DOI:10.12441/spyswjs.20251203001 [文章编号] 1673-1689(2026)08-0088-08

GC-ECD结合QuEChERS测定小麦中50种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药残留

彭星星[1,2] 高海军[1,2] 毋修远[1,2] 赵胜男[1,2] 曹晶晶[1,2]

(1. 河南省食品和盐业检验技术研究院(河南省粮油饲料产品质量监督检验中心),河南 郑州 450003; 2. 国家市场监督管理总局重点实验室(食品安全快速检测与智慧监管技术),河南 郑州 450003)

摘要:【目的】建立气相色谱-电子捕获检测器(GC-ECD)结合QuEChERS定量检测小麦中多种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药残留的方法。【方法】将小麦样品预先粉碎过筛,加水涡旋混匀,经乙腈-醋酸溶液振荡提取后,采用PSA、C_{18}进行分散固相萃取净化,高速离心后氮吹浓缩定容,最后使用GC-ECD测定。【结果】50种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药混合标准溶液在12.5~800.0 ng/mL范围内的线性关系良好,R^2≥0.999,检出限为0.001~0.038 mg/kg,定量限为0.002~0.113 mg/kg;小麦样品的平均加标回收率为88.0%~103.8%,相对标准偏差(RSD)为1.6%~4.5%;所测质控样品值均在规定真值范围内,能力验证考核样品的各项比对结果均为满意。【结论】该方法灵敏度较高,方法的重复性和准确性较好,适用于小麦中50种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药残留量的快速筛查和测定。

关键词:GC-ECD;QuEChERS;小麦;有机氯;拟除虫菊酯;有机磷农药

Determination of Residues of 50 Organochlorine, Pyrethroid, and Organophosphorus Pesticides in Wheat by GC-ECD Combined with QuEChERS

PENG Xingxing[1,2] *GAO Haijun*[1,2] *WU Xiuyuan*[1,2] *ZHAO Shengnan*[1,2] *CAO Jingjing*[1,2]

(1. Henan Province Food and Salt Industry Inspection Research Institute (Quality Supervision and Inspection Center of Grain, Oil and Feed Product in Henan Province), Zhengzhou 450003, China; 2. Key Laboratory of Food Safety Rapid Testing and Smart Supervision Technology, State Administration of Market Regulation, Zhengzhou 450003, China)

Abstract: [**Objective**] This study aimed to establish a method for the quantitative determination of residues of multiple organochlorine, pyrethroid, and organophosphorus pesticides in wheat by gas chromatography-electron capture detector (GC-ECD) combined with QuEChERS. [**Method**] Wheat samples were crushed, sieved, and mixed with water by vortex. After shaking extraction with acetonitrile-acetic acid solution, the extracts were purified by dispersive solid phase extraction with PSA and C_{18}. After high speed centrifugation and concentration by nitrogen flushing, samples were detected by GC-ECD. [**Result**] The mixed standard solution of 50 organochlorine, pyrethroid, and organophosphorus pesticides showed an excellent linearity within the range of 12.5~800.0 ng/mL, with R^2≥0.999. The limits of detection and quantitation were within the ranges of 0.001~0.038 mg/kg and 0.002~0.113 mg/kg, respectively. The average recovery rate of matrix addition in wheat was 88.0%~103.8%, and the relative standard deviation (RSD) was 1.6%~4.5%. Quality control samples for validation were detected by the method, and the results were within the specified true value range. The comparison results of the proficiency testing samples were all satisfactory. [**Conclusion**] This method had high sensitivity, repeatability, and accuracy, being suitable for rapid screening and determination of residues of 50 organochlorine, pyrethroid, and organophosphorus pesticides in wheat.

基金项目:河南省市场监督管理局2024年度科技计划项目(HNSCJGK202491)。

通信作者:彭星星(1989—),女,硕士,工程师,主要从事粮油食品检验研究。E-mail:568464200@qq.com

收稿日期:2025-12-03 **修回日期:**2026-02-21

Keywords: GC-ECD; QuEChERS; wheat; organochlorine; pyrethroid; organophosphorus pesticide

有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药是农业生产中不可或缺的农药类别，能有效控制病虫害，提高作物产量，但农药滥用也带来了农药残留隐患，严重威胁了人类健康和生态环境安全[1-2]。有机氯类农药因具有强滞留性、高累积性及残效期长等缺点[3-7]，已被相继禁用。拟除虫菊酯类农药在使用中会通过皮肤、呼吸等方式进入人体，从而对人体产生毒性作用[8-11]。有机磷农药中也有一些属于剧毒类，如甲胺磷等，这些高毒性农药的大量使用容易在农产品中残留量过高，从而导致食物中毒等情况[12-14]。因此，建立小麦中有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药残留快速准确定量方法非常重要。

在检测工作中，检测人员常常将有机氯类、拟除虫菊酯类农药归为同类，采用相同的前处理方法提取净化，再用气相色谱-电子捕获检测器定量测定；有机磷农药采用另一种前处理方法进行提取净化，然后再采用气相色谱-火焰光度检测器对其进行定量测定。农药提取方法不同，使用的检测器也不同，因此难以同时检测。研究者常采用多种方法对农药残留进行定量测定，如实验室常用的气相色谱法、高效液相色谱法及其串联质谱法等[15-22]，而利用GC-ECD同时检测有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药残留的研究较少。

本研究旨在建立GC-ECD结合QuEChERS法快速准确测定小麦中50种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药残留的方法。为充分展现气相色谱仪中电子捕获检测器的检测能力，作者使用毛细管柱作为色谱柱，柱温采用程序升温，结合QuEChERS样品前处理方法[23-24]，用气相色谱-电子捕获检测器结合QuEChERS对小麦中50种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药残留进行测定。

1　材料与方法

1.1　材料与试剂

1.1.1　材料

小麦样品：2025年河南省新收获的小麦安全监测样品，样品来自河南省各地市；大米质控样品：广州谱恩科学仪器有限公司；大米考核样品：中国质量检验检测科学研究院检验检测能力提升与评价研究中心。试验样品均密封冷藏保存。

1.1.2　试剂

敌敌畏、甲基异柳磷、灭线磷、五氯苯基硫醚、甲拌磷、马拉硫磷、α-六六六、六氯苯、乐果、β-六六六、γ-六六六、五氯硝基苯、地虫硫磷、δ-六六六、五氯苯胺、马拉氧磷、甲基对硫磷、七氯、甲基嘧啶磷、艾氏剂、毒死蜱、对硫磷、水胺硫磷、环氧七氯B、氧氯丹、环氧七氯A、反氯丹、杀扑磷、α-硫丹、顺氯丹、稻瘟灵、4，4’-滴滴伊、狄氏剂、异狄氏剂、β-硫丹、4，4’-滴滴滴、2，4’-滴滴涕、乙硫磷、异狄氏剂醛、硫丹硫酸盐、4，4’-滴滴涕、异狄氏剂酮、甲氰菊酯、灭蚁灵、联苯菊酯、氯氟氰菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯的标准溶液（100 μg/mL）：坛墨质检科技股份有限公司；无水$MgSO_4$：分析纯，天津市风船化学试剂科技有限公司；冰乙酸：分析纯，天津市恒兴化学试剂制造有限公司；*N*-丙基乙二胺（PSA）、C_{18}：山东青云实验耗材有限公司；乙腈、乙酸乙酯：色谱纯，北京迈瑞达科技有限公司。

1.2　仪器与设备

气相色谱仪：9000型，美国安捷伦科技有限公司；恒温水浴振荡器：ZWY-110X50型，上海智城分析仪器制造有限公司；电子分析天平：JJ5000A型，美国双杰兄弟集团有限公司；多管旋涡混合仪：MS400型，杭州瑞诚仪器有限公司；台式高速离心机：TG16.5型，四川蜀科仪器有限公司；智能氮吹仪：MFV-24型，广州得泰仪器科技有限公司；中央纯水装置：Centra R120型，英国ELGA公司；高速锤式旋风磨：3100型，瑞典波通仪器公司。

1.3　GC-ECD试验条件

进样口温度设为280 ℃，分流比设为10∶1，检测器温度设为300 ℃，色谱柱选择HP-5MS UI毛细管型（30 m×320 μm×0.25 μm）。升温程序：初始温度170 ℃，保持1 min；以5 ℃/min升温至240 ℃，保持5 min；以5 ℃/min升温至260 ℃，保持11 min。

1.4　方法

1.4.1　样品制备

称取试验小麦样品500 g，粉碎后过425 μm标准筛网，得到的样品密封保存。

1.4.2　样品前处理方法

使用QuEChERS进行样品前处理，参照

GB 23200.113—2026[25]的方法，在 50 mL 离心管中加入 5 g 样品，倒入 10 mL 水涡旋混匀，静置 30 min。加入 15 mL 乙腈-醋酸溶液（体积比 99∶1），混匀，再加入 1.5 g CH_3COONa 及 6 g 无水 $MgSO_4$，拧紧盖子剧烈振荡，离心。向 15 mL 离心管中加入 1.2 g 无水 $MgSO_4$、0.4 g PSA、0.4 g C_{18}，加入 8 mL 离心后的上清液，涡旋混匀后使用高速离心机离心。吸取 2 mL 上清液氮吹至近干，加入 1 mL 乙酸乙酯，涡旋混匀，最后过 0.22 μm 有机滤膜，待测。

1.4.3 标准溶液制备

将 50 种标准物质分成 4 组，配制标准工作曲线。第 1 组：灭线磷、*α*-六六六、*β*-六六六、*δ*-六六六、七氯、艾氏剂、氧氯丹、反氯丹、4,4'-滴滴伊（*p*,*p*'-DDE）、异狄氏剂、4,4'-滴滴滴（*p*,*p*'-DDD）、硫丹硫酸盐、异狄氏剂酮；第 2 组：六氯苯、五氯硝基苯、马拉氧磷、五氯苯基硫醚、毒死蜱、甲基异柳磷、环氧七氯 A、*α*-硫丹、狄氏剂、*β*-硫丹、异狄氏剂醛、4,4'-滴滴涕（*p*,*p*'-DDT）、灭蚁灵；第 3 组：乐果、*γ*-六六六、五氯苯胺、甲基嘧啶磷、对硫磷、环氧七氯 B、顺氯丹、稻瘟灵、2,4'-滴滴涕（*o*,*p*'-DDT）、甲氰菊酯；第 4 组：敌敌畏、甲拌磷、地虫硫磷、甲基对硫磷、马拉硫磷、水胺硫磷、杀扑磷、乙硫磷、联苯菊酯、氯氟氰菊酯、氯菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯。用乙酸乙酯配制混合标准工作液（12.5、25.0、50.0、100.0、200.0、400.0、800.0 ng/mL）

1.4.4 重复性和准确性测定

在小麦样品中分别添加 0.02、0.10、0.50 mg/kg 的 50 种农药的混合标准溶液，进行 50 种农药的加标回收试验。同一水平试验均进样 6 次，计算平均回收率及相对标准偏差（RSD）。

1.4.5 实际样品测定

采用本试验建立的方法对购自中国质量检验检测科学研究院检验检测能力提升与评价研究中心的 1 个质控样品及 4 个大米能力验证考核样品中 7 种六六六和滴滴涕水平进行测定。通过比较测定结果与规定真值，判定方法应用结果的准确性。

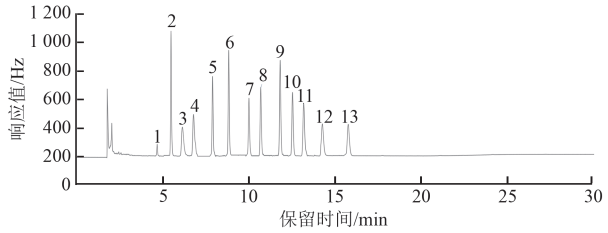
1.5 数据处理

用气相色谱仪软件 OpenLAB CDS C.01.07 SR3 [465]对试验数据进行分析处理，用 Microsoft Office 2007 软件对样品图谱进行绘制。

2 结果与讨论

2.1 农药品种的选择

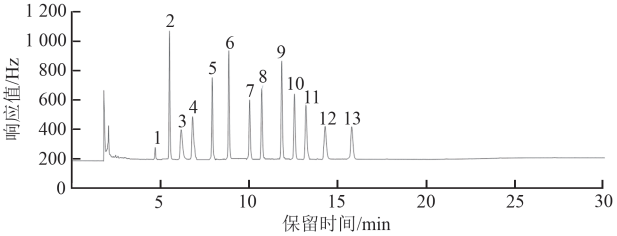
使用 GC-ECD 对小麦中常见的有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药进行测定，根据各农药出峰时间及性质特点将 50 种标准物质分成 4 组。4 组农药混合标准溶液的色谱图见图 1~4。使用 GC-ECD 采集的 4 组农药混合标准溶液色谱图基线平稳，无杂峰，50 种农药响应值高，峰形尖锐、对称性好。因此，选择 GC-ECD 对 50 种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药进行图谱数据采集是可行的。



1—灭线磷；2—*α*-六六六；3—*β*-六六六；4—*δ*-六六六；5—七氯；6—艾氏剂；7—氧氯丹；8—反氯丹；9—*p*,*p*'-DDE；10—异狄氏剂；11—*p*,*p*'-DDD；12—硫丹硫酸盐；13—异狄氏剂酮。

图 1 第 1 组混合标准溶液的气相色谱图

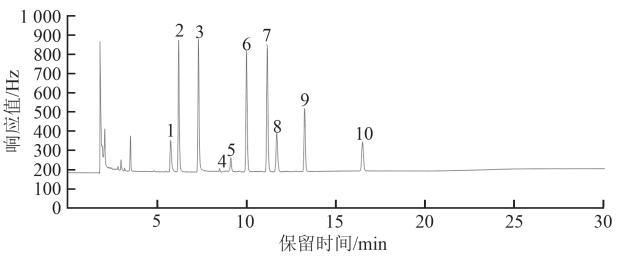
Fig. 1 GC chromatogram of the mixed standard solution group 1



1—六氯苯；2—五氯硝基苯；3—马拉氧磷；4—五氯苯基硫醚；5—毒死蜱；6—甲基异柳磷；7—环氧七氯 A；8—*α*-硫丹；9—狄氏剂；10—*β*-硫丹；11—异狄氏剂醛；12—*p*,*p*'-DDT；13—灭蚁灵。

图 2 第 2 组混合标准溶液的气相色谱图

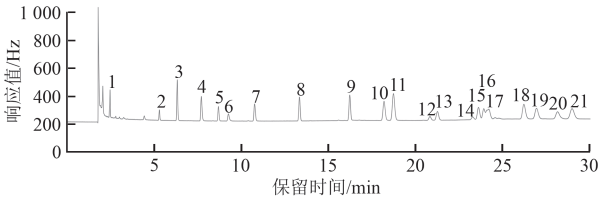
Fig. 2 GC chromatogram of the mixed standard solution group 2



1—乐果；2—*γ*-六六六；3—五氯苯胺；4—甲基嘧啶磷；5—对硫磷；6—环氧七氯 B；7—顺氯丹；8—稻瘟灵；9— *o*,*p*'-DDT；10—甲氰菊酯。

图 3 第 3 组混合标准溶液的气相色谱图

Fig. 3 GC chromatogram of the mixed standard solution group 3



1—敌敌畏；2—甲拌磷；3—地虫硫磷；4—甲基对硫磷；5—马拉硫磷；6—水胺硫磷；7—杀扑磷；8—乙硫磷；9—联苯菊酯；10、11—氯氟氰菊酯；12、13—氯菊酯；14、15、16、17—氯氰菊酯；18、19—氰戊菊酯；20、21—溴氰菊酯。

图4　第4组混合标准溶液的气相色谱图

Fig. 4　GC chromatogram of the mixed standard solution group 4

2.2　标准曲线方程的建立

使用乙酸乙酯溶液配制50种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药的混合标准溶液（12.5~800.0 ng/mL）以混合标准溶液质量浓度为横坐标、峰面积为纵坐标，建立标准曲线，采用外标法定量，分别以标准物质的3倍信噪比及10倍信噪比来计算方法的检出限和定量限[26-27]。由表1可知，50种农药混合标准溶液标准曲线方程的R^2≥0.999，表明在12.5~800.0 ng/mL范围内该方法具有良好的线性关系。此外，50种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药检出限为0.001~0.038 mg/kg，定量限为0.002~0.113 mg/kg，表明该方法的灵敏度较高，可满足GB 2763—2026《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》[28]中的限量检测要求。

2.3　重复性和准确性结果

根据GB 5009.295—2023[29]，加标量为10~100 μg/kg时，要求回收率为70%~120%，RSD≤15%；加标量为100~1 000 μg/kg时，要求回收率为80%~110%，RSD≤10%。由表1可知，本试验方法在3种加标水平下的平均回收率为88.0%~103.8%，符合国家标准的要求，表明该方法具有较好的准确性；RSD<5.0%，符合国家标准的要求，说明该方法的重复性也较好，能够满足50种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药残留量的实际检测要求。

表1　50种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药的校准曲线及重复性和准确性

Table 1　Calibration curves, repeatability, and accuracy of 50 organochlorine, pyrethroid, and organophosphorus pesticides

农药名称	保留时间/min	校准曲线	R^2	信噪比	检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)	加标0.02 mg/kg		加标0.10 mg/kg		加标0.50 mg/kg	
							平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
敌敌畏	2.472	y_1=1 156.891 73x_1+29.752 475	0.999 64	20.2	0.003	0.009	93.2	3.1	96.2	3.1	99.5	3.1
灭线磷	4.693	y_2=566.230 794x_2+22.176 742	0.999 23	10.8	0.005	0.015	92.7	2.3	95.2	3.3	97.9	4.5
甲拌磷	5.308	y_3=691.494 642x_3+4.943 707 7	0.999 96	18.0	0.003	0.009	92.3	1.9	94.9	2.8	97.5	4.0
α-六六六	5.535	y_4=8 635.058 08x_4+16.042 69	0.999 66	75.8	0.001	0.002	93.5	2.2	96.1	3.3	98.7	4.4
六氯苯	5.679	y_5=9 266.267 93x_5+169.409 63	0.999 80	150.0	0.001	0.002	94.4	1.9	97.1	2.8	99.8	3.9
乐果	5.755	y_6=2 006.104 25x_6+62.891 421	0.999 38	22.4	0.003	0.008	94.8	3.0	97.5	4.1	101.9	1.9
β-六六六	6.201	y_7=5 672.588 9x_7+68.876 644	0.999 57	27.8	0.002	0.006	95.2	2.2	97.8	3.3	100.6	4.4
γ-六六六	6.217	y_8=7 428.828 98x_8−0.786 685 9	0.999 40	73.0	0.001	0.003	96.1	3.3	98.7	4.4	102.3	3.6
五氯硝基苯	6.301	y_9=5 954.124 96x_9+118.981 83	0.999 30	87.8	0.001	0.002	91.4	1.6	93.9	2.4	96.6	3.4
地虫硫磷	6.333	y_{10}=2 191.581 4x_{10}+128.476 76	0.999 08	44.6	0.002	0.005	89.4	1.9	91.9	1.6	94.5	2.3
δ-六六六	6.855	y_{11}=5 944.764 85x_{11}−171.249 91	0.999 32	4.2	0.014	0.041	90.9	1.6	93.4	2.1	95.9	3.2
五氯苯胺	7.331	y_{12}=7 893.992 66x_{12}+186.015 09	0.999 45	106.6	0.001	0.002	89.5	4.2	92.0	2.9	94.4	1.9
马拉氧磷	7.681	y_{13}=433.724 092x_{13}+8.789 550 9	0.999 16	9.0	0.007	0.020	88.0	3.5	90.4	2.3	92.9	1.6
甲基对硫磷	7.718	y_{14}=2 150.554 48x_{14}+56.039 806	0.999 06	20.6	0.003	0.008	92.9	2.9	95.5	1.9	98.1	1.7
七氯	7.929	y_{15}=5 598.271 98x_{15}+156.586 54	0.999 36	70.8	0.001	0.003	93.3	2.0	95.8	1.6	98.5	2.2
甲基嘧啶磷	8.448	y_{16}=127.500 291x_{16}+2.981 617 4	0.999 30	3.0	0.038	0.113	90.1	2.1	92.6	1.6	95.2	2.1
五氯苯基硫醚	8.608	y_{17}=9 143.548 44x_{17}+231.221 82	0.999 31	132.0	0.001	0.002	88.5	2.0	91.0	1.6	93.4	2.2
马拉硫磷	8.703	y_{18}=1 334.411 61x_{18}+30.933 679	0.999 09	15.0	0.004	0.012	89.1	2.1	91.5	1.6	94.1	2.1
艾氏剂	8.864	y_{19}=8 011.599 48x_{19}+142.553 97	0.999 56	94.4	0.001	0.002	93.2	2.4	95.8	1.6	98.4	1.8
毒死蜱	9.011	y_{20}=3 565.280 58x_{20}+158.331 28	0.999 07	59.0	0.001	0.003	95.0	2.6	97.5	1.8	100.2	1.7

续表

农药名称	保留时间/min	校准曲线	R^2	信噪比	检出限/（mg/kg）	定量限/（mg/kg）	加标 0.02 mg/kg 平均回收率/%	RSD/%	加标 0.10 mg/kg 平均回收率/%	RSD/%	加标 0.50 mg/kg 平均回收率/%	RSD/%
对硫磷	9.066	y_{21}=2 097.901 23x_{21}+6.391 538 3	0.999 60	12.6	0.005	0.014	97.7	1.6	100.3	1.9	103.1	2.8
水胺硫磷	9.272	y_{22}=877.731 183x_{22}+13.191 667	0.999 38	5.8	0.010	0.029	95.8	2.5	98.4	1.7	101.1	1.8
甲基异柳磷	9.786	y_{23}=450.830 331x_{23}+11.342 102	0.999 29	4.2	0.014	0.041	93.8	3.0	96.4	2.0	99.0	1.6
环氧七氯B	10.014	y_{24}=7 624.573 8x_{24}+166.473 4	0.999 28	90.2	0.001	0.002	93.1	2.9	95.7	1.9	98.3	1.6
氧氯丹	10.035	y_{25}=7 072.419 93x_{25}+47.756 374	0.999 54	55.6	0.001	0.003	92.6	2.5	95.1	1.7	97.8	1.8
环氧七氯A	10.156	y_{26}=8 086.014 94x_{26}+173.896 55	0.999 59	92.2	0.001	0.002	95.5	2.2	98.2	3.2	100.9	4.3
反氯丹	10.731	y_{27}=7 835.300 91x_{27}+80.822 82	0.999 42	60.8	0.001	0.003	95.1	2.3	97.8	1.6	100.4	1.9
杀扑磷	10.780	y_{28}=1 528.043 15x_{28}+92.992 801	0.999 62	16.0	0.004	0.011	95.2	2.1	97.8	3.1	100.6	4.2
α-硫丹	11.100	y_{29}=8 123.932 18x_{29}+135.603 21	0.999 49	84.0	0.001	0.002	95.0	2.1	97.6	1.6	100.3	2.0
顺氯丹	11.188	y_{30}=8 235.185 13x_{30}+151.476 38	0.999 50	92.6	0.001	0.002	93.3	1.6	95.8	2.3	98.5	3.3
稻瘟灵	11.709	y_{31}=2 675.447 99x_{31}+60.592 69	0.999 14	24.0	0.003	0.008	94.9	1.8	97.6	1.7	100.3	2.4
p,*p*'-DDE	11.861	y_{32}=9 443.120 67x_{32}+119.860 73	0.999 19	84.6	0.001	0.002	91.6	2.6	94.1	1.7	96.7	1.7
狄氏剂	11.896	y_{33}=8 130.860 43x_{33}+167.702 13	0.999 16	83.6	0.001	0.002	92.5	1.9	95.1	1.6	97.7	2.3
异狄氏剂	12.565	y_{34}=7 111.916 76x_{34}+105.661 72	0.999 05	53.4	0.001	0.003	93.2	1.6	95.8	2.1	98.4	3.1
β-硫丹	12.921	y_{35}=8 269.959 14x_{35}+157.402 37	0.999 00	61.2	0.001	0.003	93.1	2.7	95.6	3.8	100.0	1.7
p,*p*'-DDD	13.225	y_{36}=6 615.715 05x_{36}+79.904 167	0.999 31	41.8	0.002	0.005	94.5	3.0	97.2	4.1	101.6	1.9
o,*p*'-DDT	13.282	y_{37}=4 506.238 55x_{37}−3.782 910 7	0.999 71	35.0	0.002	0.005	90.8	2.5	93.4	3.6	97.7	1.6
乙硫磷	13.356	y_{38}=2 738.553 27x_{38}+43.005 942	0.999 18	24.4	0.003	0.008	90.2	2.7	92.6	3.8	96.9	1.6
异狄氏剂醛	13.556	y_{39}=6 662.344 9x_{39}+70.597 338	0.999 50	38.4	0.002	0.005	90.6	2.3	93.2	3.3	95.8	4.5
硫丹硫酸盐	14.312	y_{40}=6 380.331 35x_{40}−27.119 159	0.999 67	20.0	0.003	0.009	91.4	2.3	94.0	3.3	96.6	4.4
p,*p*'-DDT	14.393	y_{41}=6 057.550 04x_{41}−66.351 557	0.999 96	23.2	0.003	0.008	92.3	2.8	94.8	3.9	99.2	1.6
异狄氏剂酮	15.814	y_{42}=7 465.548 6x_{42}−48.775 845	0.999 45	22.0	0.003	0.008	93.2	4.3	97.3	2.2	100.0	3.2
甲氰菊酯	16.537	y_{43}=2 634.183 36x_{43}+57.184 681	0.999 05	21.8	0.003	0.008	96.6	4.2	101.0	2.0	103.8	3.0
灭蚁灵	17.826	y_{44}=5 318.269 35x_{44}−49.022 334	0.999 90	24.0	0.003	0.008	94.7	3.3	97.3	4.4	101.6	2.2
联苯菊酯	16.272	y_{45}=3 287.351 03x_{45}+74.503 51	0.999 21	35.0	0.002	0.005	96.8	2.6	99.4	3.7	102.9	3.3
氯氟氰菊酯	18.264、18.808	y_{46}=8 662.163 07x_{46}+115.678 19	0.999 44	27.4	0.002	0.006	96.2	2.0	98.8	3.0	101.6	4.2
氯菊酯	20.898、21.329	y_{47}=2 351.800 51x_{47}+11.040 85	0.999 72	8.6	0.007	0.020	95.7	1.7	98.3	2.4	101.1	3.5
氯氰菊酯	23.302、23.986、24.267	y_{48}=8 552.934 17x_{48}+54.095 567	0.999 76	11.8	0.005	0.015	93.9	1.8	96.4	1.6	99.1	2.3
氰戊菊酯	26.302、27.033	y_{49}=6 109.764 19x_{49}+62.927 498	0.999 44	13.2	0.005	0.014	94.5	1.7	97.1	2.5	99.8	3.6
溴氰菊酯	28.258、29.097	y_{50}=5 800.885 49x_{50}−246.998 96	0.999 16	3.0	0.019	0.057	95.0	2.2	97.7	3.2	100.4	4.3

2.4 实际样品分析

采用建立的方法对质控样品进行测定，结果见表2。在质控样品中，本方法*α*-六六六、*β*-六六六、*γ*-六六六、*δ*-六六六、*o*,*p*'-DDT、*p*,*p*'-DDE、*p*,*p*'-DDT的测定值均在质控证书给定的量值范围内，六六六和滴滴涕的相对误差均<5%，说明本试验方法测定结果具有较高的准确性。采用本方法对4个含六六六和滴滴涕的考核样品进行测定，结果见表3。六六六和滴滴涕的|*Z*值|均<2.0，在满意范围内，表明本方法准确度极高。

表2　质控样品中六六六和滴滴涕的测定结果

Table 2　Determination results for BHCs and DDTs in quality control samples

化合物名称	特性值/(mg/kg)	量值范围/(mg/kg)	测定值/(mg/kg)	相对误差/%
α-六六六	0.23	0.19~0.27	0.220	4.3
β-六六六	0.35	0.28~0.42	0.341	2.6
γ-六六六	0.29	0.24~0.34	0.298	2.8
δ-六六六	0.41	0.34~0.48	0.422	2.9
p,*p*'-DDE	0.36	0.30~0.42	0.351	2.5
o,*p*'-DDT	0.31	0.26~0.36	0.320	3.2
p,*p*'-DDT	0.43	0.36~0.50	0.422	1.9

表3　考核样品中六六六和滴滴涕的测定结果

Table 3　Determination results for BHCs and DDTs in assessment samples

样品名称	六六六			滴滴涕		
	测定值/(mg/kg)	规定真值/(mg/kg)	*Z*值	测定值/(mg/kg)	规定真值/(mg/kg)	*Z*值
考核样品1(ACAS-PT476,T193)	0.011	0.017	−1.3	0.122	0.118	0.2
考核样品2(ACAS-PT476,V827)	0.011	0.013	−0.6	0.042	0.041	0.1
考核样品3(ACAS-PT1735,U850)	0.256	0.218	0.5	0.535	0.517	0.2
考核样品4(ACAS-PT1735,V300)	0.498	0.422	0.5	0.394	0.374	0.3

注：样品名称括号里的内容分别为参加考核的项目和样品编号。

3　结论

作者建立了一种气相色谱-电子捕获检测器(GC-ECO)结合QuEChERS前处理定量检测小麦中50种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药的方法。50种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药的标准曲线在质量浓度12.5~800.0 ng/mL范围内的线性关系良好，检出限低，方法灵敏度高，重复性和准确性好，适用于小麦中50种有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药残留量的快速筛查和测定。然而，本试验采用的GC-ECD检测方法涵盖的农药种类有限，未来可对其他种类的有机氯、拟除虫菊酯和有机磷农药残留检测方法开展进一步研究。

参考文献

[1] 赵磊. 沙棘中132种农药残留测定及其风险评估[J]. 吉林师范大学学报(自然科学版),2025(4):101-108.
Zhao L. Determination and risk assessment of 132 pesticide residues in *Hippophae* Fructus[J]. Journal of Jilin Normal University (Natural Science Edition), 2025(4):101-108.(in Chinese)

[2] Ambrus A, Greenhalgh R. 农药残留分析[M]. 北京:北京大学出版社,1987:1-4.

[3] 许仁杰,蔡春平,丁立平,等. 双重净化-气相色谱法同时测定蛋及蛋制品中六六六、滴滴涕和指示性多氯联苯[J]. 食品科学,2016,37(24):222-227.
Xu R J, Cai C P, Ding L P, et al. Simultaneous determination of hexachlorocyclohexanes, dichlorodiphenyltrichloroethanes and indicator polychlorinated biphenyls in eggs and egg products by double depuration-gas chromatography[J]. Food Science, 2016, 37(24):222-227.(in Chinese)

[4] 郁海菲,葛骏,李育婷. 粮食和油脂中有机氯农药气相色谱检测方法的优化[J]. 粮食与油脂,2017,30(8):84-85.
Yu H F, Ge J, Li Y T. Optimization of gas chromatography for determination of organochlorine pesticides in food and oil[J]. Cereals & Oils, 2017, 30(8):84-85.(in Chinese)

[5] 刘敏. 毛细管色谱柱检测粮食中15种有机氯农药残留量[J]. 粮食与饲料工业,2017(4):58-60.
Liu M. Determination of 15 kinds of organochlorine pesticide residues in grain by capillary chromatorgraphic column[J]. Cereal & Feed Industry, 2017(4):58-60.(in Chinese)

[6] 常娜,袁聚祥. 有机氯农药对人体健康的危害及其研究进展[J]. 华北煤炭医学院学报,2008,10(2):174-176.
Chang N, Yuan J X. The harm of organochlorine pesticides on human health and its research progression[J].

Journal of North China Coal Medical University，2008，10（2）：174-176.（in Chinese）

[7] Taiwo A M. A review of environmental and health effects of organochlorine pesticide residues in Africa [J]. Chemosphere，2019，220：1126-1140.

[8] 齐志业，陈颖，李燕. 拟除虫菊酯类农药暴露的免疫毒理学研究进展[J]. 昆明医科大学学报，2024，45（8）：154-160.

Qi Z Y，Chen Y，Li Y. Research progress on immunotoxicology of pyrethroid pesticides exposures[J]. Journal of Kunming Medical University，2024，45（8）：154-160.（in Chinese）

[9] 来宏伟，冉新炎，樊梅娜，等. 微生物降解土壤中拟除虫菊酯类农药残留研究进展[J]. 内蒙古林业科技，2024，50（3）：59-64.

Lai H W，Ran X Y，Fan M N，et al. Research progress on microbial degradation of pyrethroids pesticide residues in soil[J]. Journal of Inner Mongolia Forestry Science and Technology，2024，50（3）：59-64.（in Chinese）

[10] 钱丽花，户宜，胡培培，等. 拟除虫菊酯类农药暴露与学龄期儿童肺功能的相关性[J]. 环境与职业医学，2025，42（3）：342-348.

Qian L H，Hu Y，Hu P P，et al. Association between pyrethroid insecticide exposure and pulmonary function among school-aged children [J]. Journal of Environmental & Occupational Medicine，2025，42（3）：342-348.（in Chinese）

[11] 孙维敏，季琳琳，陈素传，等. 安徽省薄壳山核桃产地有机磷和拟除虫菊酯农药残留及风险评估[J]. 经济林研究，2024，42（3）：69-76.

Sun W M，Ji L L，Chen S C，et al. Residue level and risk assessment of organophosphate pesticides and pyrethroids in *Carya illinoensis* and soil from Anhui Province[J]. Nonwood Forest Research，2024，42（3）：69-76.（in Chinese）

[12] 李迎春. 气相色谱-质谱法测定粮食中有机磷类农药残留[J]. 质量安全与检验检测，2020，30（4）：36-38.

Li Y C. Determination of organophosphorus pesticide residues in grain by gas chromatography mass spectrometry[J]. Quality Safety Inspection and Testing，2020，30（4）：36-38.（in Chinese）

[13] 石格鑫. 气相色谱质谱检测粮食中有机磷农药残留研究[J]. 南方农机，2020，51（12）：61，64.

Shi G X. Research on the detection of organophosphorus pesticide residues in grain by gas chromatography mass spectrometry[J]. South Agricultural Machinery，2020，51（12）：61，64.（in Chinese）

[14] 李淑娟. 气相色谱法测定粮食中有机磷农药的残留量[J]. 新农业，2017（9）：15-17.

Li S J. Determination of organophosphorus pesticide residues in grain by gas chromatography [J]. Modern Agriculture，2017（9）：15-17.（in Chinese）

[15] 黄志，范磊. 快速溶剂萃取-气相色谱法测定土壤中六六六和滴滴涕残留[J]. 化工技术与开发，2014（11）：46-49.

Huang Z，Fan L. Determination of residual HCH and DDT in soil by ASE-GC [J]. Technology & Development of Chemical Industry，2014（11）：46-49.（in Chinese）

[16] 池玉林. 快速溶剂萃取-凝胶渗透色谱净化-GC分析土壤中六六六和滴滴涕残留[J]. 环境研究与监测，2013（4）：23-25，28.

Chi Y L. Analysis of BHC and DDT residues in soil by rapid solvent extraction-gel permeation chromatography purification-GC [J]. Environmental Research and Monitoring，2013（4）：23-25，28.（in Chinese）

[17] 董伟峰，杨春光，徐凤敏，等. QuEChERS-气相色谱法检测大米中28种农药残留量[J]. 食品安全质量检测学报，2015，6（1）：78-85.

Dong W F，Yang C G，Xu F M，et al. QuEChERS-gas chromatography method for detection of 28 kinds of pesticide residues in rice[J]. Journal of Food Safety & Quality，2015，6（1）：78-85.（in Chinese）

[18] 李为民. 固相萃取-气相色谱法检测水体中11种农药残留[J]. 湖北农业科学，2015，54（19）：4818-4821.

Li W M. Determination of 11 pesticide residues in water by SPE-GC[J]. Hubei Agricultural Sciences，2015，54（19）：4818-4821.（in Chinese）

[19] 肖林霞，辛新，丁环，等. 气相色谱法测定花生中六六六、滴滴涕、乙草胺和毒死蜱残留[J]. 分析试验室，2020，39（4）：454-458.

Xiao L X，Xin X，Ding H，et al. Determination of BHC，DDT，acetochlor and chlorpyrifos in peanuts by gas chromatography [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory，2020，39（4）：454-458.（in Chinese）

[20] 胡守江，杨晋青，顾宇翔. 气相色谱-质谱法测定含植物提取物类化妆品中35种农药残留[J]. 香料香精化妆品，2021（5）：83-91.

Hu S J，Yang J Q，Gu Y X. Measurement of thirty-five pesticide residues in cosmetics containing plant extracts by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Flavour Fragrance Cosmetics，2021（5）：83-91.（in Chinese）

[21] 张益文，刘铭扬，何国成，等. 超声萃取-气相色谱串联四级杆质谱仪测定土壤中的六六六、滴滴涕[J]. 绿色科技，2019，21（10）：122-124.

Zhang Y W，Liu M Y，He G C，et al. Determination of BHC and DDT in soil by ultrasonic extraction in GC-MS/MS[J]. Journal of Green Science and Technology，2019，21（10）：122-124.（in Chinese）

[22] 代敏，李东旭，林诗云，等. 气相色谱-质谱法测定土壤中多环芳烃及有机氯农药[J]. 环境科学导刊，2020，39（2）：90-97.

Dai M，Li D X，Lin S Y，et al. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons and organochlorine pesticides in soil by gas chromatography-triple quadrupoli mass spectrometry[J]. Environmental Science Survey，2020，39（2）：90-97.（in Chinese）

[23] 陈玲，刘霜霜，王锡兰，等. QuEChERS技术净化材料在果蔬农药残留检测中的应用进展[J]. 食品安全质量检测学报，2023，14（3）：1-9.

Chen L，Liu S S，Wang X L，et al. Application progress of QuEChERS technique purify agent in pesticide residue detection of fruit and vegetables[J]. Journal of Food Safety & Quality，2023，14（3）：1-9.（in Chinese）

[24] 蒋林惠，周易枚，陈煜，等. QuEChERS结合LC-MS/MS法在粮谷有机污染物检测中的研究进展[J]. 粮食与食品工业，2021，28（3）：64-68.

Jiang L H，Zhou Y M，Chen Y，et al. Research progress in the detection of grains' organic pollutants by QuEChERS & LC-MS/MS[J]. Cereal & Food Industry，2021，28（3）：64-68.（in Chinese）

[25] GB 23200.113—2026 食品安全国家标准 植物源性食品中242种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法[S].

[26] 朱海花，徐强，冯瑛，等. GC-MS/MS同时测定杭白菊中68种农药残留[J]. 中国现代应用药学，2018，35（11）：1702-1708.

Zhu H H，Xu Q，Feng Y，et al. Simultaneous determination of 68 pesticide residues in *Chrysanthemum morifolium* by GC-MS/MS [J]. Chinese Journal of Modern Applied Pharmacy，2018，35（11）：1702-1708.（in Chinese）

[27] 彭星星，高海军. QuEChERS结合GC-MS/MS检测大米中六六六和滴滴涕残留量的方法建立[J]. 食品与生物技术学报，2025，44（1）：165-172.

Peng X X，Gao H J. Determination of residues of hexachlorocyclohexanes and dichlorodiphenyltrichloroethanes in rice by QuEChERS combined with GC-MS/MS [J]. Journal of Food Science and Biotechnology，2025，44（1）：165-172.（in Chinese）

[28] GB 2763—2026 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量[S].

[29] GB 5009.295—2023 食品安全国家标准 化学分析方法验证通则[S].