

QuEChERS-PSA-气相色谱法分析联苯菊酯·啉虫脒微乳剂在茶园中的残留特征

魏 鹏, 曹梦超, 王全胜, 刘雅楠, 王蒙岑*, 朱国念

(浙江大学农药与环境毒理研究所, 杭州 310029)

摘要:利用 QuEChERS-PSA 结合气相色谱电子捕获检测器(GC-ECD)建立了同时检测茶叶及土壤中联苯菊酯和啉虫脒的分析方法,并探明了 4.5%联苯菊酯·啉虫脒微乳剂在茶园中的降解动态特征。在优化的 GC-ECD 条件下,0.01~1 mg·kg⁻¹ 范围内的联苯菊酯和啉虫脒仪器响应值与其质量浓度呈良好线性关系($r=0.997\ 5\sim0.998\ 9$),仪器最小检出量为 2.0×10^{-11} g。添加回收率试验表明,在茶叶及土壤空白样品基质中添加 0.01~1 mg·kg⁻¹ 的联苯菊酯和啉虫脒,平均回收率为 89.2%~108.1%,相对标准偏差为 2.2%~11.3%,方法的定量限为 0.01 mg·kg⁻¹,说明该方法准确度、精密度和灵敏度均较好,可用于同时检测茶园中痕量水平的联苯菊酯和啉虫脒残留。田间试验结果表明,4.5%联苯菊酯·啉虫脒微乳剂在茶叶及土壤中的消解动态曲线符合一级动力学方程,联苯菊酯和啉虫脒在茶叶和土壤中的半衰期分别为 5.6~13.1 d 和 7.2~8.7 d,说明联苯菊酯与啉虫脒在茶园中的消解速率相近,在环境中均属于易降解化合物,但其所存在的膳食风险仍需结合茶叶加工因子试验及中国地区膳食结构作进一步全面评估。

关键词:联苯菊酯;啉虫脒;茶园;残留特征;QuEChERS-PSA;气相色谱

中图分类号:X53 文献标志码:A 文章编号:1672-2043(2015)10-2032-07 doi:10.11654/jaes.2015.10.028

Analysis of Residual Profiles of Bifenthrin and Acetamiprid in Tea Garden by QuEChERS-PSA-GC

WEI Peng, CAO Meng-chao, WANG Quan-sheng, LIU Ya-nan, WANG Meng-cen*, ZHU Guo-nian

(Institute of Pesticide and Environmental Toxicology, Zhejiang University, Hangzhou 310029, China)

Abstract: In this work, a method for determination of bifenthrin and acetamiprid in tea and soil using QuEChERS-PSA and GC-ECD (gas chromatography-electron capture detector) was developed, and the residual profiles of 4.5% bifenthrin-acetamiprid microemulsion (ME) in tea garden were then investigated. Under the optimized conditions of GC-ECD, a good linearity ($r=0.997\ 5\sim0.998\ 9$) for standard solutions over the concentration range of 0.01~1 mg·kg⁻¹ was obtained with the limit of detection (LOD) of 2.0×10^{-11} g. The average recoveries of tea and soils fortified with three levels from 0.01 mg·kg⁻¹ to 1 mg·kg⁻¹ bifenthrin and acetamiprid ranged from 89.2% to 108.1%, with relative standard deviation of 2.2% to 11.3% and LOQ of 0.01 mg·kg⁻¹, indicating that the developed method has considerable accuracy, precision and sensitivity, and is applicable for detecting the trace amounts of these pesticides in tea garden. The field trial showed that dynamics of 4.5% bifenthrin-acetamiprid ME in tea and soil fit the first-order kinetic equation, with the half-lives of bifenthrin and acetamiprid being 5.6~8.7 days and 7.9~8.6 days in tea and 8.5~13.1 days and 7.2~8.7 days in soil, respectively, suggesting that parathyroid and nitromethylene heterocyclic compounds have similar half-life and both belong to readily degradable insecticides. However, the health risks posed by these pesticides in tea need to be further evaluated in combination with various tea-processing factors and the dietary patterns in China.

Keywords: bifenthrin; acetamiprid; tea; dissipation dynamics; QuEChERS-PSA; GC

联苯菊酯(Bifenthrin)属拟除虫菊酯类杀虫剂,可用于鳞翅目幼虫、叶蝉、粉虱、蚜虫等的防治,但残效

期较长^[1];啉虫脒(Acetamiprid)是一种硝基亚甲基杂环类新型杀虫剂,其杀虫谱广,对半翅目害虫等有特效^[1]。联苯菊酯具有触杀、胃毒作用,作用迅速,击倒性强,但由于其大范围使用,害虫对其已出现抗药性^[2]。啉虫脒则作用于昆虫神经系统突触部位的烟碱乙酰胆碱受体,能干扰昆虫神经系统的刺激传导,引起神

收稿日期:2015-04-20

基金项目:中央高校基本科研业务费专项资金(517302*172210151)

作者简介:魏 鹏(1990—),男,硕士研究生。

E-mail:21316126@zju.edu.cn

* 通信作者:王蒙岑 E-mail:wmctz@zju.edu.cn

经系统通路阻塞,造成神经递质乙酰胆碱在突触部位的积累,从而导致昆虫麻痹,最终死亡,由于其独特的作用机理,与其他常用杀虫剂不存在交互抗性,对有机磷类、氨基甲酸酯类及拟除虫菊酯类农药产生抗性的害虫有特效^[3]。邹华娇^[4]发现,联苯菊酯与啉虫脒的混配制剂对茶叶害虫(如茶假眼小绿叶蝉)的防治效果表现为增效和相加作用,二者复配能够集触杀、高效、长效于一体,尤其能有效防治茶叶上的多种害虫。但由于联苯菊酯和啉虫脒对虹鳟、家蚕等非靶标生物存在高毒性,两者作为在茶园中施用的主要杀虫剂,存在着一定的膳食和生态风险^[5]。有效监测两者在茶叶中的残留不仅对于保障我国茶叶安全生产和出口贸易具有重要意义,也是全面评估其膳食及生态风险的重要基础。

联苯菊酯和啉虫脒在茶叶中单个药剂的残留分析方法虽已有报道,但采用石油醚-丙酮混合溶剂提取联苯菊酯的平均添加回收率仅为 77%左右^[6];采用丙酮-正己烷混合溶剂提取啉虫脒后,需 LC-C18SPE 小柱净化,方法较为繁琐^[7];定量分析主要采用 GC-ECD^[8-9]、GC-MS^[10-11]、HPLC-MS^[12-13]。目前,同时提取和检测两种农药残留的分析方法及其在茶园中的残留特征尚未见报道。笔者应用 QuEChERS(Quick、Easy、Cheap、Effective、Rugged、Safe)萃取、PSA(Primary Secondary Amine)净化、GC-ECD 测定,建立了一套快速、准确、灵敏度相对较低的可同时检测联苯菊酯和啉虫脒在茶叶及茶园土壤中残留的分析方法,并结合在浙江余杭、安徽宣城和福建福鼎三地的田间试验,探明了联苯菊酯和啉虫脒在茶园中的残留特征,以期为其生态风险评价及膳食风险评估提供重要基础。

1 材料与方法

1.1 供试材料

联苯菊酯(Bifenthrin)标准品(纯度 99.0%)和啉虫脒(Acetamiprid)标准品(纯度 99.3%)均购于国家标准物质中心,其结构式见图 1。茶园供试药剂为 4.5%联苯菊酯·啉虫脒微乳剂(经浙江省药检所检定),试验地点为浙江省杭州市余杭区仙宅村、安徽省宣城市天湖镇马村、福建省福鼎市白琳镇翁江村。浙江点为红壤,pH 均值为 5.4,有机质含量平均为 2.69%;安徽点为沙质红壤,pH 均值为 4.8,有机质含量平均为 3.53%;福建点为红壤,pH 均值为 5.0,有机质含量平均为 3.89%。茶树品种为西湖龙井(浙江)、敬亭绿雪(安徽)、白毫银针(福建)。

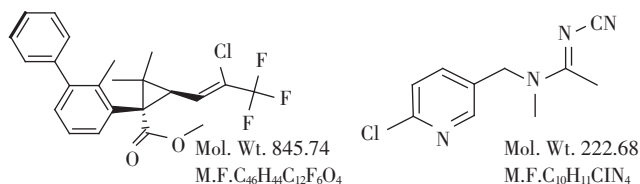


图 1 联苯菊酯(左)和啉虫脒(右)的结构式

Figure 1 Structural formulas of bifenthrin and acetamiprid

1.2 仪器设备和试剂

SHIMADZU GC-2010 配备 ECD 检测器(日本岛津公司),DHZ-DA 大型冷冻恒温振荡器(苏州太仓公司),R-210 旋转蒸发仪及 V-700 真空泵(瑞士 BUCHI 公司),N-EVAP 11 氮吹仪(杭州尔力公司),Anke DL-5-B 离心机(上海飞鸽公司)。试剂均为分析纯。

1.3 田间试验

按照《农药残留试验准则》^[14]和《农药登记残留田间试验标准操作规程》^[15]的要求设计试验小区,小区面积 15 m²,重复 3 次,小区间设保护带。

1.3.1 茶叶中农药的消解动态试验

施药量为制剂量稀释 1000 倍(有效成分 45 mg·kg⁻¹),用水 75 L·km⁻²,于害虫发生期兑水喷雾施药,保证茶叶均匀着药。施药后 2 h 和 1、3、5、7、14、21、28 d,采用五点采样法采集正常生长的茶叶 1 kg,于 -20 ℃冰柜中保存。小区内每行距离两端 0.5 m 内不采样,另设空白对照小区,仅施用与药液同体积的清水。

1.3.2 土壤中农药的消解动态试验

另选一块 45 m²的茶园地块对土壤单独施药。施药量为制剂量稀释 1000 倍(有效成分 45 mg·kg⁻¹),药液量 5 L(药液喷至土表湿润为止),施药后 2 h 和 1、3、5、7、14、21、28 d,用取土器按五点采样法采集 0~10 cm 的土壤样品 1~2 kg,除去碎石等杂物,于 -20 ℃冰柜中保存。另设空白对照小区,施用与药液同体积的清水。

1.4 分析方法

1.4.1 QuEChERS 提取和 PSA 净化

分别称取土壤(鲜茶)样品 10 g(湿重)于 250 mL 具塞三角瓶中,加入 20 mL 去离子水和 20 mL 乙腈,在振荡器上以 180 r·min⁻¹ 的转速振荡 30 min,过滤至装有 5 g 氯化钠和 8 g 硫酸镁的具塞量筒中,剧烈振荡 2 min,静置 30 min。用移液管准确移取 4 mL 上清液,浓缩至近干,用乙酸乙酯定容至 2 mL,待净化。将其转移至装有 100 mg PSA 和 150 mg 无水硫酸镁的

Eppendorf 管中,涡旋 1 min,4 ℃下高速离心 2 min,过 0.22 μm 滤膜,供 GC 检测。

1.4.2 GC-ECD 测定

DB-35 色谱柱(30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.25 μm),进样口温度 260 ℃,检测器温度 300 ℃。柱温:初始 80 ℃;以 20 $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 速率升温至 240 ℃,保持 3 min;再以 10 $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 升温至 270 ℃,保持 7 min。进样量 1 μL ,不分流进样;载气为 99.99%的高纯氮气。

1.5 标准曲线的建立

将 1000 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 的联苯菊酯和啶虫脒混合标准母液用正己烷稀释成 0.01、0.05、0.1、0.5、1、5 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 的系列混合标准工作溶液。在所选气相色谱条件下进行测定,以进样质量浓度为横坐标、仪器响应值为纵坐标,得标准工作曲线。采用外标法定量^[6]。

1.6 添加回收试验

向茶叶和土壤的空白样品中添加联苯菊酯和啶虫脒的混合标准工作溶液,添加水平分别为 0.01、0.1、1 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$,采用所建立的方法测定添加回收率。每个添加水平 5 次重复,同时设空白对照。

2 结果与分析

2.1 仪器的灵敏度

在优化的分析条件下,联苯菊酯和啶虫脒的保留时间分别为 11.3、14.7 min,仪器的最小检出量均为 2.0×10^{-11} g。在 0.01~5 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 及 0.01~1 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 范围内,联苯菊酯和啶虫脒的仪器响应值均与其质量浓度呈良好线性关系,表明检测方法具有较高的灵敏度。标准曲线方程分别为:

$$y=694\,663x+104\,782, R^2=0.997\,5$$

$$y=1\,354\,222.5x+86\,389.9, R^2=0.998\,9$$

2.2 净化条件的优化

笔者在净化样品时对比了 4 种方法的净化效果,组别如下:100 mg PSA,12.5 mg GCB(石墨化炭黑),100 mg PSA 和 12.5 mg GCB 的混合吸附剂,100 mg PSA 和 150 mg 无水硫酸镁的混合吸附剂。结果表明:100 mg PSA 和 12.5 mg GCB 的混合吸附剂及 12.5 mg GCB 的净化效果均较好,但联苯菊酯回收率偏低;采用 100 mg PSA 时,回收率较高但净化效果不够理想;100 mg PSA 和 150 mg 无水硫酸镁混合吸附剂既具有良好的净化效果,又保证了理想的回收率(图 2)。

2.3 方法的准确度和精密度

添加回收率试验结果见表 1。在添加水平为

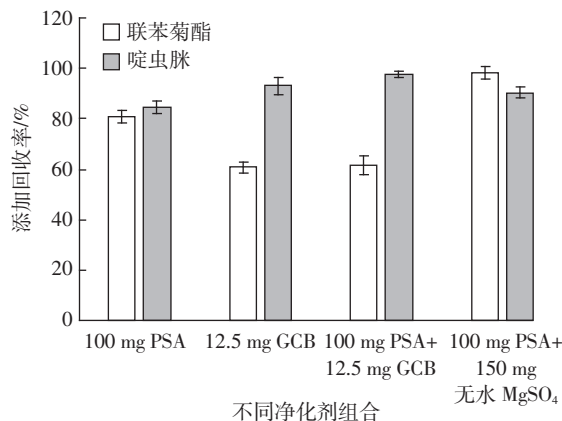


图 2 不同净化剂组合下联苯菊酯、啶虫脒在鲜茶中添加回收率的比较

Figure 2 Comparison of recoveries of bifenthrin and acetamiprid in tea treated with different combinations of cleansing agents

表 1 联苯菊酯、啶虫脒在茶叶和土壤中的平均添加回收率
Table 1 Average recoveries of bifenthrin and acetamiprid in tea and soil

样品 Sample	添加水平 Fortified level/ $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$	联苯菊酯 Bifenthrin		啶虫脒 Acetamiprid	
		平均回收率 Average recovery/%	相对标准偏差 RSD/%	平均回收率 Average recovery/%	相对标准偏差 RSD/%
茶叶 Tea	0.01	108.1	5.1	103.1	2.3
	0.1	89.8	4.3	89.3	5.7
	1	97.3	2.7	93.2	6.9
土壤 Soil	0.01	92.4	4.7	95.6	11.3
	0.1	96.3	5.4	99.7	5.7
	1	89.2	2.2	90.0	8.1

0.01~1 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 时,联苯菊酯在茶叶和土壤中的添加回收率分别为 89.8%~108.1%和 89.2%~96.3%,相对标准偏差(RSD)分别为 2.7%~5.1%和 2.2%~5.4%;啶虫脒在茶叶和土壤中的平均回收率分别为 89.3%~103.1%和 90.0%~99.7%,RSD 分别为 2.3%~6.9%和 5.7%~11.3%。表明本方法具有较好的准确度和精密度,符合农药残留分析的要求^[16-17]。

典型谱图见图 3 至图 5。

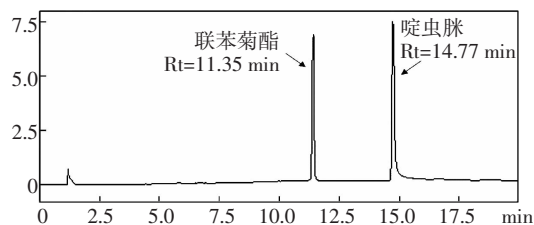


图 3 0.1 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 的联苯菊酯·啶虫脒混合标准样品色谱图

Figure 3 Chromatogram of mixed bifenthrin and acetamiprid standard(0.1 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)

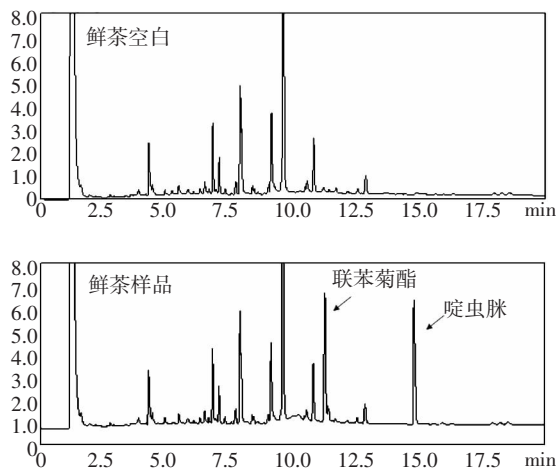


图4 鲜茶空白样品色谱图和鲜茶样品 $0.1 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 水平的联苯菊酯·啉虫脒混标添加回收率色谱图

Figure 4 Chromatograms of tea samples with and without fortification with bifenthrin and acetamipridin standards ($0.1 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)

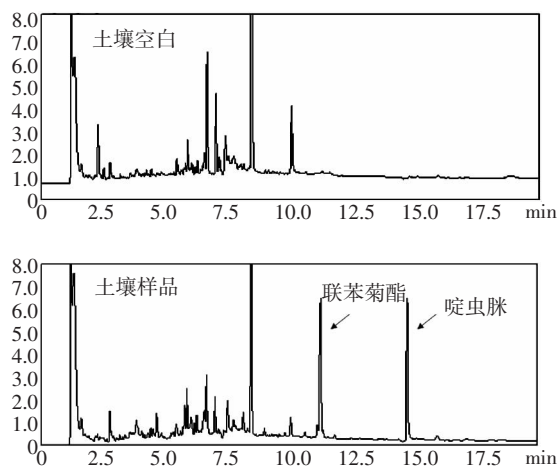


图5 土壤空白样品色谱图和土壤样品 $0.1 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 水平的联苯菊酯·啉虫脒混标添加回收率色谱图

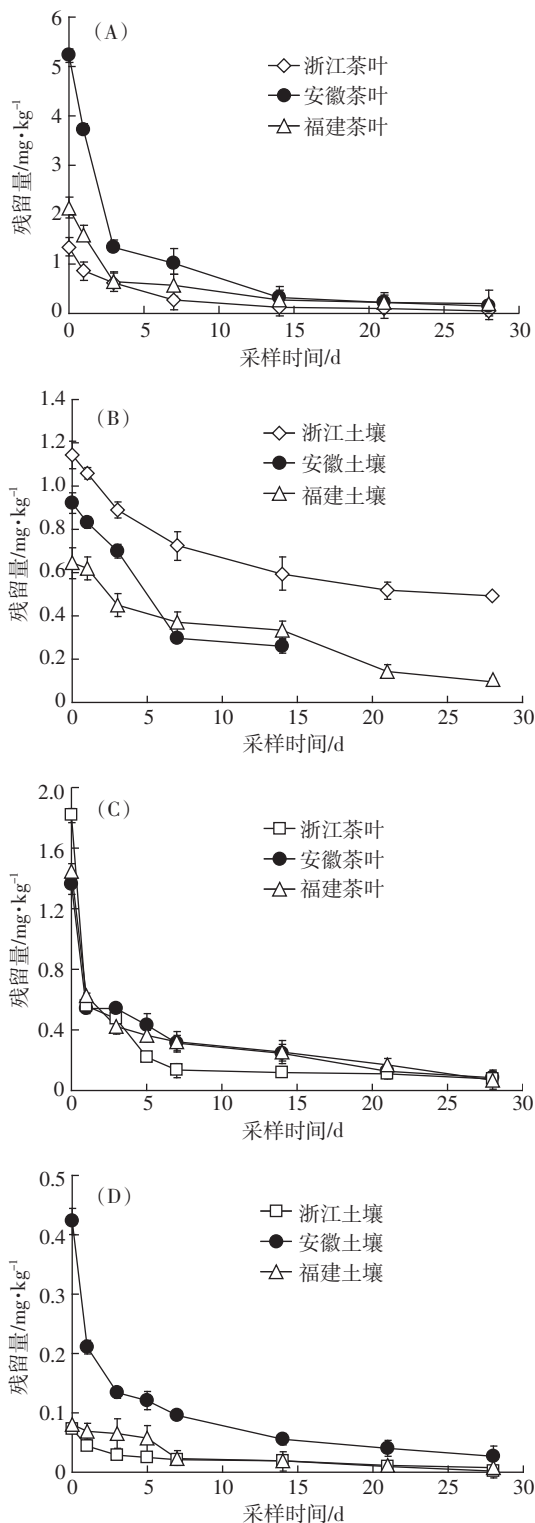
Figure 5 Chromatograms of soil samples with and without fortification with bifenthrin and acetamipridin standards ($0.1 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)

2.4 联苯菊酯和啉虫脒在茶叶和土壤中的消解动态

消解动态试验结果表明,联苯菊酯、啉虫脒在鲜茶和土壤中的残留量均随时间延长而逐渐降低(图6),其消解动态符合一级动力学方程(表2)。联苯菊酯在茶园中的半衰期为 $5.6 \sim 13.1 \text{ d}$,浙江点与安徽点差异较大,而啉虫脒在茶园中的半衰期为 $7.2 \sim 8.7 \text{ d}$,两试验点之间差异较小。

3 讨论

联苯菊酯和啉虫脒沸点不同,并都具有热稳定



(A)联苯菊酯在鲜茶中的动态曲线;(B)联苯菊酯在土壤中的动态曲线;(C)啉虫脒在鲜茶中的动态曲线;(D)啉虫脒在土壤中的动态曲线

(A) Kinetic curves of bifenthrin in tea; (B) Kinetic curves of bifenthrin in soil; (C) Kinetic curves of acetamipridin in tea; (D) Kinetic curves of acetamipridin in soil

图6 联苯菊酯、啉虫脒在鲜茶和土壤中的消解动态曲线

Figure 6 Kinetic curves of bifenthrin and acetamipridin in tea and soil

表 2 联苯菊酯、啮虫脒在茶叶和土壤中的动态
Table 2 Kinetics of bifenthrin and acetamiprid in tea and soil

样品 Sample	试验地点 Trial location	联苯菊酯 Bifenthrin			啮虫脒 Acetamiprid		
		动态方程 Decline kinetic equation	相关系数 Correlation coefficient	半衰期 Half life/d	动态方程 Decline kinetic equation	相关系数 Correlation coefficient	半衰期 Half life/d
茶叶 Tea	浙江 Zhejiang	$C_t=0.881\ 6e^{-0.111\ 5t}$	0.934\ 3	6.2	$C_t=0.585\ 6e^{-0.088\ 0t}$	0.883\ 7	7.9
	安徽 Anhui	$C_t=3.059\ 6e^{-0.123\ 4t}$	0.911\ 3	5.6	$C_t=0.748\ 0e^{-0.083\ 0t}$	0.902\ 0	8.4
	福建 Fujian	$C_t=1.267\ 1e^{-0.079\ 6t}$	0.816\ 8	8.7	$C_t=0.730\ 4e^{-0.081\ 1t}$	0.857\ 7	8.6
土壤 Soil	浙江 Zhejiang	$C_t=1.013\ 3e^{-0.030\ 0t}$	0.903\ 9	13.1	$C_t=0.050\ 6e^{-0.096\ 1t}$	0.915\ 8	7.2
	安徽 Anhui	$C_t=0.811\ 3e^{-0.081\ 9t}$	0.942\ 5	8.5	$C_t=0.220\ 8e^{-0.082\ 1t}$	0.876\ 2	8.5
	福建 Fujian	$C_t=0.632\ 7e^{-0.065\ 4t}$	0.961\ 3	10.6	$C_t=0.067\ 8e^{-0.080\ 1t}$	0.926\ 2	8.7

性,通过增大程序升温速率,减少高温保持时间,能使二者在 240 ℃和 270 ℃稳定状态下分别进行检测,并实现良好分离,有效避免了杂质峰的干扰,从而为在茶叶和茶园土壤中同时监测联苯菊酯和啮虫脒的残留提供了灵敏、准确的分析方法。

鉴于啮虫脒和联苯菊酯在乙腈中的溶解度很高,但在水中的溶解度相差很大(分别为 4200、0.1 mg·kg⁻¹),笔者考察了石油醚-丙酮、正己烷-丙酮和乙腈 3 种萃取体系,发现采用乙腈为萃取剂的 QuEChERS 方法时,两种药剂在茶叶和土壤中具有较高的萃取效率,平均回收率为 89.2%~108.1%;而石油醚-丙酮和正己烷-丙酮两种萃取体系得到的平均回收率分别为 54.6%~62.1% 和 46.9%~75.3%, 萃取效率相对较低,且共萃取的共提物中杂质色素也相对较多。

在分析茶叶中的农药残留时,色素干扰是影响定量准确性的关键因素。在分析啮虫脒在黄瓜^[18-19]、金银花^[20]和烟草^[21]残留的研究报道中,净化过程多使用弗罗里硅土填料,而在茶叶样品中多采用 LC-C18SPE 净化小柱来消除色素干扰^[7]。笔者也尝试了弗罗里硅土、硅胶、氧化铝等填料净化样品,但发现茶叶中的色素干扰仍无法得到有效抑制。石墨化炭黑(GCB)具有一定的物理吸附性能,常被用于净化具有高含量色素的复杂基质^[22]。如张新忠等^[23]在分析茶叶中的氟环唑、茚虫威和苯醚甲环唑的残留时,利用弗罗里硅土与 GCB 混合柱消除了茶叶中的色素干扰。基于此,笔者通过不同净化剂组合下联苯菊酯、啮虫脒在鲜茶中添加回收率的试验比较,发现 PSA 和 GCB 对色素都具有较好的净化效果,但由于 GCB 表面具有特殊的六元环结构,其对对称的、平面的芳香结构农药具有很强的选择性吸附和保留作用^[24]。因此,本实验最终选择 100 mg PSA 和 150 mg 无水硫酸镁来共同净化茶叶样品中的色素。

在余杭、宣城和福鼎三地茶叶和土壤中,联苯菊酯的半衰期分别为 5.6~8.7 d 和 8.5~13.1 d,啮虫脒则分别为 7.9~8.6 d 和 7.2~8.7 d。周子燕等^[9]发现,联苯菊酯在安徽舒城茶叶中的消解半衰期仅为 3.83 d,明显低于本研究的结果。首先,这可能是由于农药剂型差异所引起,不同剂型往往导致药剂的初始沉积量不同^[25-26];其次,本试验施药期间的茶树处于较稳定的生长后期,叶片面积和生物量均相对稳定,生长稀释作用较弱,造成药剂降解速率相对较慢;再者,茶叶的品种、土壤环境参数(土壤有机质含量等)及气候(光照、气温、降雨量)等的差异也会对降解速率产生一定的影响,有研究发现在土壤理化性质相同的条件下,天气及土壤湿度也是影响联苯菊酯降解的主要因素^[27]。因此,影响这两种农药在茶园中消解的主要环境因子,仍需结合单因子模拟试验进一步解析。

4 结论

利用 QuEChERS-PSA-GC 建立了快速、灵敏且可同时监测茶园中联苯菊酯和啮虫脒残留的分析方法,符合残留分析标准(RAQCG)的要求,能够满足不同茶类和不同地区土壤中联苯菊酯、啮虫脒的检测和分析,并对监测两种农药在其他农产品或食品中的残留具有参考意义。此外,探明了联苯菊酯和啮虫脒在茶园中的消解动态,表明这两种杀虫剂在环境中均属于易降解农药。

参考文献:

[1] 刘长令. 世界农药信息手册[M]. 北京:化学工业出版社, 2000: 12-14.
LIU Chang-ling. World pesticide information manual[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2000: 12-14.
[2] 陈雪林, 杜予州, 王建军. 西花蓟马抗药性研究进展[J]. 植物保护, 2011, 37(5): 34-38.
CHEN Xue-lin, DU Yu-zhou, WANG Jian-jun. Advances in insecticide

- resistance of the western flowerthrips, *Frankliniella occidentalis* [J]. *Plant Protection*, 2011, 37(5):34-38.
- [3] 李 健. 杀虫剂啮虫脒的高效降解微生物筛选及代谢研究[D]. 上海: 上海交通大学, 2011.
- LI Jian. The study of insecticide acetamiprid screening and degrading microbial metabolism[D]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University, 2011.
- [4] 邹华娇. 联苯菊酯与啮虫脒增效混配制剂对茶假眼小绿叶蝉的防治效果[J]. 福建农林科技, 2012(11):55-57.
- ZOU Hua-jiao. Efficacy of a synergistic mixture of bifenthrin and acetamiprid on controlling *Empoasca vitis* Gothe[J]. *Fujian Agricultural Science and Technology*, 2012(11):55-57.
- [5] 陈石榕. 对欧盟茶叶农药残留新标准的思考[J]. 世界标准化与质量管理, 2000(7):28-29.
- CHEN Shi-rong. Thoughts about the new standards of pesticide residues in EU tea[J]. *World Standardization and Quality Management*, 2000(7):28-29.
- [6] 周子燕, 李昌春, 胡本进, 等. 联苯菊酯在茶叶中的消解动态及最终残留[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(30):15045-15046.
- ZHOU Zi-yan, LI Chang-chun, HU Ben-jin, et al. Degradation dynamics and final residue of bifenthrin in tea[J]. *Journal of Anhui Agricultural Sciences*, 2009, 37(30):15045-15046.
- [7] 卢声宇, 徐敦明, 李捷, 等. 茶叶中啮虫脒残留量检测方法的研究[J]. 福建分析测试, 2008, 17(3):4-6.
- LU Sheng-yu, XU Dun-ming, LI Jie, et al. Determination of acetamiprid residue in tea by gas chromatography[J]. *Fujian Analysis & Testing*, 2008, 17(3):4-6.
- [8] 谢艳丽, 梁振益, 章程辉, 等. 气相色谱法检测蔬菜中百菌清、联苯菊酯、氟氯氰菊酯残留量[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(5):2678-2679.
- XIE Yan-li, LIANG Zhen-yi, ZHANG Cheng-hui, et al. Determination of the residue of chlorothalonil, biphenyl, Cy fluthrin vegetable with gas chromatography[J]. *Journal of Anhui Agricultural Sciences*, 2011, 39(5):2678-2679.
- [9] 李雪春, 张卫国, 黄培林. 蔬菜中联苯菊酯气相色谱法质量控制[J]. 贵州师范大学学报:自然科学版, 2011, 9(3):135-137.
- LI Xue-chun, ZHANG Wei-guo, HUANG Pei-lin. Study on quality control of determination of bifenthrin vegetables by gas chromatography[J]. *Journal of Guizhou Normal University(Natural Sciences)*, 2011, 9(3):135-137.
- [10] 董振霖, 杨春光, 薛大方, 等. 气相色谱-质谱法测定植物源性食品中残留的联苯菊酯[J]. 色谱, 2009, 27(1):82-85.
- DONG Zhen-lin, YANG Chun-guang, XUE Da-fang, et al. Determination of bifenthrin residue in plant-based foods using gas chromatography-mass spectrometry[J]. *Chinese Journal of Chromatography*, 2009, 27(1):82-85.
- [11] 仲岳桐, 陈春晓, 康 莉. 气质联用法检测茶叶中联苯菊酯等四种拟除虫菊酯类农药[J]. 中国热带医学, 2010, 10(11):143-147.
- ZHONG Yue-tong, CHEN Chun-xiao, KANG Li. Determination of pyre-throid pesticide in tea leaf by gas chromatography mass spectrometry[J]. *China Tropical Medicine*, 2010, 10(11):143-147.
- [12] 张 亮, 孙剑宁, 贾慧娴, 等. 毒死蜱、联苯菊酯、氰戊菊酯的色谱分析[J]. 农药, 2005, 50(3):201-203.
- ZHANG Liang, SUN Jian-ning, JIA Hui-xian, et al. Chromatographic analysis of chlorpyrifos, bifenthrin, fenvalerate[J]. *Agrochemicals*, 2005, 50(3):201-203.
- [13] 梁贵平, 刘志娟. 高效液相色谱法测定乳油中联苯菊酯的含量[J]. 精细化工中间体, 2005, 35(5):61-62.
- LIANG Gui-ping, LIU Zhi-juan. Determination of bifenthrin in emulsifiable concentrates by high performance liquid chromatography[J]. *Fine Chemical Intermediates*, 2005, 35(5):61-62.
- [14] 中华人民共和国农业部. NY/T 788—2004. 农药残留试验准则[S]. 北京: 中国农业出版社, 2004.
- Ministry of Agriculture, People's Republic of China. NY/T 788—2004. Guidelines for pesticide residue test[S]. Beijing: China Agriculture Press, 2004.
- [15] 王运浩, 季 颖, 龚 勇, 等. 农药登记残留田间试验标准操作规程[M]. 北京: 中国标准出版社, 2007:43-47.
- WANG Yun-hao, JI Ying, GONG Yong, et al. SOPs of pesticide residues registration field trials[M]. Beijing: China Standard Press, 2007:43-47.
- [16] 朱国念. 农药残留快速检测技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2008:59-61.
- ZHU Guo-nian. Rapid detection of pesticide residues[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2008:59-61.
- [17] 农业部农药检定所. 农药残留量实用检测方法手册[S]. 北京: 中国农业科技出版社, 1995.
- Ministry of Agriculture. Pesticide residues detection method practical manual[S]. Beijing: China Agricultural Science and Technology Press, 1995.
- [18] 李二虎, 胡 敏, 吴兵兵, 等. 气相色谱法测定黄瓜中啮虫脒农药残留[J]. 农药, 2006, 45(7):479-480.
- LI Er-hu, HU Min, WU Bing-bing, et al. Determination of acetamiprid residue in cucumber by gas chromatography[J]. *Agrochemicals*, 2006, 45(7):479-480.
- [19] 孙 楠, 薛 健. 气相色谱法测定金银花中残留的啮虫脒[J]. 农药, 2007, 46(4):256-257.
- SUN Nan, XUN Jian. Determination of acetamiprid residue in honey-suckle by gas chromatography[J]. *Agrochemicals*, 2007, 46(4):256-257.
- [20] 张少军, 王 莉, 钱 训, 等. 杀虫剂啮虫脒在黄瓜上的残留动态研究[J]. 河北农业科学, 2004, 8(2):54-56.
- ZHANG Shao-jun, WANG Li, QIAN Xun, et al. Study on the residue behavior of novel pesticide acetaniprid in cucumber[J]. *Journal of Hebei Agricultural Sciences*, 2004, 8(2):54-56.
- [21] 刘宝安, 徐光军, 曹爱华, 等. 莫比朗(Mospilan)3%乳油在烟草及土壤中残留试验研究[J]. 中国烟草科学, 2002(2):45-48.
- LIU Bao-an, XU Guang-jun, CAO Ai-hua, et al. Study on residue experiment of 3% Mospilan emulsifiable concentrate in tobacco leaves and soil[J]. *Chinese Tobacco Science*, 2002(2):45-48.
- [22] Walorczyk S. Application of gas chromatography/tandem quadrupole mass spectrometry to the multi-residue analysis of pesticides in green leafy vegetables[J]. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*,

2008, 22(22):3791.

- [23] 张新忠, 罗逢健, 刘光明, 等. 超高效液相色谱串联质谱法测定茶叶、茶汤和土壤中氟环唑、茚虫威和苯醚甲环唑残留[J]. 分析化学研究报告, 2013, 2(41):215-222.

ZHANG Xin-zhong, LUO Feng-jian, LIU Guang-ming, et al. Residue determination of epoxiconazole, indoxacarb and difenoconazole in tea, tea infusion and soil using ultra high-performance liquid chromatography coupled with tandem mass spectrometry[J]. *Chinese Journal of Analytical Chemistry*, 2013, 2(41):215-222.

- [24] 宋淑玲, 李重九, 马晓东. 蔬菜农药多残留分析中基质共提物净化方法的研究[J]. 分析测试学报, 2008, 27(8):795-799.

SONG Shu-ling, LI Chong-jiu, MA Xiao-dong. Study on clean up method for coextractions of multiple pesticide residues in vegetables[J].

Journal of Instrumental Analysis, 2008, 27(8):795-799.

- [25] Sopena F, Maqueda C, Morillo E. Norflurazon mobility, dissipation, activity, and persistence in a sandy soil as influenced by formulation[J]. *J Agric Food Chem*, 2007, 55(9):3561-3567.

- [26] Negre M, Gennari M, Raimondo E, et al. Alachlor dissipation in soil as influenced by formulation and soil moisture[J]. *J Agric Food Chem*, 1992, 40(6):1071-1075.

- [27] 方丽萍, 郭元娟, 李瑞菊, 等. 联苯菊酯在棉花和土壤中的残留和降解行为研究[J]. 生态环境学报, 2012, 21(7):1493-1497.

FANG Li-ping, WU Yuan-juan, LI Rui-ju, et al. The residue and degradation of bifenthrin in cotton and soil[J]. *Ecology and Environmental Sciences*, 2012, 21(7):1493-1497.



矿区污染源头控制

党志 郑刘春 卢桂宁 等著

本书是一部关于矿区污染控制源头控制之酸性矿山废水中重金属去除研究的成果专著。全书共7章,在全面介绍了酸性矿山废水的形成及其环境影响、酸性矿山废水中重金属的去除方法、农业废弃物改性利用研究现状的基础上,系统总结了作者研究团队对玉米秸秆、稻草秸秆、花生壳等农业废弃物进行改性制备高效吸附重金属的廉价生物质吸附材料方面的研究成果。这些研究成果的应用可从源头控制酸性矿山废水对环境的污染,是矿区污染源头控制的可行技术。

本书可供环境科学与工程、农业资源利用、地球化学、矿业工程等学科的科研人员,环境保护、矿产资源、农业及水利等部门的工程技术与管理人员,以及高等院校相关专业的师生参考。

※出版社: 出科学出版社

※出版日期: 2015年3月1日

※丛书名: 环境污染源头控制与生态修复系列丛书

※精 装: 221页

※语 种: 简体中文

※条形码: 9787030437563

