回收率 Recovery rate//%		
			低浓度 Low concen- tration	中浓度 Medium concen- tration	高浓度 High concen- tration	低浓度 Low concen- tration	中浓度 Medium concen- tration	高浓度 High concen- tration
			1	百菌清	0	43.696	85.376	174.821
2	甲氰菊酯	0	44.244	98.819	199.631	88.5	98.8	99.8
3	氯氟氰菊酯	0	40.543	83.149	171.796	81.1	83.1	85.9
4	氯氟菊酯	0	54.946	100.462	194.534	109.9	100.5	97.3
5	氰戊菊酯	0	50.869	96.454	186.801	101.7	96.5	93.4
6	溴氰菊酯	0	59.473	113.382	223.136	118.9	113.4	111.6
7	五氯硝基苯	0	44.124	92.485	184.568	88.2	92.5	92.3
8	乙炔菌核利	0	48.299	105.936	205.069	96.6	105.9	102.5
9	三唑酮	0	40.062	99.385	203.332	80.1	99.4	101.7
10	联苯菊酯	0	51.406	108.302	208.528	102.8	108.3	104.3
11	氟氯氰菊酯	0	45.630	97.122	195.179	91.3	97.1	97.6
12	氟氰戊菊酯	0	46.181	100.022	195.890	92.4	100.0	97.9
13	$\alpha$ -666	0	47.050	85.672	165.704	94.1	85.7	82.9
	$\beta$ -666	0	53.841	105.512	201.806	107.7	105.5	100.9
	$\gamma$ -666	0	48.929	90.707	174.835	97.9	90.7	87.4
	$\delta$ -666	0	49.876	94.377	183.579	99.8	94.4	91.8
14	腐霉利	0	55.229	119.108	214.529	110.5	119.1	107.3
15	氟胺氰菊酯	0	53.477	100.058	203.167	107.0	100.1	101.6

表 4 15 种有机氯和拟除虫菊酯的重复性结果

Table 4 Repeatability results of 15 organochlorines and pyrethroids

序号 No.	化合物 Compound	测定值 Measured value//ng/mL							RSD %
		1	2	3	4	5	6	7	
1	百菌清	80.332	89.752	92.031	89.647	89.400	90.077	90.543	4.33
2	甲氰菊酯	94.050	101.550	104.683	105.982	103.506	104.813	104.367	3.95
3	氯氟氰菊酯	83.980	86.254	88.038	88.790	87.273	89.029	87.955	2.00
4	氯氟菊酯	92.186	101.186	103.927	102.932	101.875	103.202	102.675	4.00
5	氰戊菊酯	99.783	98.194	101.049	100.873	99.245	100.905	101.639	1.21
6	溴氰菊酯	119.448	117.828	117.764	119.957	117.259	115.923	115.797	1.35
7	五氯硝基苯	95.877	91.095	92.485	98.265	96.191	91.056	87.181	4.10
8	乙炔菌核利	106.556	102.292	105.936	108.905	107.304	100.936	96.760	4.11
9	三唑酮	103.824	93.490	99.385	95.151	89.210	99.307	95.255	4.92

接下表

续表 4

序号 No.	化合物 Compound	测定值 Measured value // ng/mL							RSD %
		1	2	3	4	5	6	7	
10	联苯菊酯	110.762	106.690	108.302	112.760	112.710	105.730	101.708	3.73
11	氟氯氰菊酯	99.836	94.743	97.122	99.743	100.259	94.579	90.564	3.73
12	氟氰戊菊酯	102.221	98.675	99.858	104.150	102.918	97.958	92.937	3.80
13	$\alpha$ -666	89.055	92.245	95.313	95.845	83.802	83.732	82.859	6.32
	$\beta$ -666	93.534	112.022	116.017	116.294	103.507	100.105	98.787	8.55
	$\gamma$ -666	80.728	97.076	100.579	100.538	89.443	87.953	86.883	8.29
	$\delta$ -666	83.745	100.336	105.361	105.032	94.543	91.239	89.697	8.55
14	腐霉利	115.903	120.972	114.720	111.490	124.217	108.838	118.735	4.60
15	氟胺氰菊酯	93.548	103.179	103.566	103.939	101.093	104.968	100.580	3.80

## 参考文献

- [1] 罗桂环, 茨菇等几种水生作物栽培史考[J]. 古今农业, 2005(1): 26-34.
- [2] 程晓. 茨菇无公害高产栽培技术[J]. 现代农业科技, 2014(11): 103-104.
- [3] 李笑天, 刘锦涛, 王乙江, 等. 不同湿地-稻田面积比下茭白-茨菇湿地系统对稻田排水中氮素去除效果的研究[J]. 中国农村水利水电, 2016(11): 70-73.
- [4] 钱秀英. 茨菇栽培技术要点[J]. 农民致富之友, 2017(7): 4-5.
- [5] 王连章, 刘裕岭, 钱忠贵, 等. 茨菇早熟高产高效栽培技术[J]. 上海农业科技, 2002(1): 65.
- [6] 王庭友. 大棚西瓜-露天茨菇高产高效栽培技术[J]. 现代农业科技, 2012(24): 87, 89.
- [7] 黄大炬. 三甲慈菇的特征特性及栽培技术[J]. 农技服务, 2017, 34(24): 49.
- [8] 刘占山, 廖建平, 李旭君, 等. 拟除虫菊酯类农药用于水田害虫防治探讨及应用前景展望[J]. 江西农业学报, 2008, 20(2): 68-71.
- [9] 肖利龙, 赵悠悠. QuEChERS-气相色谱法同时测定蜂花粉中多种有机氯和拟除虫菊酯残留量[J]. 辽宁化工, 2017, 46(8): 838-840.
- [10] 王兆守, 李顺鹏. 拟除虫菊酯类农药微生物降解研究进展[J]. 土壤, 2005, 37(6): 577-580.
- [11] 李昌安, 李四生, 戴震, 等. 果蔬中 19 种有机氯和拟除虫菊酯农药残留的毛细管气相色谱测定法[J]. 中国卫生检验杂志, 2009, 19(5): 984-986.
- [12] 吴加伦, 邹耀华, 李丽青. 白芍和黄连中十五种有机氯和拟除虫菊酯类农药的多残留分析方法[J]. 农药学报, 2006, 8(1): 65-70.
- [13] 祝美云, 李梦琴, 赵秋艳, 等. 宽口径毛细管气相色谱法同时测定蔬菜中多种拟除虫菊酯农药残留量[J]. 郑州工程学院学报, 2003, 24(4): 64-66.
- [14] 蒋定国, 方从容, 杨大进, 等. 测定茶叶中 27 种有机氯和拟除虫菊酯农药多组分残留气相色谱法[J]. 中国食品卫生杂志, 2005, 17(5): 385-389.
- [15] 赵辉. 番茄和苹果中 14 种有机氯和拟除虫菊酯类农药残留量的毛细管气相色谱检测[J]. 农业环境科学学报, 2007, 26(2): 734-738.
- [16] 刘尚钟, 王敏, 陈馥衡. 拟除虫菊酯类农药的研究和展望[J]. 农药, 2004, 43(7): 289-293.
- [17] 邹继红, 季光辉, 宋欣鑫, 等. 蔬菜中有机氯和拟除虫菊酯农药残留量的测定[J]. 沈阳药科大学学报, 2007, 24(3): 156-159.
- [18] 杨燕涛. 水稻害虫可持续治理中杀虫剂适用性评述[J]. 农药, 2007, 46(9): 580-585.
- [19] 班睿, 李玉美, 黄荣茂, 等. 气相色谱法测定茶叶中有机氯和拟除虫菊酯农药残留的研究[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(4): 1410-1411, 1415.
- [20] 何浩. 气相色谱法快速测定食品中多种有机氯、拟除虫菊酯、有机磷农药残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(3): 1063-1068.
- [21] 郜红建, 蒋新, 王芳, 等. 叶类蔬菜有机氯农药残留测定过程中的提取和净化[J]. 环境化学, 2004, 23(5): 587-590.
- [22] 孔祥虹, 海云, 乐爱山, 等. 固相萃取-毛细管气相色谱法同时测定黄瓜中 23 种有机氯和拟除虫菊酯类农药残留量[J]. 食品科学, 2007, 28(2): 267-270.
- [23] 邱棋伟. GC/micro-ECD 测定植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯农药残留量[J]. 应用预防医学, 2008, 14(1): 46-48.
- [24] 中华人民共和国农业部. 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: NY/T 761-2008[S]. 北京: 中国农业出版社, 2008.
- [25] 田丽梅, 孙志勇, 向明, 等. 有机氯和拟除虫菊酯农药残留测定中组分分离问题探讨[J]. 现代农药, 2014, 13(6): 38-40, 49.