

综述

动物源性食品中有机磷农药残留检测技术研究进展

杨立新^{1,2} 苗虹¹ 曾凡刚² 赵云峰¹ 吴永宁¹

(1. 中国疾病预防控制中心营养与食品安全所, 北京 100021;

2. 中国人民大学环境学院, 北京 100872)

摘要:有机磷农药在农业生产中应用广泛, 对环境和人体健康会产生严重威胁。本文从样品提取、净化、检测方法及其测定发展趋势等方面综述了国内外文献中动物源性食品及生物材料中的有机磷农药残留测定方法。

关键词:有机磷农药; 动物源性食品; 样品前处理技术; 检测

中图分类号:TS207.53;S482.33 **文献标识码:**A **文章编号:**1004-8456(2010)03-0284-05

Progress on Detection Methods for Organophosphate Pesticide Residues in Animal Foods

YANG Li-xin, MIAO Hong, ZENG Fan-gang, ZHAO Yun-feng, WU Yong-ning

(National Institute of Nutrition and Food Safety, China CDC, Beijing 100050, China)

Abstract: Organophosphorus pesticides (OPPs) are widely used in agriculture, causing risks for environment as well as for human health. The development trends of extracting and purifying samples and the detection methods for residues of organophosphorus pesticides in biological materials and the food of animal origin were reviewed.

Key words: Organophosphorus Pesticides; Animal Foods; Sample Preparation Technique; Determination

有机磷农药(organophosphorus pesticides, OPPs)为含 C—P、C—O—P、C—S—P 等基团的一类化合物, 由于其高效、广谱、经济、易降解等特点, 成为继有机氯农药之后农业生产中主要使用的农药品种之一^[1]。有机磷农药能够抑制乙酰胆碱酯酶活性, 易对人体或者动物造成急性中毒, 且具有肝、肾、心、肺、生殖、免疫系统及血液毒性, 是一类具有全身多脏器毒性的污染物^[2]。由于有机磷农药的用量大、使用范围广、毒性范围广, 因此对人体健康产生的影响不容忽视。例如 2008 年日本发生的毒饺子事件, 就是由 OPPs 引起的。

中国 GB 2763—2005《食品中农药的最大残留限量》规定了甲胺磷、毒虫畏、乙酰甲胺磷等 13 种有机磷农药在蔬菜及粮谷类产品中的最大残留限量(maximum residue limits, MRLs), GB/T 5009.20—2003《食品中有机磷农药残留量的测定》配套了相关的检测方法。国际食品法典委员会(Codex Alimentarius Commission, CAC)已经提出了甲胺磷、敌敌畏、久效磷、丙线磷等 15 种有机磷农药在动物

源性食品中的 MRLs。我国要制定动物源性食品中有机磷的限量标准, 必须开发出相应的动物源性食品中有机磷农药残留的分析技术。OPPs 易降解且残留量低, 加之样品基质复杂等因素是动物源性食品中有机磷农药残留检测面临的最大难题。本文对动物源性食品中有机磷农药残留的前处理方法与检测技术进行了综述。

1 前处理方法

1.1 提取

有效的提取是得到准确检测结果的重要步骤, 液液萃取是最常用的提取方法之一。Frenich 等^[3]对鸡肉、牛肉、猪肉等基质中的乙酰甲胺磷、二嗪农等有机磷农药残留进行了检测, 并比较了液液萃取、索氏提取、加速溶剂萃取 3 种前处理方式的萃取效率。实验证明, 3 种提取方法回收率均在 97.8% 以上, 但索氏提取费时费力, 加速溶剂萃取设备昂贵, 最后选择液液萃取作为提取方法。不同文献选用的提取液有所不同, 丙酮 + 二氯甲烷(1 + 1, 体积比)^[4]和丙酮 + 二氯甲烷(4 + 3, 体积比)^[5]作为提取液应用较为普遍。由于二氯甲烷毒性较大, Juhler^[6]用乙酸乙酯提取了动物性脂肪中的甲胺磷、对硫磷、内吸磷等 13 种有机磷农药; Mario^[7]以对氨基苯甲酸二乙基醋酸盐溶液作为提取液, 提取了人体组织样品中的敌敌畏、甲胺磷、毒虫畏等 37 种

收稿日期: 2009-09-23

基金项目: 国家科技支撑计划课题(2006BAK02A20)

作者简介: 杨立新 男 硕士生 研究方向为食品安全和环境监测

E-mail: yanglixin241@ruc.edu.cn

通信作者: 苗虹 女 副研究员 E-mail: miaohong0827@

163.com

有机磷农药;GB/T 19650—2006 以环己烷+乙酸乙酯(1+1,体积比)提取动物肌肉中478种农药^[8],其中包括甲胺磷等多种常用有机磷农药,提取效果均较好。

1.2 净化

净化是减少基质影响,提高方法特异性的有效手段。动物源性食品中有机磷农药残留分析净化技术的关键是去除脂肪。由于有机磷农药的稳定性较差,不适合采用传统的浓硫酸除脂净化的方法。凝胶渗透色谱、固相萃取技术和基质分散固相萃取技术,能够在温和的条件下去除动物源性食品中的脂肪分子,是动物源性食品中有机磷农药残留分析的主要净化手段。凝胶渗透色谱分离效果与分子极性无关,因此尤其适用于动物性样品的净化,但是设备比较昂贵,而且有机溶剂耗费量大,环境友好性差。固相萃取技术安全,便捷,有机溶剂耗费量小,但是通用性差,样品处理量小。与前两者相比,基质分散固相萃取技术具有操作简单,溶剂耗费量小,提取效率高等优点,代表了未来净化技术的发展方向。

1.2.1 凝胶渗透色谱法 凝胶渗透色谱(gel-permeation chromatograph, GPC)在动物源性食品中农药残留检测方面是一种成熟、传统的净化技术。GPC技术由Moore于1964年首先研制成功,主要原理是根据不同体积的分子在凝胶色谱柱保留的时间差异,来分离净化目标物。Frenich等^[9]以GPC为净化技术,对鸡、猪、羊等动物肝脏中的有机磷农药残留进行了检测,回收率在70%~110%之间。陈惠京等^[4]采用自制凝胶净化柱,对肉、蛋、牛奶中乐果、久效磷等13种有机磷农药进行了净化,回收率在78.9%~108.2%之间,RSD在3%~12%之间。GB/T 19650—2006《动物肌肉中478种农残及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法》中也以GPC作为样品净化技术^[8]。利用低溶胀、高分辨率的新型凝胶填料,把凝胶渗透色谱技术和固相萃取技术及其他净化技术结合起来等措施,对色素和脂肪的去除效果将更加理想。发展凝胶渗透色谱在线进样技术,以及凝胶渗透色谱、固相萃取、在线浓缩联用技术,会大大简化前处理步骤,是未来的主要发展趋势。由日本岛津公司推出的在线GPC与GC/MS联用装置实现了前处理与检测技术的同步进行,简化了操作,缩短了分析时间。Liu等^[10]采用该设备分析了土豆等农产品中的97种农药残留,回收率在70%~120%之间。J2公司在全自动GPC装置的基础上,推出了GPC-在线浓缩联用以及最新的GPC-在线浓缩-在线固相萃取联用的

全自动装置,大大提高了净化效率,该技术是GPC技术的最新进展,在国内外应用均较少,目前还没有采用此技术的文献报道。

1.2.2 固相萃取法 与凝胶渗透色谱技术相比,固相萃取技术(solid phase extraction, SPE)的主要优点有:有机溶剂用量少、便捷、安全、高效。全自动高通量固相萃取仪的出现,进一步增强了固相萃取技术的处理能力。动物源性食品中有机磷农药残留检测常用的固相萃取柱有C₁₈柱^[11]、PSA柱^[11]、氟罗里硅土(Florisil)柱^[12]、氨基柱^[13]、氧化铝柱^[12]等。其中C₁₈柱对油脂分子的去除效果最为理想,应用也最为广泛,在牛奶^[14]、肌肉^[15]、肝脏^[16]、脂肪^[6]等基质的有机磷农药残留检测中均有应用。为了加强净化效果,可以将不同的SPE柱串联使用,如PSA柱可以去除色素等杂质的干扰,C₁₈柱与PSA柱组合^[11]在动物源性食品中有机磷农药残留检测方面具有较高的通用性。苏建峰^[11]采用该组合检测了猪肉中的63种有机磷农药,回收率在70%~121%之间。Schenck等^[13]利用石墨化碳黑固相萃取柱与氨基固相萃取柱串联去除鸡蛋中的色素和脂肪,检测了28种有机磷农药残留,回收率在61%~149%之间,如果用柱头加放2 ml硫酸盐的Florisil柱则可以净化有机氯农药残留,可以实现有机磷和有机氯农药残留的同时提取,分步净化。

1.2.3 基质固相分散萃取 1989年Barker最早提出基质固相分散萃取化技术(matrix solid-phase dispersion, MSPD)。MSPD浓缩了样品匀化、组织细胞裂解、提取、净化等过程,不需要进行组织匀浆、沉淀、离心等操作步骤,避免了样品的损失。

Liasera等^[16]用C₁₈键合硅胶颗粒作为吸附剂,提取了牛的肌肉组织和肝组织中的毒死蜱、毒虫畏、二嗪农、杀螟硫磷、甲基对硫磷等有机磷农药残留,除了肝脏中毒虫畏的回收率为55%以外,其他有机磷农药回收率均在94%以上,检测限最低可低于100 μg/kg。Lehotay等^[17]用C₁₈和无水硫酸钠作为吸附剂,与氟罗里硅土柱串联,检测了高脂肪含量动物源性食品中的有机磷农药残留,结果表明强极性的有机磷农药回收率较差,中等极性和弱极性的有机磷农药回收率均在100%左右。金珍等^[18]把超声辅助提取和基质分散固相提取的方式相结合,测定鱼肉中的有机磷农药残留,并和传统的基质分散固相萃取技术进行了比较,而且对提取溶剂做了优化,回收率在66.6%~102.2%之间。

1.2.4 其他净化技术 除了以上净化技术外,固相微萃取^[19]、搅拌棒萃取^[20]和超临界流体萃取^[21]在

动物源性食品有机磷农药残留检测方面也有应用。尤其是固相微萃取和搅拌棒萃取,可以实现样品的无扰动分析,能够大幅度的提高萃取效率,可以使检测仪器的灵敏度提高1~2个数量级。如Heleni等^[19]利用搅拌棒萃取和GC-FPD联用设备分析了蜂蜜中的马拉硫磷等5种有机磷农药,检测限在0.013~0.081 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 之间。未来农药残留净化技术将面向简单、高效、安全、经济、环境友好的方向发展。

2 有机磷农药仪器检测方法

有机磷农药的仪器检测方法包括配备各种特异性检测器的气相色谱法^[22]、气质联用法^[7]、液相色谱法^[23]、液质联用法^[24]等。气相色谱法及气相色谱质谱法对于有机磷农药检测是一种成熟可靠的检测技术。配备特异性检测器(如脉冲火焰光度检测器)的气相色谱具有高灵敏度的特点,但是定性准确性较差。以质谱作为检测器,就能了解更多的分子结构信息,大大提高了定性的准确性。液相色谱主要用于生物性样品中的有机磷农药分析,前处理要求比较简单,但是灵敏度较差。液相色谱-质谱及液相色谱-串联质谱技术的应用,提高了检测灵敏度,但是该类检测设备费用昂贵,较少用于有机磷农药检测。

2.1 气相色谱法

气相色谱仪是有机磷农药残留分析中最常用的检测设备,是建立动物源性食品中有机磷农药残留检测的主要技术手段。应用的检测器主要有氮磷检测器(nitrogen phosphorus detector, NPD)、火焰光度检测器(flame photometric detector, FPD)。采用NPD和FPD对动物源性食品中的有机磷农药残留进行检测的报道较多,检测限一般在10~100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 之间^[5,19,25,26]。由于检测器本身结构原因,当采用NPD检测含磷化合物时的色谱峰拖尾现象较严重。

脉冲火焰光度检测器(pulse flame photometric detector, PFPD)是在FPD的基础上发展起来的。PFPD以脉冲点火的方式,利用碳氢化合物和磷、硫离子发出荧光的时间差异,降低了基质的干扰,大幅度提高了仪器的灵敏度。目前PFPD的应用已经比较广泛。Ueno等^[27]采用PFPD分析了41种有机磷农药残留,检测限低于5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。Zrostlikova等^[22]用PFPD检测了动物脂肪中的12种有机磷农药,检测限在10~20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 之间。根据实际经验,对于有机磷农药的检测,PFPD的响应要比NPD和FPD的灵敏度高10倍左右,而且不存在峰型拖尾的现象。

近年来,为了增加传统的气相色谱定性定量的准确性和提高检测能力,在气相色谱方面的新技术发展较快,例如冷柱头程序升温进样口技术^[28]、双进样口双柱双检测器技术^[12]、二维双柱单检测器技术^[29]等。这些新技术的应用进一步提高了气相色谱的分析能力和自动化程度,推动了气相色谱法在动物源性食品中农药残留检测中的应用。

2.2 气相色谱质谱法

气相色谱质谱法(GC-MS)结合了色谱的高效分离能力以及质谱的确证技术,最多可以一次检测100多种化合物,是动物源性食品中有机磷农药残留检测常用的定量方法和确证技术。单四级杆质谱、三重四级杆质谱和离子阱质谱在动物源性食品的有机磷农药残留检测中均有应用^[7,9,17]。通常情况下,电子轰击源(electron bomb ionization, EI)-全扫描模式可以得出化合物的全扫描质谱图,但灵敏度较差,主要用于农药残留的定性分析;选择特征离子扫描(select ionization model, SIM)模式能大大提高检测灵敏度,可以选取4个碎片离子进行监测,其中1个是定量离子,以满足欧盟委员会2002/657/EC^[30]对于化合物确证的要求。

化学源(chemical ionization, CI)的离子碎片不如EI源丰富。Mario等^[7]采用负化学源(negative chemical ionization, NCI)-SIM模式分析了人体肝、肾组织中的甲胺磷、倍硫磷等37种有机磷农药残留,检测限在0.01~0.09 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。Stan^[31]采用CI源的脉冲正负离子化模式,结合了正化学源定量高灵敏度的特点和NCI定性高可靠性的特点,建立了72种有机磷农药残留的确证检测方法。

与GC-MS相比,气相色谱串联质谱技术(GC-MSMS)进一步提高了检测灵敏度,降低了仪器对源模式选择的依赖性。Frenich等^[3]采用EI源的四级杆串联技术检测猪肉、鸡肉、羊肉中的有机磷农药残留,检测限在0.02~0.49 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 之间。

2.3 高效液相色谱法

与气相色谱法相比,高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)在动物源性食品和生物性样品的有机磷农药残留检测中应用比较少。但是有些有机磷农药,不适宜采用气相色谱法,例如敌百虫具有热不稳定性,对硫磷峰在气相色谱上容易形成拖尾等^[24],利用HPLC就可以避免上述现象的发生。电化学检测器^[32]、紫外可见检测器(ultraviolet-visible, UV)^[23]、二极管阵列检测器(diode-array detector, DAD)^[33]在动物源性食品中有机磷农药的检测中都有应用。其中UV和DAD应用更为广泛,检测限也较低。

2.4 液相色谱质谱法

液相色谱质谱法(LC-MS),在有机磷农药检测中也逐步得到了应用,但目前动物源性食品中有机磷农药残留检测方面应用还比较少。Barcelo等^[24]采用热喷雾离子化技术分析鱼肉中的14种有机磷农药,检测限在100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 左右,并且在SIM模式下,就热喷雾正离子化源式和热喷雾负离子化源两种模式的灵敏度进行了对比,结论是TSI-PI源的灵敏度更高;该方法虽然操作简单,检测迅速,但灵敏度相对较差,不适于进行检测限更低的分析。串联质谱技术(MS-MS)的应用更为广泛,谢建军等^[12]建立了5种动物源性食品中丙线磷残留量的检测方法,以LC-MS/MS作为确证技术,检测限可以达到5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。LC-MS/MS在动物源性食品中有机磷农药残留检测领域的应用逐渐增多^[34, 35],为动物源性食品中的有机磷农药的检测提供了可靠的定性定量手段。

2.5 其他检测方法

毛细管电泳技术具有高分离效率、小进样量、分析速度快和低试剂耗费等优点。毛细管电泳电感耦合等离子体质谱仪技术在有机磷农药残留检测中不断得到应用。Wuilloud等^[36]运用毛细管电泳技术检测了草铵磷、草甘膦、氨基磷酸等农药残留,其检测限在110~190 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 之间。Yang等^[37]采用毛细管电泳技术分析乐果、敌百虫、草甘膦等3种有机磷农药,检测限在20~50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 之间。毛细管电泳法的灵敏度较差,设备费用较高,其在农药残留检测中的应用相对较少。

3 结语

在动物源性食品的有机磷农药残留检测中,前处理方法至关重要,由于凝胶渗透色谱技术的稳定性和可靠性,未来仍将是动物源性食品中农药残留分析前处理的主导技术。在检测技术方面,随着国际食品法典限量标准和毒理学数据日益完善,要求检测种类越来越多,开发高灵敏的多残留同时检测技术是未来的发展趋势,对于维护我国的食品安全以及在国际贸易中的合法权益也具有重要的意义。

参考文献

- [1] 李建科,李引乾. 食品毒理学[M]. 北京:中国计量出版社, 2007:277-283.
- [2] RAGNARSDOTTIR K V. Environmental fate and toxicology of organophosphorus pesticides [J]. Geol Soc, 2000, 157: 859-876.
- [3] FRENICH A G, VIDAL J L M, SICILIA A D, et al. Multiresidue analysis of organochlorine and organophosphorus pesticides in muscle of chicken, pork and lamb by gas chromatography - triple quadrupole mass spectrometry [J]. Ana Chim Acta, 2000, 558:42-52.
- [4] 陈惠京,王绪卿. 动物源性食品中有机磷农药多组分残留测定方法的研究[J]. 中华预防医学杂志, 2000, 34:171-173.
- [5] 郑姗姗,李重九,毕陶桃,等. 鸡肉和鸡肝中有机磷农药残留的检测[J]. 中国畜牧兽医, 2008, 35:146-149.
- [6] JUHLER R K. Optimized method for the determination of organophosphorus pesticides in meat and fatty matrices [J]. J Chromatogr A, 1997, 786:145-153.
- [7] RUSSO M V, CAMPANELLA L, AVINO P. Determination of organophosphorus pesticide residues in human tissues by capillary gas chromatography-negative chemical ionization mass spectrometry analysis [J]. J Chromatogr B, 2002, 780:431-441.
- [8] 秦皇岛出入境检验检疫局. GB/T 19650—2006 动物肌肉中478种农残及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法[S]. 北京:中国标准出版社, 2006.
- [9] FRENICH A G, BOLANOS P P, MARTINEZ VIDAL J L. Multiresidue analysis of pesticides in animal liver by gas chromatography using triple quadrupole tandem mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2007, 1153:194-202.
- [10] LIU L B, YANG H S, QIN Y P. Development of automate gel permeation chromatography-gas chromatography mass spectrometry for measuring multiresidual in agricultural products [J]. J Chromatogr B, 2007, 845:61-68.
- [11] 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, 27:1298-1302.
- [12] 谢建军,陈捷,王岚,等. 气相色谱及液质联用法检测和确证5种动物食品中丙线磷残留量[J]. 检验检疫科学, 2008, 4(18):34-37.
- [13] SCHENCK F J, DONOGHUE D J. Determination of organochlorine and organophosphorus pesticide residues in eggs using a solid phase extraction cleanup [J]. Agric Food Chem, 2000, 48:6412-6415.
- [14] PAGLIUCA G, GAZZOTTI T, ZIRONI E, et al. Residue analysis of organophosphorus pesticides in animal matrices by dual column capillary gas chromatography with nitrogen - phosphorus detection [J]. J Chromatogr A, 2005, 1071:67-70.
- [15] ERNEY D R. Determination of organophosphorus pesticides in whole /chocolate/skim-milk and infant formula using solid-phase extraction with capillary gas chromatography flame photometric detection [J]. J High Resolut Chromatogr, 1998, 18:59-62.
- [16] LIASERA M P, REYES-REYES M L. A validated matrix solid-phase dispersion method for the extraction of organophosphorus pesticides from bovine samples [J]. Food Chem, 2009, 114: 1510-1516.
- [17] LEHOTAY S J, MASTOVAKA K, YUN S J. Evaluation of two fast and easy methods for pesticide residue analysis in fatty food matrices [J]. J AOAC Int, 2005, 88:630-638.
- [18] 金珍,金竹光. 气相色谱-负化学离子源质谱法测定鱼肉中残留农药[J]. 理化检验-化学分册, 2008, 44:1141-1144.
- [19] HELENI T, THEODORIDIS G, NIKOAO S R, et al. Solid phase microextraction gas chromatographic analysis of organophosphorus pesticides in biological samples [J]. J Chromatogr B, 2005, 822: 194-200.
- [20] YU Chun-he, HU Bin. Sol - gel polydimethylsiloxane/poly

- (vinylalcohol)-coated stir bar sorptive extraction of organophosphorus pesticides in honey and their determination by large volume injection GC[J]. J Sep Sci, 2009, 32:147-153.
- [21] NAM K, KING J W. Coupled SFE/SFC/GC for the trace analysis of pesticide residues in fatty food samples[J]. J High Resolut Chromatogr, 1994, 17:577-582.
- [22] ZROSTLIKOVÁ J, LEHOTAY S J, HAJŠLOVÁ J, et al. Simultaneous analysis of organophosphorus and organochlorine pesticides in animal fat by gas chromatography with pulsed flame photometric and micro-electron capture detectors[J]. J Sep Sci, 2002, 25:527-537.
- [23] DÍAZ A N, PAREJA A G, SANCHEZ F G, et al. Liquid and gas chromatographic multi-residue pesticide determination in animal tissues[J]. J Pestic Sci, 1997, 49:56-64.
- [24] BARCELO D. Application of thermospray liquid chromatography/mass spectrometry for determination of organophosphorus pesticides and trialkyl and triaryl phosphates[J]. Biomed Environ Mass Spectr, 1988, 17:363-369.
- [25] 赵秋香, 郑志雯, 张峥, 等. 气相色谱法测定鱼和肉中有机磷农药残留量[J]. 理化检验-化学分册, 2004, 40(3):150-154.
- [26] SALAS J H, GONZALEZ M M, PEREZ N A, et al. Organophosphorus pesticide residues in mexican commercial pasteurized milk[J]. Agric Food Chem, 2003, 51:4468-4471.
- [27] UENO E, OSHIMA H, SAITO I, et al. Determination of organophosphorus pesticide residues in onion and Welsh onion by gas chromatography with pulsed flame photometric detector[J]. J Pestic Sci, 2003, 28:422-428.
- [28] STAN H J, MULLER H M. Evaluation of automated and manual hot-splitless, cold-splitless (PTV), and on-column injection technique using capillary gas chromatography for the analysis of organophosphorus pesticides[J]. J High Resolut Chromatogr, 1988, 11:140-143.
- [29] STAN H J, MROWETZ D. Residue analysis of organophosphorus pesticides in food with two-dimensional gas chromatography using capillary columns and flame photometric detection[J]. J High Resolut Chromatogr, 1983, 6(5):255-263.
- [30] Commission of the European Communities, Council Directive 2002/657/EC implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results (2002) [S]. Official Journal of the European Communities No. L221.
- [31] STAN H J, KELLNER G. Confirmation of organophosphorus pesticide residues in food applying gas chromatography/mass spectrometry with chemical ionization and pulsed positive negative detection[J]. Biomed Environ Mass Spectr, 1989, 18:645-651.
- [32] PINTO C G, PEREZ J L, CORDERO B M. Cloud point preconcentration and high-performance liquid chromatographic determination of organophosphorus pesticides with dual electrochemical detection[J]. Anal Chem, 1995, 67:2606-2612.
- [33] IOERGER B P, SMITH S J. Multiresidue method for the extraction and detection of organophosphate pesticides and their primary and secondary metabolites from beef tissue using HPLC[J]. Food Chem, 1999, 41:303-307.
- [34] SALM P, TAYLOR P J, ROBERTS D, et al. Liquid chromatography-tandem mass spectrometry method for the simultaneous quantitative determination of the organophosphorus pesticides dimethoate, fenthion, diazinon and chlorpyrifos in human blood[J]. J Chromatogr B, 2009, 877:568-574.
- [35] PAMG G F, CAO Y Z, ZHANG J J, et al. Validation study on 660 pesticide residues in animal tissues by gel permeation chromatography cleanup/gas chromatography - mass spectrometry and liquid chromatography - tandem mass spectrometry[J]. J Chromatogr A, 2006, 1125:1-30.
- [36] WUILLOUD R G, SHAH M, KANNAMKUMARATH S S, et al. The potential of inductively coupled plasma-mass spectrometric detection for capillary electrophoretic analysis of pesticides[J]. Electrophoresis, 2005, 26:1598-1605.
- [37] YANG G D, XU X Q, SHEN M C, et al. Determination of organophosphorus pesticides by capillary electrophoresis inductively coupled plasma mass spectrometry with collective sample introduction technique[J]. Electrophoresis, 2009, 30:1718-1723.

请示批复

卫生部办公厅关于食品安全企业标准备案有关问题的复函

卫办监督函[2010] 245号

广西壮族自治区卫生厅:

你厅《关于胶囊剂型普通食品企业标准备案有关问题的请示》(桂卫报[2010]26号)收悉。经研究,现函复如下:

根据《食品安全法》和《食品安全企业标准备案办法》规定,食品生产企业制定食品安全企业标准应当符合相关法律法规和标准的规定,食品名称应当符合《预包装食品标签通则》(GB 7718—2004)的规定。对不符合相关规定的企业标准,应当不予备案。

专此函复。

二〇一〇年四月六日