

毛木耳中拟除虫菊酯杀虫剂多残留分析方法

吴延灿^{1,2}, 商鲁宁², 戚传勇², 荚力², 苏漪玲², 董玉平², 操海群^{1*}

(1. 安徽农业大学植物保护学院, 合肥 230036; 2. 合肥市农产品质量检测检验中心, 合肥 230601)

摘要: 建立毛木耳上联苯菊酯、甲氰菊酯、高效氯氟氰菊酯、高效氯氟菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯等 6 种拟除虫菊酯杀虫剂的多残留分析方法。样品经乙腈提取, 弗罗里硅土 (5%脱活) 柱层析净化, 石油醚/乙酸乙酯 ($V/V=98/2$) 淋洗液洗脱, 淋出液浓缩后用正己烷定容供气相色谱-电子捕获检测器 (GC-ECD) 检测。添加回收实验结果表明, 供试 6 种拟除虫菊酯杀虫剂的添加浓度为 $0.005\sim 0.5\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 时, 线性关系良好, 相关系数大于 0.9990; 添加回收率为 $81.68\%\sim 96.39\%$, RSD 为 $1.87\%\sim 5.82\%$, 最低检测浓度为 $0.005\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$; 多残留分析方法的准确性、精确性以及灵敏度均满足农药残留分析的要求。

关键词: 毛木耳; 拟除虫菊酯; 农药残留; GC-ECD

中图分类号: X592

文献标识码: A

文章编号: 1672-352X (2017)04-0654-05

Multiresidue determination of six pyrethroid pesticides in *Auricularia polytricha*

WU Yancan^{1,2}, SHANG Luning², QI Chuangyong², JIA Li², SU Yiling², DONG Yuping², CAO Haiqun¹

(1. College of Plant Protection, Anhui Agricultural University of Anhui Province, Hefei, 230036;

2. Hefei Testing and Inspection Center for Agricultural Products Quality of Anhui Province, Hefei, 230601)

Abstract: A rapid multiresidue analytical method for determination of six pyrethroids in *Auricularia polytricha* was developed by gas chromatography (GC) with electron capture detection (ECD). The pesticide residues were extracted by acetonitrile, cleaned up by florisil column and detected by GC-ECD. The ECD response for selected pesticides was linear between 0.005 and $0.5\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, and the correlation coefficients were greater than 0.9990. The average recoveries of the six pesticides ranged from 81.68% to 96.39% in *Auricularia polytricha*. The relative standard deviations were 1.87%-5.82% and the minimum detectable concentrations of selected pesticides were $0.005\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. These results showed that the method met the requirement for pesticide residue analyses.

Key words: *Auricularia polytricha*; pyrethroids; residue; GC-ECD

毛木耳学名 *Auricularia polytricha* (Mont.) Sacc^[1], 因其子实体背面有绒毛而得名, 又因其口味似海蜇皮而获“树上蛰皮”之美称。研究发现, 毛木耳具有较高的药理学价值^[2-5], 并且对于其食品加工也有研究^[6-8]。毛木耳是我国主要的食用菌品种之一, 据中国食用菌协会统计结果显示, 在 2014 年的产量和销量都达到了 $136\times 10^4\text{ t}$, 占同期国内食用菌总量的 4%。毛木耳生产栽培过程中病虫害发生情况严重^[9-10], 必须进行化学防治才能有效控制害虫, 然而目前登记使用在食用菌上的杀虫剂品种较少, 因此菇农不得不选用其他农药品种进行替代, 拟除虫菊酯类因为其高效、广谱和低毒等特点

而备受菇农的青睐^[11-12]。化学农药的使用不可避免的会带来农药残留问题, 近年来, 毛木耳上农药残留甚至超标事件频发, 不仅造成了重大的经济损失, 而且危害到人民群众的身体健康, 引起了人们的广泛重视。因此, 急需建立一种快速、有效及可靠的毛木耳上拟除虫菊酯杀虫剂的多残留分析方法, 这对于检测毛木耳上拟除虫菊酯杀虫剂残留, 研究拟除虫菊酯杀虫剂在毛木耳上的消解规律有重要意义。

目前, 已有食用菌上拟除虫菊酯杀虫剂多残留分析方法的相关报道。樊中臣等^[13-14]对平菇和金针菇上 6 种拟除虫菊酯杀虫剂的多残留分析方法进行

收稿日期: 2017-05-10

作者简介: 吴延灿, 博士研究生。E-mail: wuyancan1989@163.com

* 通信作者: 操海群, 教授, 博士生导师。E-mail: caohq@vip.163.com

了研究, 姬晓灵等^[15]建立了检测黑木耳中 7 种拟除虫菊酯杀虫剂残留量的方法, 王锡宁等^[16]对食用菌上 8 种拟除虫菊酯杀虫剂的分析方法进行了报道。而现有文献中, 还没有关于毛木耳上拟除虫菊酯杀虫剂多残留分析方法的报道。本实验参考樊中臣^[13-14]的方法, 并对其方法进行了一定的优化, 使方法能满足毛木耳基质的需求, 并且更加简单、快速。

1 材料与方 法

1.1 材料

农药标准品: 联苯菊酯 (Bifenthrin, 纯度 98.0%), 甲氰菊酯 (Fenprothrin, 纯度 99.2%), 氰戊菊酯 (Fenvalerate, 纯度 99.0%), 溴氰菊酯 (Deltamethrin, 纯度 98.4%), 高效氯氟菊酯 (β -cypermethrin, 纯度 99.2%) 和高效氯氟菊酯 (λ -cyhalothrin, 纯度 99.2%) 的农药标准品购于北京和力顺科技有限公司。

试剂: 乙腈、正己烷、乙酸乙酯和石油醚, 均为分析纯, 江苏强胜化工有限公司; 无水硫酸钠、氯化钠, 均为分析纯, 中国医药集团上海化学试剂公司; 弗罗里硅土 (60~100 目), 德国 Riedel-de Haen 公司, 马弗炉中 650 °C 烘 5 h 活化后冷却至室温加 5% 的水脱活, 密封备用; 实验所用纯水为艾科浦超

纯水系统所制。

仪器: Agilent 6890 气相色谱仪, 具电子捕获检测器 (美国安捷伦科技有限公司); SHA-C 水浴恒温振荡器, 江苏省金坛市金城国胜实验仪器厂; EYELAN-1100 旋转蒸发仪 (上海爱郎仪器有限公司); SC-3610 低速离心机 (安徽中科中佳科学仪器有限公司); KQ-5200 超声波清洗器 (昆山市超声仪器有限公司); SQ-2119B 多功能食品加工机 (上海帅佳电子科技有限公司) 等。

1.2 方法

1.2.1 标准溶液的配制 用万分之一电子天平分别准确称取农药标准品, 以乙腈为溶剂配制成浓度为 1.0 g·L⁻¹ 的供试农药单标贮备液。分别移取以上 6 种农药单标贮备液 0.1 mL 置于 10.0 mL 容量瓶中, 经氮气吹干后用正己烷准确定容至刻度, 得到浓度为 10 mg·L⁻¹ 的混合标准贮备液, 密封保存于 4 °C 冰箱中, 备用。使用时, 根据实验需要用正己烷逐级稀释成不同浓度的标准工作溶液。

1.2.2 农药的添加 用电子天平准确称取 10.0 g 匀浆后的毛木耳样品 (已知不含农药) 于 50 mL 聚四氟乙烯离心管中, 加入混合标准工作溶液, 使联苯菊酯等 6 种拟除虫菊酯的添加浓度为 0.005、0.05 和 0.5 mg·kg⁻¹, 同时设置空白对照。

表 1 6 种拟除虫菊酯类农药的保留时间、标准曲线、线性范围、相关系数、检出限和定量限

Table 1 Retention time, standard curve, linear range, correlation coefficients, LOD and LOQ of 6 pyrethroid pesticides

农药 Pesticide	保留时间 T_R /min	线性方程 Equation	线性范围/mg·kg ⁻¹ Linear range	相关系数 R^2	LOD/LOQ / $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$
联苯菊酯 Bifenthrin	18.8	$y = 9.7 \times 10^5 x + 6\ 784.8$	0.005~0.5	0.9994	0.86/2.87
甲氰菊酯 Fenprothrin	19.1	$y = 9.9 \times 10^5 x + 7\ 024.6$	0.005~0.5	0.9993	0.79/2.64
高效氯氟菊酯 λ -cyhalothrin	21.0	$y = 1.9 \times 10^6 x + 9\ 202.6$	0.005~0.5	0.9990	0.53/1.77
高效氯氟菊酯 β -cypermethrin	26.7	$y = 1.8 \times 10^6 x - 5\ 137.8$	0.005~0.5	0.9997	1.61/5.34
氰戊菊酯 Fenvalerate	29.0	$y = 1.5 \times 10^6 x - 6\ 757.7$	0.005~0.5	0.9995	1.64/5.46
溴氰菊酯 Deltamethrin	31.5	$y = 1.5 \times 10^6 x - 6\ 643.3$	0.005~0.5	0.9997	1.42/4.73

1.2.3 样品前处理 (1) 提取。在添加混合标准溶液的毛木耳样品中分别加入 5 mL 水、6 g 氯化钠和 20 mL 乙腈, 机械振荡提取 30 min, 4 000 r·min⁻¹ 离心 5 min, 取全部有机相过无水 Na₂SO₄ 漏斗; 残渣加入 25 mL 乙腈, 重复提取一次, 离心; 取全部上清液过无水 Na₂SO₄ 漏斗; 合并提取液于 40 °C 下旋转浓缩近干, 待净化。

(2) 净化。玻璃层析柱自下而上依次装入脱脂棉、2 cm 无水 Na₂SO₄, 4 g 5% 脱活弗罗里硅土和 2 cm 无水 Na₂SO₄, 敲实; 淋洗液为石油醚/乙酸乙酯 (V/V=98/2), 20 mL 石油醚预淋洗, 40 mL 淋洗

液 (4×10 mL) 分 4 次淋洗, 弃去前 10 mL; 洗脱液在 38 °C 下浓缩至干, 正己烷定容至 5 mL 后待 GC-ECD 测定。

1.2.4 色谱检测条件 色谱柱: HP-5 毛细管气相色谱柱 (30 mm×0.25 mm, 0.25 μm); 升温程序: 60 °C 保持 1 min 后以 30 °C·min⁻¹ 升温到 180 °C, 再以 5 °C·min⁻¹ 升温至 250 °C, 保持 5 min, 最后以 3 °C·min⁻¹ 升温到 280 °C, 保持 1 min; 后进样口温度: 250 °C; 检测器温度: 300 °C; 载气: 高纯氮气 (99.999%); 流速: 1.5 mL·min⁻¹; 不分流进样; 进样体积 2 μL 。

2 结果与分析

2.1 标准曲线的建立

按照 1.2.4 的色谱检测条件,测定不同浓度供试农药标准样品,获得一系列对应的峰面积值。以进样量 (ng) 为横坐标,峰面积 (mAU) 为纵坐标作图,绘制标准曲线并求出线性回归方程 (见表 1)。结果显示,在 $0.005\sim 0.5\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 的线性范围内,联苯菊酯等 6 种拟除虫菊酯的线性关系良好,相关系数均在 0.9990 以上。标样色谱图见图 1,6 种拟除虫菊酯在 35 min 内分离效果较好。

2.2 提取方式的确立

取含 6 种拟除虫菊酯添加浓度为 $0.1\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 的鲜毛木耳样品,以乙腈为提取剂,比较了不同提取方法 (超声波振荡、机械振荡) 对联苯菊酯等 6 种拟除虫菊酯的提取效果。结果表明 (表 2),当提取

时间为 20 min 时,采用超声波振荡提取时,平均回收率为 $70.97\%\sim 87.51\%$,相对标准偏差为 $2.12\%\sim 7.08\%$;采用机械振荡提取时,平均回收率为 $82.66\%\sim 92.98\%$,相对标准偏差为 $3.17\%\sim 8.79\%$ 。故选择机械振荡为优化后的提取方式。

确定了机械振荡为提取方式后,同样用乙腈提取含 6 种拟除虫菊酯添加浓度为 $0.1\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 的鲜毛木耳样品,比较了不同提取时间 (20、30 和 40 min) 对毛木耳中联苯菊酯等 6 种拟除虫菊酯杀虫剂的提取效果。结果表明 (表 2),当提取时间为 30 min 时,添加回收率为 $83.45\%\sim 92.69\%$,相对标准偏差为 $2.50\%\sim 3.50\%$,明显高于提取时间为 20 min 的回收率,而较提取时间为 40 min 的回收率差异不大,且相对标准偏差小于提取时间为 20 min 的。考虑方便准确的原则,因此,选择机械振荡 30 min 为优化后的提取方式。

表 2 不同提取方式对毛木耳中拟除虫菊酯添加回收结果的影响

Table 2 Recoveries and RSDs of pyrethroids in *Auricularia polytricha* by selected extract methods

农药 Pesticide	超声波振荡 20 min Supersonic oscillation		机械振荡 20 min Mechanical oscillation		机械振荡 30 min Mechanical oscillation		机械振荡 40 min Mechanical oscillation	
	回收率/% Recovery	RSD/%	回收率/% Recovery	RSD/%	回收率/% Recovery	RSD/%	回收率/% Recovery	RSD/%
	联苯菊酯 Bifenthrin	80.41	4.59	82.66	3.86	83.45	3.34	88.22
甲氰菊酯 Fenpropathrin	81.14	2.12	84.47	4.56	88.01	2.08	91.81	7.36
高效氯氟氰菊酯 λ -cyhalothrin	78.91	4.47	87.92	3.73	88.07	3.34	87.81	3.98
高效氯氰菊酯 β -cypermethrin	70.97	5.75	92.98	5.79	91.43	2.50	87.09	1.20
氰戊菊酯 Fenvalerate	87.51	7.08	83.06	3.17	92.69	2.98	89.56	6.11
溴氰菊酯 Deltamethrin	76.78	2.98	86.54	8.79	89.99	3.50	93.58	3.17

表 3 不同提取次数对毛木耳中拟除虫菊酯添加回收结果的影响

Table 3 Recoveries and RSDs of pyrethroids in *Auricularia polytricha* by selected extract time

农药 Pesticide	提取 1 次 Extracted once		提取 2 次 Extracted twice		提取 3 次 Extracted thrice	
	回收率/% Recovery	RSD/%	回收率/% Recovery	RSD/%	回收率/% Recovery	RSD/%
	联苯菊酯 Bifenthrin	82.68	5.57	94.98	3.36	99.10
甲氰菊酯 Fenpropathrin	84.47	4.12	96.76	3.86	99.03	4.03
高效氯氟氰菊酯 λ -cyhalothrin	77.92	4.27	100.20	3.73	102.70	3.58
高效氯氰菊酯 β -cypermethrin	82.98	3.75	98.30	5.19	100.87	2.94
氰戊菊酯 Fenvalerate	83.08	6.03	89.99	3.47	93.69	4.28
溴氰菊酯 Deltamethrin	76.45	2.58	103.54	2.49	103.99	3.51

2.3 提取次数的确立

用乙腈提取含 6 种拟除虫菊酯添加浓度为 $0.1\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 的鲜毛木耳样品,比较了不同提取次数 (1 次、2 次和 3 次) 对毛木耳中联苯菊酯等 6 种拟

除虫菊酯杀虫剂的提取效果。提取 1 次的回收率在 $76.45\%\sim 84.47\%$,相对标准偏差 $2.58\%\sim 6.03\%$;提取 2 次的回收率在 $89.99\%\sim 103.54\%$ 之间,相对标准偏差为 $2.49\%\sim 5.19\%$;提取 2 次的回收率明显

高于提取一次的回收率, 而提取 3 次的回收率相对于提取 2 次并没有明显的增加, 且花费更长的时间, 因此优化后的提取次数选择为 2 次 (表 3)。

2.4 净化方法的确立

提取液在气相色谱上测定前, 通常要经过一定的净化步骤, 去除可能干扰目标化合物响应峰的杂质。弗罗里硅土柱层析是目前使用最多、效果最好的净化方法之一。实验参照樊中臣等的净化方法, 采用石油醚和乙酸乙酯混合溶剂 (98/2, *V/V*) 作为淋洗剂, 用 5% 脱活的弗罗里硅土作为吸附剂, 净

化提取含 6 种拟除虫菊酯添加浓度为 $0.2 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 的鲜毛木耳样品, 以乙腈为提取溶, 机械振荡 30 min 提取 2 次, 采用弗罗里硅土柱层析净化, 用 50 mL 淋洗剂分成 5 次每次 10 mL 收集, 获得 5 个淋洗液馏分, 联苯菊酯等 6 种拟除虫菊酯前 5 个馏分的回收率之和已达 89.4% 以上 (表 4), 除杂效果和回收率均达到农残分析要求。因此在优化的方法中, 确定石油醚和乙酸乙酯混合溶剂 (98/2, *V/V*) 作为淋洗剂, 用量为 40 mL, 前 10 mL 弃去。

表 4 淋洗剂用量对毛木耳中拟除虫菊酯添加回收结果的影响
Table 4 Recoveries of pyrethroids in *Auricularia polytricha* by volume of elute solvent

农药 Pesticides	回收率/% Recovery rate					总和 Recovery of sum
	馏分 1 Recovery of fraction 1	馏分 2 Recovery of fraction 2	馏分 3 Recovery of fraction 3	馏分 4 Recovery of fraction 4	馏分 5 Recovery of fraction 5	
联苯菊酯 Bifenthrin	ND	98.5	2.7	ND	ND	101.2
甲氰菊酯 Fenpropathrin	ND	79.7	20.4	ND	ND	100.1
高效氯氟氰菊酯 λ -cyhalothrin	ND	29.5	49.5	10.4	ND	89.4
高效氯氰菊酯 β -cypermethrin	ND	50.5	41.8	5.3	ND	97.6
氰戊菊酯 Fenvalerate	ND	51.1	37.2	3.6	ND	91.9
溴氰菊酯 Deltamethrin	ND	50.8	40.2	2.2	ND	93.2

注: ND 表示未检出。Note: ND indicates that the residue is not detected.

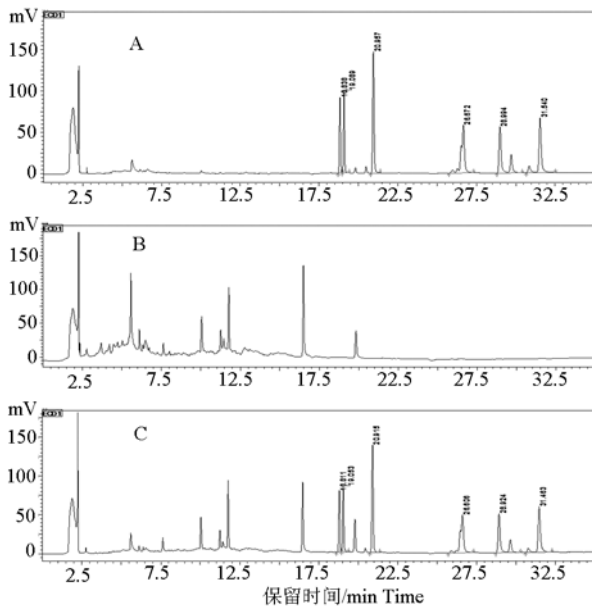


图 1 拟除虫菊酯类农药标样 $0.5 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ (A)、毛木耳空白 (B) 和添加回收 $0.5 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 样品 (C) 色谱图
Figure 1 Chromatograms of standard samples $0.5 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ (A) of pyrethroid pesticides, unspiked *Auricularia polytricha* (B) and spiked sample (C) with selected pesticides

2.5 添加回收实验结果

按优化后的方法对添加浓度为 $0.005 \sim 0.05 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 毛木耳样品进行提取、净化和检测。结果 (表

5) 表明: 在添加浓度范围内, 毛木耳中联苯菊酯等 6 种拟除虫菊酯杀虫剂的添加回收率为 $81.68\% \sim 96.39\%$, 变异系数为 $1.87\% \sim 5.82\%$ 。毛木耳中联苯菊酯等 6 种拟除虫菊酯最低检测浓度为 $0.005 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。该残留分析方法的准确性、精确性及灵敏度均达到农药残留分析的要求。

3 结论

实验通过对提取和净化方法的优化, 找到了理想的测定分析方法。毛木耳样品中, 联苯菊酯等 6 种拟除虫菊酯杀虫剂以乙腈为提取剂, 采用机械振荡 30 min 重复提取 2 次, 弗罗里硅土柱层析净化, 淋洗剂为石油醚/乙酸乙酯 (*V/V*=98/2), 用量为 40 mL, 前 10 mL 弃去。方法在添加浓度为 $0.005 \sim 0.05 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 的平均添加回收率为 $81.68\% \sim 96.39\%$, 变异系数为 $1.87\% \sim 5.82\%$ 。联苯菊酯、甲氰菊酯、高效氯氟氰菊酯、高效氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯的最低检测浓度均为 $0.005 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ (表 5)。相对文献[14]中的方法, 该方法减少了实验步骤, 更简单、快速。

目前, 我国只规定了高效氯氟氰菊酯 ($0.5 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)、高效氯氰菊酯 ($0.5 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)、溴氰菊酯 ($0.2 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$) 和氰戊菊酯 ($0.2 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$) 在食用菌

表 5 毛木耳中 6 种拟除虫菊酯农药添加回收结果
Table 5 Results of recovery test of 6 pyrethroids in *Auricularia polytricha*

农药 Pesticides	添加浓度/mg·kg ⁻¹ Concentration	平均回收率/% Average Recovery	标准偏差/% Standard deviation	变异系数/% Coefficient of variability
联苯菊酯 Bifenthrin	0.005	95.02	2.68	2.82
	0.05	90.42	3.29	3.64
	0.5	81.68	1.88	2.30
甲氰菊酯 Fenpropathrin	0.005	94.71	3.69	3.89
	0.05	90.60	3.94	4.35
	0.5	85.30	2.94	3.45
高效氯氟氰菊酯 λ -cyhalothrin	0.005	85.96	2.51	2.92
	0.05	93.24	3.48	3.73
	0.5	96.39	1.81	1.87
高效氯氰菊酯 β -cypermethrin	0.005	84.73	3.64	4.30
	0.05	87.16	2.84	3.26
	0.5	89.61	2.11	2.35
氰戊菊酯 Fenvalerate	0.005	88.23	3.44	3.90
	0.05	87.16	2.84	3.26
	0.5	91.43	3.37	3.69
溴氰菊酯 Deltamethrin	0.005	90.49	3.62	4.00
	0.05	86.52	1.93	2.23
	0.5	92.08	5.36	5.82

上的最大残留限量值^[17], 该方法的最低检测浓度远小于目前我国制定在食用菌上拟除虫菊酯杀虫剂的最大残留限量值, 可以很好地满足毛木耳中拟除虫菊酯类农药残留的检测要求。

参考文献:

- [1] 张丹, 郑有良. 毛木耳(*Auricularia polytricha*)的研究进展[J]. 西南农业学报, 2004, 17(5): 668-673.
- [2] SHEU F, CHIEN P J, CHIEN A L, et al. Isolation and characterization of an immunomodulatory protein (APP), from the Jew's Ear mushroom *Auricularia polytricha*[J]. Food Chem, 2004, 87(4): 593 -600.
- [3] KOYAMA K, AKIBA M, IMAIZUMI T, et al. Antinociceptive constituents of *Auricularia polytricha*[J]. Planta Med, 2002, 68(3):284-285.
- [4] YU M, XU X, QING Y, et al. Isolation of an anti-tumor polysaccharide from *Auricularia polytricha* (jew's ear) and its effects on macrophage activation[J]. Eur Food Res Technol, 2008, 228(3): 477-485.
- [5] SUN Y X, LIU J C, KENNEDY J F. Purification, composition analysis and antioxidant activity of different polysaccharide conjugates (APPs) from the fruiting bodies of *Auricularia polytricha*[J]. Carbohydr Polym, 2010, 82(2): 299-304.
- [6] 范春梅, 清源, 刘学文. 毛木耳花生乳的研制[J]. 食品工业, 2011(6): 35-37.
- [7] 清源. 毛木耳罐头加工工艺研究[J]. 安徽农业科学, 2010, 38(15): 8191-8192.
- [8] 李秋红, 罗莉萍, 江国忠. 毛木耳蜜饯加工工艺研究[J]. 食品科学, 2007, 28(9): 646-648.
- [9] 汪彩云, 李勇. 菇蚊为害毛木耳耳片的调查与防治建议[J]. 食药用菌, 2011, 19(5): 48-50.
- [10] 汪彩云, 李勇. 马陆为害毛木耳耳片的调查与防治建议[J]. 中国蔬菜, 2010(19): 28-29.
- [11] 朱富春. 对食用菌病虫害综合防治的几点建议[J]. 中国食用菌, 2008, 27(1): 51.
- [12] 胡清秀, 宋金娣, 管道平. 食用菌病虫害危害分析与防治关键控制点[J]. 中国农学通报, 2008, 24(12): 401-406.
- [13] 樊中臣, 施艳红, 操海群, 等. 气相色谱法测定平菇中拟除虫菊酯类农药残留[J]. 安徽农业大学学报, 2011, 38(4): 559-562.
- [14] 樊中臣, 施艳红, 操海群, 等. 金针菇中 6 种拟除虫菊酯类农药多残留的测定[J]. 食品科学, 2012, 33(6): 199-202.
- [15] 姬晓灵, 屈爱桃, 汪岭, 等. 黑木耳中 7 种拟除虫菊酯类农药残留的气相色谱检测方法[J]. 现代预防医学, 2010, 37(7): 1346-1348.
- [16] 王锡宁, 张霞, 李凤华. 毛细管气相色谱法测定食用菌中 8 种菊酯类农药残留[J]. 中国卫生检验杂志, 2009, 19(6): 1254-1255.
- [17] 中华人民共和国农业部. 食品安全国家标准食品中农药最大残留限量:GB/T 2763-2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.