

# QuEChERS 法结合 GC-NPD 测定果蔗蔗汁中有机磷农药残留量

范业康<sup>1,2</sup>, 廖洁<sup>1,2</sup>, 梁俊<sup>1</sup>, 莫磊兴<sup>1,2\*</sup>, 王天顺<sup>1,2</sup>, 牙禹<sup>1,2</sup>, 梁强<sup>1</sup>, 李松<sup>1</sup>

(1. 广西农业科学院甘蔗研究所, 广西南宁 530007; 2. 农业部甘蔗品质监督检验测试中心(南宁), 广西南宁 530007)

**摘要** [目的] 建立果蔗中有机磷农药残留量的快速检测方法, 为果蔗安全食用提供保障。[方法] 运用 QuEChERS 法结合 GC-NPD 建立了果蔗中 6 种有机磷农药(敌敌畏、甲基毒死蜱、马拉硫磷、倍硫磷、毒死蜱、三唑磷)残留量的快速分析方法。[结果] QuEChERS 法明显优于传统提取法, 可有效提取果蔗样品中 6 种有机磷农药, 大大节约了使用试剂和提取时间。6 种有机磷农药均呈良好的线性关系; 在 0.020~0.100 mg/L 的添加水平, 6 种有机磷农药的平均加标回收率为 68.58%~92.85%, 相对标准偏差在 2.16%~9.89%, 方法的最低检出限为 0.006 8~0.012 0 mg/L。[结论] QuEChERS 法的灵敏度、准确度和精密性均符合农药残留测定的技术要求, 不仅能有效缩短样品处理周期, 还能保证样品峰无杂质干扰, 回收率也符合残留分析的要求。

**关键词** 果蔗; 有机磷农药; GC-NPD; QuEChERS; 残留量

中图分类号 S482.3\*3 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2013)05-01934-03

## Determination of Organphosphorus Pesticides in Chewing Cane Juices by QuEChERS Cleanup and GC-NPD

FAN Ye-geng et al (Sugarcane Research Institute, Guangxi Academy of Agricultural Sciences, Nanning, Guangxi 530007)

**Abstract** [Objective] To establish a method for determination of organphosphorus pesticides in chewing cane juices and provide safety guaranteeing. [Method] By using QuEChERS and GC-NPD method, a rapid analysis method for six kinds of organphosphorus pesticides residue in sugarcane juices was established, which includes dichlorvos, chlorpyrifos-methyl, malathion, fenthion, chlorpyrifos and triazophos. [Result] QuEChERS method could extract six organphosphorus pesticides residue in chewing cane juices effectively, which saved the organic reagent and time. Good linearity was found in different standard curves, the detection limits of apparatus was 0.020-0.100 mg/ml, recovery rate was 68.58%-92.85%, and relative standard deviation (RSD) was in the range of 2.16%-9.89%. [Conclusion] The sensitivity, accuracy and precision of QuEChERS method were consistent with technical requirements of pesticide residue determination. It not only can shorten sample processing cycle effectively, but also ensure that no impurity was in the sample peak and the recovery rate is also consistent with the requirements of residual analysis.

**Key words** Sugarcane; Organphosphorus pesticides; GC-NPD; QuEChERS; Residue

有机磷类农药在我国一直是主要农药品种, 多年来其产量一直排在各类农药的首位, 广泛用于水果、蔬菜、棉花和粮食作物的害虫防治; 有机磷农药可经消化道、呼吸道及完整的皮肤和粘膜进入人体, 吸收的有机磷农药在体内分布于各器官, 其中以肝脏含量最多, 也可侵入神经系统和生殖系统, 严重危害人体健康<sup>[1]</sup>。广西作为糖料甘蔗和果蔗的主要产区, 为了减少病虫害危害, 提高单位面积产量, 在果蔗上主要采用各种有机磷类农药杀灭各种螟虫和蚜虫<sup>[2]</sup>。因此, 建立快速、高效、准确的检验方法测定果蔗中有机磷农药具有重要意义。

目前已有较多在水果、蔬菜、茶叶、水样、中草药甚至肉类中检测有机磷农药残留量的报道。例如, 陈若虹等<sup>[3]</sup>采用高效液相色谱法测定果汁中有机磷残留量; 徐远金等<sup>[4-5]</sup>分别采用液相色谱-电喷雾质谱联用法和高效液相色谱法测定蔬菜中有机磷残留量; 梅文泉等<sup>[6]</sup>采用固相萃取结合气相色谱法测定茶叶中有机磷残留量; 焦琳娟等<sup>[7-9]</sup>分别对水样、中药材和猪肉中有机磷残留量进行测定。2003 年 QuEChERS 法在美国诞生, 它以一种快速、简便、价格低廉的分析方法实现了高质量分析<sup>[10]</sup>, 已证实超过 200 多种农药可

采用该方法提取净化<sup>[11]</sup>。运用 QuEChERS 法作为农残前处理方法成为近年来的研究热点并得到迅速发展, 该法已应用于蔬菜<sup>[12]</sup>、大米<sup>[13]</sup>、水果<sup>[14-15]</sup>等多种农药残留的净化提取中。但目前尚未见在果蔗上有机磷农药检测的研究报道。为解决传统方法存在的提取效率低、周期长、耗费高、污染环境等问题, 笔者针对果蔗蔗汁样品复杂基质, 采用加入氯化钠、石墨化炭黑(GCB)、无水硫酸镁的 QuEChERS 前处理技术, 结合 GC-NPD 对 6 种有机磷农药残留量进行了测定, 以期为果蔗的安全食用提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

**1.1.1 仪器。** Agilent 6890N 气相色谱仪, 配 NPD 检测器, 美国安捷伦科技有限公司生产; TDZ5-WS 台式低速离心机, 湖南湘仪实验仪器开发有限公司生产; BF 2000-A 氮吹仪, 北京八方世纪科技有限公司生产; UPH-II-20T 超纯水仪, 四川成都优越科技有限公司生产; IKA 漩涡振荡器, 德国 IKA 集团生产; YZ220×300 甘蔗压榨机, 云南文山机械设备有限公司生产。

**1.1.2 试剂与药剂。** 乙腈和丙酮均为色谱纯, 为美国 TE-DIA 天地试剂公司产品; 氯化钠和无水硫酸镁均为分析纯, 其中无水硫酸镁用前在 500 °C 马弗炉内烘 5 h, 200 °C 时取出冷却, 备用; N-2 氨基(PSA), 粒径 40~60 μm, 为天津博纳艾杰尔公司产品; GCB, 粒径 40 μm, 为天津博纳艾杰尔公司产品。农药标准品: 敌敌畏、毒死蜱、马拉硫磷、倍硫磷、甲基毒死蜱、三唑磷含量均为 100 μg/ml, 均购于农业部环境保护

**基金项目** 广西农业科学院基本科研业务专项(桂农科 2012YM11); 南宁市科学研究与技术开发计划项目(201102026B); 广西农业科学院基本科研专项(G2009001, 201001G); 广西农业科学院科技发展基金项目(201002Z)。

**作者简介** 范业康(1979-), 男, 广西灌阳人, 助理研究员, 硕士, 从事农产品分析检测工作, E-mail: fanyegeng@163.com。\* 通讯作者, 副研究员, 从事农产品质检工作, E-mail: molx03@163.com。

**收稿日期** 2013-01-25

科研监测所。

**1.2 色谱条件** 色谱柱: DB-1 毛细管柱(30.00 m × 0.25 mm × 0.25 μm); 进样口温度 250 °C, 检测器温度 325 °C, 程序升温: 温度 100 °C 保持 1 min, 以 10 °C/min 的速度升温至 250 °C; 以 10 °C/min 的速度升温到 280 °C 并保持 3 min; 载气 1.5 ml/min; 氢气流速 3 ml/min; 空气流速 60 ml/min; 尾吹气为高纯氮气, 流速 8.5 ml/min; 不分流进样, 进样量 1.0 μl, 出溶剂峰期间(0~2 min)关闭氢气; 峰面积外标法定量。

### 1.3 样品前处理方法

**1.3.1 标准溶液的制备。** 将 100 μg/ml 农药标准液用丙酮稀释 10 倍配制成 10.00 μg/ml 的标准储备液; 据每种农药及相关化学品在仪器上的响应灵敏度, 确定在混合标准溶液中的浓度, 配制成 0.020、0.040、0.060、0.100、0.200、0.400、0.800、1.000 μg/ml 的混合标准工作溶液。

**1.3.2 蔗汁中农残的提取。** 称取去皮果蔗 3.0 kg, 榨汁, 吸取蔗汁 10.00 ml 于 50 ml 离心管中, 加入乙腈溶液 25 ml 和氯化钠 1.00 g, 浸泡过夜。用振荡器振荡提取 30 min, 5 000 r/min 离心 5 min。移取有机相 10.00 ml 于 20 ml 离心管中, 加入无水硫酸镁 1.50 g, PSA 50 mg, GCB 40 mg, 振荡, 6 000 r/min 离心 5 min; 再将上清液转移至另一 20 ml 离心管中, 氮吹至近干, 加入 5 ml 丙酮溶解, 加入 0.75 g 无水硫酸镁、50 mg PSA 和 30 mg GCB, 振荡, 6 000 r/min 离心 5 min, 取上清液上机, 按仪器工作条件进行测定。

## 2 结果与分析

**2.1 提取试剂的选择** 丙酮、乙酸乙酯和乙腈是常用的提取有机磷农药的提取试剂, 跟前二者相比, 乙腈极性大, 极易提取样品中的有机磷农药, 且不易提取样品中的色素和蜡质、脂肪等非极性成分, 在许多研究中都有应用<sup>[16-18]</sup>。因此, 选用乙腈作为有机磷农药的提取试剂。

**2.2 净化剂的选择** 氯化钠可通过饱和和盐析作用促进有机相和水相分层, 从而减少共提取物质; PSA 吸附剂能够清除许多极性基质成分, 如来自样品共萃取物的脂肪酸、某些极性亲脂性色素和糖类等, 它们对农药残留物无吸附作用; GCB 能够强烈吸附色素类物质, 加入少量 GCB 可起到净化果蔗蔗汁中少量叶绿素的作用; 无水硫酸镁能起到很好的脱水作用。

**2.3 基质效应试验结果** 基质效应是指样品中除了目标化合物外的其他成分对目标化合物响应值的影响。为了减轻基质效应, 试验采用果蔗蔗汁样品空白提取液作为标准溶液的稀释配制溶液, 配制标准溶液系列进行基质校正, 可有效减弱基质效应对果蔗蔗汁中有机磷农药残留测定结果的影响。果蔗蔗汁样品空白样品色谱见图 1。

**2.4 线性范围和检出限** 在仪器工作条件下, 对 0.020、0.040、0.060、0.100、0.200、0.400、0.800、1.000 μg/ml 6 种有机磷农药混合标准溶液进行测定, 并用有机磷农药质量浓度对相应的峰面积绘制标准曲线, 求得线性回归方程和相关系数(表 1)。根据最低加标浓度基线噪声的 3 倍换算各分析物的该方法最低检出限(LOD), 结果见表 1。不同物质出峰

顺序见图 2。

表 1 有机磷农药的线性方程及检出限

农药名称	线性回归方程	R <sup>2</sup>	LOD//μg/ml
敌敌畏	$y = 129.51434x - 2.04895$	0.9981	0.0120
甲基毒死蜱	$y = 153.50705x - 2.94269$	0.9971	0.0095
马拉硫磷	$y = 167.64275x - 2.10473$	0.9982	0.0073
倍硫磷	$y = 154.30126x - 2.67118$	0.9975	0.0088
毒死蜱	$y = 199.88191x - 4.02805$	0.9977	0.0068
三唑磷	$y = 132.89529x - 0.41206$	0.9998	0.0089

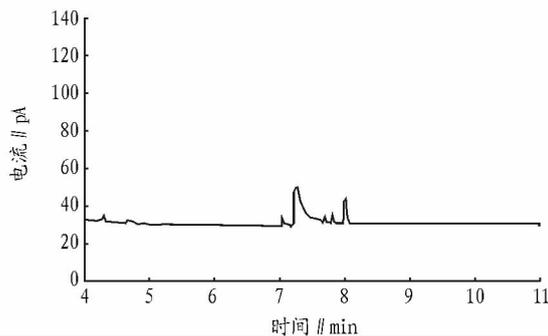
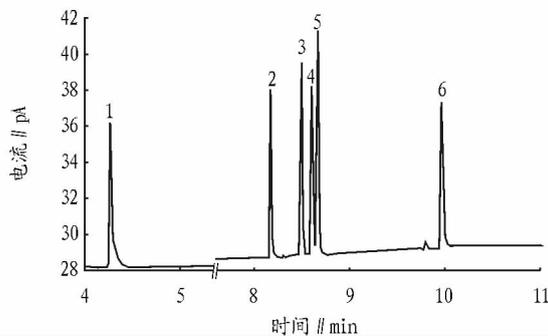
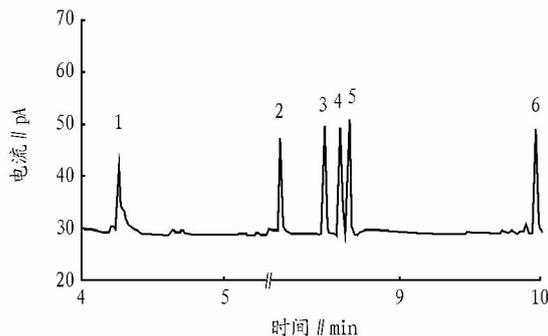


图 1 果蔗蔗汁空白样品色谱



注: 1. 敌敌畏; 2. 甲基毒死蜱; 3. 马拉硫磷; 4. 倍硫磷; 5. 毒死蜱; 6. 三唑磷。

图 2 0.10 μg/ml 有机磷农药混合标准溶液色谱



注: 1. 敌敌畏; 2. 甲基毒死蜱; 3. 马拉硫磷; 4. 倍硫磷; 5. 毒死蜱; 6. 三唑磷。

图 3 0.05 μg/ml 有机磷农药加标色谱

**2.5 方法的加标回收率和精密度** 量取果蔗蔗汁空白样品 10.00 ml, 分别添加适量标准品, 使样品中含 0.02、0.05、0.10 μg/ml 有机磷类农药, 按“1.3”方法处理后测定。由表 2 可知, 方法回收率在 68.58%~92.85%, 相对标准偏差( $n=6$ ) 在 2.16%~9.89%。不同物质出峰时间见图 3。

表2 加标回收率与相对标准偏差

%

物质名称	平均回收率			相对标准偏差		
	0.02 $\mu\text{g/ml}$	0.05 $\mu\text{g/ml}$	0.10 $\mu\text{g/ml}$	0.02 $\mu\text{g/ml}$	0.05 $\mu\text{g/ml}$	0.10 $\mu\text{g/ml}$
敌敌畏	75.08	71.70	87.55	6.81	4.97	2.16
甲基毒死蜱	80.18	71.05	78.73	8.95	3.98	4.87
马拉硫磷	78.88	73.80	77.80	8.00	3.33	3.85
倍硫磷	85.47	76.42	78.23	6.51	7.18	6.23
毒死蜱	78.28	70.48	68.58	7.87	4.55	3.38
三唑磷	79.28	83.37	92.85	9.89	7.26	6.47

### 3 结论与讨论

该研究表明,在检测果蔗中有机磷类农药残留时,以乙腈作萃取剂萃取残留农药,采用 PSA 净化,无水硫酸镁脱水, GCB 去除色素,氯化钠使液相分层,能去除果蔗蔗汁中的大部分杂质,能减少对检测结果的干扰,提高检测灵敏度,该方法的检出限为 0.006 8 ~ 0.012 0 mg/L,加标回收率为 68.58% ~ 92.85%,相对标准偏差在 2.16% ~ 9.89%;且操作更加简单,节约试剂成本,该方法适合于果蔗及糖料甘蔗中有机磷农药残留的检测。

农药残留分析是一项复杂的多残留的痕量分析技术,而传统的提取净化技术已远不能满足现代农药残留分析的要求,随之将被更高效、更快速的技术所取代。传统的农药残留前处理方法主要有振荡提取、超声提取、索式提取、液-液分配、柱层析、离心等,但上述方法存在花费时间长、使用有机试剂量大、农残提取率低等不足,已无法满足大批量农药分析的需要<sup>[19]</sup>;同时新的样品处理技术不断涌现,已有报道或在广泛应用的高新技术有固相萃取(SPE)<sup>[20]</sup>、固相微萃取(SPME)<sup>[21-22]</sup>、膜萃取技术、凝胶渗透色谱(GPC)<sup>[23]</sup>、超临界流体萃取(SFE)<sup>[24]</sup>、加速溶剂萃取(ASE)<sup>[23]</sup>、微波辅助萃取(MAE)<sup>[22]</sup>等,这些新技术不但高效、快速简便、安全,而且对环境污染少,适合现代社会对农药残留的检测要求,但这些技术涉及价格昂贵的仪器设备,且不能满足同时对绝大多数农药达到高质量的分析要求。

果蔗蔗汁中含有大量糖分,少许色素包括叶绿素,同时蔗皮上会附着蜡质等,通过乙腈不易提取蜡质和色素的特点来作为萃取剂,再加入 GCB 吸附色素,PSA 吸附糖类和其他极性物质;该研究用果蔗蔗汁空白样品作为标准溶液的稀释剂来配制标准工作溶液,减少了基质效应。该研究应用 QuEChERS 法提取果蔗中的有机磷农药残留,与 QuEChERS 法在大米<sup>[13]</sup>、苹果<sup>[14]</sup>等作物中应用大致相同,具有方便简单、省时、低成本等特点;果蔗中有机磷农残检测时应用固相萃取和基质固相分散萃取提取果蔗中有机磷农药残留,其方法虽然能检测果蔗中有机磷农药残留,但耗材昂贵,消耗时间长,不能满足现代社会对农残检测的要求;该研究在前人研究甘蔗和果蔗中有机磷农药残留、除草剂等的基础上<sup>[25-29]</sup>,根据果蔗自身特点,应用 QuEChERS 法提取果蔗中有机磷农药残留,并结合 GC-NPD 检测其残留量。该研究侧重于提取方法的研究,果蔗作为直接入口咀嚼的食品,今后将对有机磷农药在果蔗中的残留动态进行进一步研究,研究

有机磷农药在果蔗采收期的残留量,对于果蔗食用安全、保证人民健康、指导果蔗安全生产具有重要意义。

### 参考文献

- [1] 苏建峰,赵建晖,熊刚,等. 超高效液相色谱-串联质谱法快速测定葱、姜、蒜与辣椒酱中的 66 种有机磷农药残留[J]. 分析测试学报, 2011, 30(10):1094-1099.
- [2] 赵汉民,彭金云,谭义秋,等. PDMS 固相萃取-气相色谱法检测甘蔗中有机磷农药残留[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(16):9669-9671.
- [3] 陈若虹,凌东辉,段夏菲. 高效液相色谱法同时测定果汁饮料中的 10 种有机磷农药[J]. 中国卫生检验杂志, 2011, 21(4):854-856.
- [4] 徐远金,李永库. 液相色谱-电喷雾质谱联用法测定蔬菜中 7 种有机磷农药残留量[J]. 分析测试学报, 2006, 25(4):36-40.
- [5] 陈珠灵,陈飞,陈红青. 高效液相色谱法测定蔬菜中 3 种有机磷农药残留量[J]. 福州大学学报:自然科学版, 2005, 30(1):98-100.
- [6] 梅文泉,董宝生,刘宏程,等. 固相萃取-气相色谱法测定茶叶中多种有机磷农药残留量[J]. 分析科学学报, 2011, 27(1):97-101.
- [7] 焦琳娟,何淑琴. 动态液相微萃取-气相色谱法测定水样中残留有机磷农药[J]. 理化检验-化学分册, 2009, 45(3):43-45.
- [8] 王海涛,张睿,姚燕林,等. 高效液相色谱-串联质谱法检测中药材中有机磷农药残留量[J]. 分析实验室, 2011, 30(1):72-75.
- [9] 苏建峰. 猪肉中 63 种有机磷农药的气相色谱筛选与气质联用确证方法[J]. 分析测试学报, 2008, 27(12):1298-1302.
- [10] ANASTASSIADES M, LEHOTAY S J, STAJNBAHER D. Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and dispersive solid-phase extraction for the determination of pesticide residues in produce [J]. AOAC International, 2003, 86(2):412-431.
- [11] LEHOTAY S J, DE KOK A, HIEMSTRA M. Validation of a fast and easy method for the determination of residues from 229 pesticides in fruits and vegetables using gas and liquid chromatography and mass spectrometry detection [J]. AOAC International, 2005, 88(2):595-614.
- [12] 李晓晶,于鸿,黄聪,等. QuEChERS-气相色谱法测定蔬菜中有机磷和拟除虫菊酯类农药残留量[J]. 理化检验-化学分册, 2011, 47(3):1316-1319.
- [13] 赵祥梅,董英,王和生,等. QuEChERS-气-质联用法检测大米中 12 种农药残留物[J]. 中国食品学报, 2010, 10(2):214-220.
- [14] 刘玉波,樊明涛,梁俊,等. 改进的 QuEChERS-GC-ECD 法测定苹果中 4 种拟除虫菊酯类农药残留[J]. 西北农业学报, 2009, 18(4):61-65.
- [15] 黄霞,宋莹,张耀海,等. QuEChERS-GC/MS 快速检测柑橘中 50 种农药残留[J]. 食品科学, 2011, 32(18):268-273.
- [16] British Standards Institution (BSI). BS EN 15662-2008: Foods of plants origin-determination of pesticide residues using GC/MS and/or LC/M S/M S following acetonitrile extraction/partitioning and cleanup by dispersive SPE-QuEChERS-method [S]. London: BSI, 2008.
- [17] NGUYEN T P, LEEB S, LEEB R. A multiresidue method for the determination of 109 pesticides in rice using the quick easy cheap effective rugged and safe (QuEChERS) sample preparation method and gas chromatography/mass spectrometry with temperature control and vacuum concentration [J]. Rapid Communications in Mass Spectrometry, 2007, 21(18):3115-3122.
- [18] NGUYEN T D, YE J E, LEE D M. A multiresidue method for the determination of 107 pesticides in cabbage and radish using QuEChERS sample preparation method and gas chromatography mass spectrometry [J]. Food Chemistry, 2008, 110(1):207-213.
- [19] 王立,汪正范. 色谱分析样品处理 [M]. 2 版. 北京:化学工业出版社, 2006:1-7.

**2.3 特异性** 交叉反应试验表明,该试剂盒与呋喃西林有一定的交叉反应为 25%。这可能是因为呋喃西林代谢物与其原药有类似的结构,而对其他呋喃类药物及代谢物的交叉反应率均较低,表明该试剂盒具有良好的特异性。

**2.4 试剂盒的检测限** 同时测定 20 份空白鸡肉、猪肉、鱼肉和虾样品的吸光度值,从标准曲线上查出对应于吸光度的各浓度。计算试剂盒的检测限,在动物组织中呋喃西林代谢物检测限可达到 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

**2.5 精密度和准确度** ELISA 测定的精密度以变异系数表示,准确度以回收率表示。取空白鸡肉、猪肉、鱼肉、虾均质物,分别添加呋喃西林代谢物至终浓度为 0.2、0.4、0.8  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。计算平均回收率和变异系数。由表 1 可知,以 0.2、0.4、0.8  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的呋喃西林代谢物对空白鸡肉、猪肉、鱼肉、虾进行添加,其加标平均回收率范围为 79.5%~95.6%,变异系数为 7.6%~9.7%,说明该试剂盒重复性较好。

表 1 ELISA 测定试剂盒的精密度和准确度

样品	添加浓度	平均回	变异系
	$\mu\text{g}/\text{kg}$	收率//%	数 CV//%
鸡肉	0.2	91.5	9.7
	0.4	93.5	8.9
	0.8	95.6	8.3
鱼肉	0.2	86.1	9.1
	0.4	93.0	9.5
	0.8	94.0	9.2
猪肉	0.2	86.9	9.6
	0.4	88.6	7.6
	0.8	85.6	8.7
虾	0.2	79.5	9.6
	0.4	88.8	8.2
	0.8	90.2	9.7

**2.6 试剂盒的稳定性** 考虑在运输和使用过程中会有非正常保存条件出现,将试剂盒在 37  $^{\circ}\text{C}$  保存条件下放置 15 d;考虑到试剂盒冷冻情况发生,将试剂盒放入 -20  $^{\circ}\text{C}$  冰箱冷冻 15 d,进行加速老化试验,试剂盒的最大吸光度值(零标准)、50% 抑制浓度、呋喃西林代谢物添加实际测定值均在正常范围之内。结果表明,该试剂盒各项指标完全符合要求。在实际应用中,试剂盒一般存放在 2~8  $^{\circ}\text{C}$  冰箱。因此,对整体试剂盒的稳定性评判,还需要进行 2~8  $^{\circ}\text{C}$  放置保存试验,从而

进一步验证试剂盒的稳定性。

### 3 小结

采用间接竞争 ELISA 法建立了呋喃西林代谢物酶联免疫试剂盒的检测方法。该方法最低检测限为 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,低于目前常规方法的检测限,样本加标回收率范围为 79.5%~95.6%,变异系数为 7.6%~9.7%。这表明该试验建立的呋喃西林代谢物残留检测酶联免疫方法的灵敏度、准确度、精密度均较高,能够满足兽药残留检测要求,并且检测时间短(45 min),样本前处理简单、仪器设备投资少、检测成本低,适合于大量样本中呋喃西林代谢物残留检测的快速筛选。

### 参考文献

- [1] 郭植,连瑾,吴淑君. 动物源性食品中呋喃唑酮及其代谢物的检测[J]. 广东农业科学,2005(5):57-59.
- [2] Amending decision 2002/657/EC as regards the setting of minimum required performance limits (MRPLs) for certain residues in food of animal origin[S]. Official Journal of the European Union Commission,2003:17-18.
- [3] ALEXANDER L,PETER Z,WOLFGANG L. Determination of the metabolites of nitrofurantoin antibiotics in animal tissue by high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A,2001,939:49-58.
- [4] 祝伟霞,刘亚风,梁炜. 动物性食品中硝基呋喃类药物残留检测研究进展[J]. 动物医学进展,2010,31(2):99-102.
- [5] 王媛,蔡友琼,贾东芬. 高效液相色谱法检测水产品中硝基呋喃类代谢物残留量[J]. 分析试验室,2009,28(12):86-90.
- [6] 徐一平,胥传来. 动物源食品中硝基呋喃类物质及其代谢物残留的检测技术研究[J]. 食品科学,2007,28(10):590-593.
- [7] 林黎明,林回春,高彦惠,等. 液相色谱/串联质谱线性组合法测定动物组织中硝基呋喃代谢产物[J]. 分析化学,2005,33(8):1081-1086.
- [8] 陈威风,陈敬鑫. 肉制品中硝基呋喃类药物残留的研究进展[J]. 肉类研究,2011,25(12):53-57.
- [9] 彭涛,储晓刚,杨强,等. 高效液相色谱/串联质谱法测定奶粉中的硝基呋喃代谢物[J]. 分析化学,2005,33(8):1073-1076.
- [10] 贾涛. 高效液相色谱法检测饲料中的硝基呋喃类药物[J]. 饲料广角,2011(16):33-37.
- [11] 张平安,张建成,乔明武,等. 高效液相色谱-串联质谱法测定蜂蜜中硝基呋喃代谢物的研究[J]. 浙江农业科学,2010(3):611-614.
- [12] 曹鹏,耿金培,尹大路,等. 高效液相色谱法同时测定饲料中的呋喃唑酮、呋喃西林、呋喃妥因、呋喃酮类药物残留量[J]. 山东农业大学学报:自然科学版,2010,41(3):424-427.
- [13] 梁剑,朱品玲,钟茂生. 一种改进的水产品中硝基呋喃代谢物测定方法研究[J]. 安徽农业科学,2009,37(33):16198-16199,16212.
- [14] 宋琍琍,张晓辉,张海琪,等. 酶联免疫法快速测定水产品中呋喃唑酮、呋喃酮代谢物[J]. 浙江农业学报,2008,20(4):296-299.
- [15] 农医发[2005]17号农业部文件. 关于发布“兽药残留酶联免疫试剂(盒)备案审查技术资料要求”和“兽药残留酶联免疫试剂(盒)备案参考评判标准”的通知[Z]. 2005.
- [20] 李广庆,马国辉. 固相萃取技术在食品痕量残留和污染分析中的应用[J]. 色谱,2011,29(7):606-612.
- [21] 周昱,徐敦明,陈达捷,等. 固相微萃取-气相色谱法和气相色谱-质谱法测定茶叶中氟虫腈及其代谢物残留[J]. 色谱,2011,29(7):656-661.
- [22] 袁宁,余彬彬,张茂升,等. 微波辅助萃取-固相微萃取-气相色谱法同时测定茶叶中的有机氯和拟除虫菊酯农药残留[J]. 色谱,2006,24(6):636-640.
- [23] 王耀,刘少彬,谢翠美,等. 加速溶剂萃取凝胶渗透色谱/固相萃取净化气相色谱质谱法测定咸鱼中有机磷农药残留[J]. 分析化学,2011,39(1):67-71.
- [24] 徐敦明,陈安良,余向阳,等. 超临界流体萃取气相色谱法测定鱼肉中的毒死蜱残留[J]. 分析化学,2005,33(4):451-454.
- [25] 彭金云,韦良兴,农克良,等. 基质固相分散-高效液相色谱法测定甘蔗中痕量甲拌磷和特丁硫磷[J]. 广东农业科学,2009(11):169-171.
- [26] 彭金云,韦良兴,农克良,等. 基质固相分散气相色谱法测定甘蔗中三嗪类除草剂[J]. 分析试验室,2010,29(6):49-51.
- [27] 彭金云,赵汉民,韦良兴,等. 超声波萃取-气相色谱法对甘蔗中有机磷残留量的测定[J]. 安徽农业科学,2010,38(3):1129-1130.
- [28] 王天顺,范业赓,杨玉霞,等. 气相色谱-质谱法同时测定蔗汁中的莠去津与莠灭净残留量[J]. 分析测试学报,2011,30(10):1153-1156.
- [29] 杨玉霞,莫仁甫,王天顺,等. 毛细管气相色谱法测定唑草酮在甘蔗及其土壤中的残留量[J]. 西南农业学报,2011,24(6):2230-2233.

(上接第 1936 页)