

论著

牛奶中有机氯农药及拟除虫菊酯农药多残留的 HS - SPME - GC - MS 分析方法研究

朱捷^{1,2} 杨欣² 封锦芳³ 施志雄^{2,3} 赵云峰² 周艳明¹ 吴永宁²

(1. 沈阳农业大学食品科学院, 辽宁 沈阳 110161; 2. 中国疾病预防控制中心营养与食品安全所, 北京 100050; 3. 首都医科大学公共卫生与家庭医学院, 北京 100069)

摘要:目的 建立牛奶中有机氯农药和拟除虫菊酯类农药的快速多残留测定方法。方法 以顶空固相微萃取作为前处理手段,采用气相色谱-质谱联用方法测定牛奶样品中31种农药组分(其中有机氯农药23种,拟除虫菊酯类农药8种),并以¹³C₆-六氯苯和¹³C₁₀-灭蚊灵作为稳定的同位素内标物,采用内标法定量。结果 方法的最低检测限在0.002~0.2 μg/L之间,回收率在85%~110%之间,相对标准差在3%~12%之间。结论 该方法快速、简单、准确、可靠、环保。适用于批量牛奶样品中农药残留的筛查。

关键词:除虫菊酯类;农药;烃类;氯化;碎片质谱法;化学;分析;乳

Headspace Solid-Phase Microextraction Combined with Gas Chromatography Mass Spectrometry for Determination of Organochlorine and Pyrethroid Pesticides in Milk

ZHU Jie, YANG Xin, FENG Jin-fang, SHI Zhi-xiong, ZHAO Yun-feng, ZHOU Yan-ming, WU Yong-ning
(College of Food Science, Shenyang Agriculture University, Liaoning Shenyang 110161, China)

Abstract: Objective A rapid method was developed for multi-residues determination of organochlorine and pyrethroids pesticides. **Method** Headspace solid-phase microextraction (HS-SPME) was used as sample pretreatment method for extraction and concentration. Gas chromatography with mass spectrometry detection (GC-MSD) was used to analyze 31 pesticides (included 23 organochlorine pesticides and 8 pyrethroids) in milk. Two stable isotope compounds, ¹³C₆ labeled hexachlorobenzene and ¹³C₁₀ labeled mirex, were used as internal standards for the quantification. **Results** The method showed good recoveries (range from 85% to 110%) and repeatability (RSD < 12%) for all compounds, with detection limits ranging from 0.002 to 0.2 μg/L. **Conclusion** As the analytical procedure does not include any concentration or cleanup steps, it is easy and fast to perform, making it applicable for analysis in pesticides monitoring programmes in milk.

Key word: Pyrethrins; Pesticides; Hydrocarbons, Chlorinated; Mass Fragmentography; Chemistry, Analytical; Milk

自20世纪60年代发现有机氯农药高残留和污染环境以来,这类农药已在世界大多数国家被禁止使用,但由于其化学性质极为稳定,依然会通过食物途径对人类形成危害^[1]。所以有机氯农药的替代品之一,拟除虫菊酯类农药在农业生产中得到了广泛应用,这类农药虽然施用量较小、易生物降解、残留期较短,但由于其对病菌、害虫、杂草等具有更强的杀伤作用,因此对哺乳动物的伤害不容忽视。目前世界许多国家都对有机氯及拟除虫菊酯农药的最高残留限量作了严格的规定^[2]。

食品中有机氯及拟除虫菊酯农药的多残留检测

方法始终是研究人员关注的热点领域,其样品的前处理常采用固液萃取^[3]、凝胶渗透色谱技术^[4,5]或固相萃取^[6,7]等方法净化,需要消耗大量有机溶剂,操作繁琐,耗时费力。固相微萃取(Solid phase microextraction, SPME)是1989年由Pawliszyn首先发明的一种简便、快捷、不使用有机溶剂的样品制备及前处理技术,克服了以前传统样品前处理技术的缺点,集萃取、浓缩、进样为一体,并且易于实现自动化处理,克服了传统样品前处理技术的缺点^[8,9]。早期SPME技术主要用于环境样品的检测,如水、土壤等^[10,11],近年来,随着SPME的发展,也开始应用于基质较为复杂的食品样品及生物体液样品。

本研究采用气相色谱-质谱联用法(GC-MSD)在选择离子检测模式(SIM)下建立了23种有机氯农药和8种拟除虫菊酯的多残留检测方法,并加入¹³C₁₀-灭蚊灵和¹³C₆-六氯苯2种同位素内标物,

基金项目:国家“十五”科技攻关重大项目《食品安全关键技术研究》
重要有机污染物痕量与超痕量检测技术的研究
(2001BA804A19和2001BA804A45)

作者简介:朱捷 男 硕士生

通讯作者:吴永宁 男 研究员 博士生导师

采用内标法定量,提高了方法的稳定性及可靠性。在样品前处理方法上,采用了固相微萃取技术,不但缩短了分析时间,而且减少了有机溶剂使用量,降低了化学分析对环境带来的污染。

1 材料与方法

1.1 仪器和设备 QP2010 plus 气相色谱-质谱联用仪(日本岛津公司)、色谱柱:Rxi-5MS 石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm,美国 Restex 公司);SPME 手柄及萃取头,购自 Supelco (Bellefonte, PA, USA),选用聚丙烯酸酯(PA, 85 μm)萃取头;15 ml 顶空萃取瓶及配套瓶盖,压盖钳,购自美国 Varian 公司;磁力搅拌和加热装置,购自美国 Corning 公司;涡旋振荡器(Vortex-2 GENIE, Scientific Industries)、纯水机(EASY pure[®] UV/UF)、高纯氮 纯度 > 99.999% (北京氮普北分气体工业有限公司)。

1.2 材料与试剂

1.2.1 农药标准品 23 种农药标准品(-六六六、-六六六、-六六六、-六六六、六氯苯、五氯硝基苯、七氯、艾氏剂、环氧七氯、丙烯菊酯、反式氯丹、顺式氯丹、*p,p'*-DDE、狄氏剂、异狄氏剂、*p,p'*-DDD、*o,p'*-DDT、*p,p'*-DDT、顺式九氯、反式九氯、胺菊酯、甲氰菊酯、灭蚁灵、纯度均 > 99%) 购自于 Sigma (St. Louis, MO, USA); 另外 8 种农药标准品(百菌清、八氯二丙醚、三氯杀螨醇、苯醚菊、联苯菊酯、-氯氟氰菊酯、顺式氯菊酯、反式氯菊酯、纯度均 > 98%) 购自于 Dr. Ehrenstorfer (Augsburg, Germany)。

1.2.2 同位素内标标准品 ¹³C₁₀-灭蚁灵 标准品(¹³C₁₀-mirex; 100 mg/L、¹³C₆-六氯苯 标准品(¹³C₆-HCB; 100 mg/L), (Cambridge Isotope Laboratories, USA)。

1.2.3 试剂 正己烷 色谱纯(英国 Fisher 公司)、氯化钠 分析纯(北京化学试剂公司)。

1.3 标准品配制

1.3.1 农药标准单标储备液 分别准确称取一定量农药标准品,用少量苯溶解后,转移至于 10 ml 容量瓶中,用正己烷定容至刻度,-20℃ 保存。

1.3.2 农药混合标准工作液 量取适量单标储备液,混和并用正己烷稀释,制得混合标准工作液,-4℃ 保存。工作液中各农药组分浓度为:-六六六、-六六六、-六六六、五氯硝基苯、七氯、环氧七氯、艾氏剂、狄氏剂、异狄氏剂、八氯二丙醚、三氯杀螨醇均为 2 mg/L,丙烯菊酯、六氯苯、*p,p'*-DDE、*p,p'*-DDD、*o,p'*-DDT 和 *p,p'*-DDT 均为 1 mg/L,顺式氯丹、反式氯丹、顺式九氯、反式九氯和

灭蚁灵均为 0.5 mg/L,百菌清、-六六六、胺菊酯、甲氰菊酯、苯醚菊、联苯菊酯、-氯氟氰菊酯、顺式氯菊酯、反式氯菊酯均为 4 mg/L。

1.3.3 同位素内标工作液 分别准确移取 ¹³C₁₀-mirex 和 ¹³C₆-HCB 同位素内标标准(100 mg/L) 0.6 ml,用正己烷定容至 10.00 ml,配制成 6.0 mg/L 的标准工作液,-4℃ 保存。

1.4 空白样品 市售三元牌全脂巴氏杀菌奶经检测未检出目标农药,本实验中用做空白样品。4℃ 下保存,取样时置于室温下 1 h 后再量取。

1.5 试样的提取与检测 取 15 ml 顶空萃取瓶,准确加入 5 ml 牛奶、5 μl 同位素内标液、1.3 g NaCl,放入磁力搅拌子,用瓶盖(带聚四氟乙烯内膜)盖紧密封,涡旋振荡器上振荡 20 s 后,置于 4℃ 下过夜,实验前 20 min 取出室温放置。加入标准品后,在 90℃ 下提取 50 min。待萃取结束后,马上将萃取头移至气相色谱进样口,260℃ 解析 5 min,进样,GC-MS 分析。

1.6 气相色谱-质谱联用分析

1.6.1 色谱条件 进样口温度 260℃;载气为高纯氮,柱流量 1.0 ml/min,隔垫吹扫流量 3 ml/min;进样方式为不分流进样,进样时间 1 min(1 min 后分流比为 6);升温程序:初始温度 50℃,保持 1 min,以 30℃/min 升温至 150℃,再以 5℃/min 升温至 185℃,保持 4 min,最后以 10℃/min 升温至 280℃,保持 6 min,总程序时间 30.83 min。

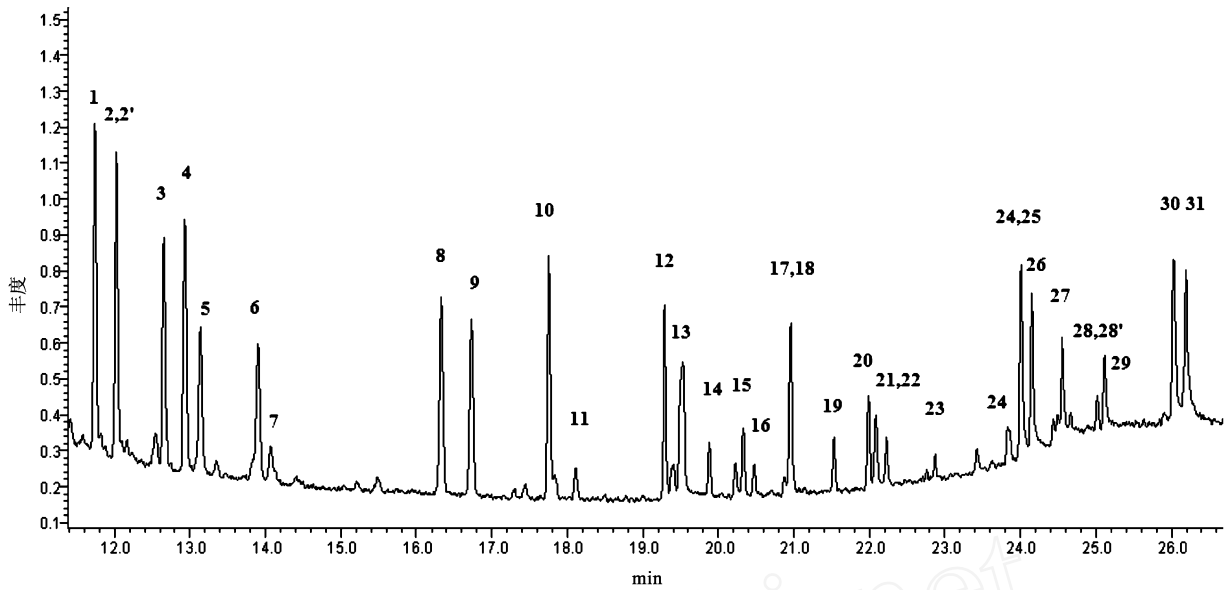
1.6.2 质谱条件 离子化方式 电子轰击(EI),能量为 70 eV;离子源温度:220℃;接口温度:220℃;分析器电压:调谐电压 +0.3 kV;溶剂延迟:11.5 min。以全扫描模式(scan mode)确定各农药组分及内标物的保留时间并确定各农药组分及内标的定性、定量离子,质量扫描范围 50~450 u。定量分析时采用离子模式检测,以峰面积定量。

2 结果与分析

2.1 固相微萃取样品前处理方法 根据条件优化实验^[12],最终确定了最佳萃取条件为:采用聚丙烯酸酯(PA, 85 μm)作为萃取头,加入 1.3 g 的氯化钠,在 90℃ 的水浴中萃取 50 min,260℃ 解析 5 min。

2.2 待测农药的确认 31 种农药标准品以及 2 种同位素内标物在给定的色谱条件和质谱参数下,采用全扫描质谱(SCAN)采集信号,得到的所有目标化合物一级质谱图与 NIST05 库进行了对比,匹配度均高于 90。根据保留时间和相对丰度比对各目标化合物进行定性确认。图 1 为 31 种农药标准品以及 2 种同位素内标物的总离子流色谱图(TIC)。

由图 1 可见,有些目标化合物在 TIC 图中未分



(1. - 六六六, 2. 六氯苯, 2' : ¹³C₆- 六氯苯, 3. - 六六六, 4. 林丹, 5. 五氯硝基苯, 6. - 六六六, 7. 百菌清, 8. 七氯, 9. 八氯二丙醚, 10. 艾氏剂, 11. 三氯杀螨醇, 12. 环氧七氯, 13. 丙稀菊酯, 14. 反式氯丹, 15. 顺式氯丹, 16. 反式九氯, 17. *p, p* - DDE, 18. 狄氏剂, 19. 异狄氏剂, 20. *p, p* - DDD, 21. *o, p* - DDT, 22. 顺式九氯, 23. *p, p* - DDT, 24. 胺菊酯, 25. 联苯菊酯, 26. 甲氰菊酯, 27. 苯醚菊酯, 28. 灭蚊灵, 28' : ¹³C₁₀- 灭蚊灵, 29. - 氯氟氰菊酯, 30. 顺式氯菊酯, 31. 反式氯菊酯)

图 1 31 种农药标准品以及 2 种同位素内标物的总离子流色谱图

离,通过质谱的 SIM 模式,提取出目标化合物的几个特征离子,并根据特征离子的丰度比定性。31 种农

药及 2 种同位素内标物的保留时间、特征离子及其相对丰度比列于表 1。

表 1 待测农药及内标物工作溶液的浓度、保留时间、定量离子、定性离子及其丰度比

编号	分析目标物	保留时间 (t _R /min)	定量离子 (相对丰度比 %)	定性离子 (相对丰度比 %)		编号	分析目标物	保留时间 (t _R /min)	定量离子 (相对丰度比 %)	定性离子 (相对丰度比 %)	
				Q1	Q2					Q1	Q2
1	HCH- alpha (- 六六六)	11.720	181(100)	183(94)	185(75)	18	Dieldrin (狄氏剂)	20.942	263(100)	261(63)	265(73)
2	HCB(六氯苯)	12.003	284(100)	286(78)	288(45)	19	Endrin (异狄氏剂)	21.509	263(100)	261(61)	265(67)
2'	¹³ C ₆ - HCB (¹³ C ₆ - 六氯苯)	11.993	290(100)	292(62)	294(24)	20	<i>p, p</i> - DDD(对对 - 滴滴滴)	21.972	235(100)	237(65)	239(23)
3	HCH- beta (- 六六六)	12.630	219(100)	217(77)	221(50)	21	<i>o, p</i> - DDT(邻对 - 滴滴涕)	22.062	235(100)	237(64)	239(23)
4	Lindane (林丹)	12.907	219(100)	217(78)	221(48)	22	<i>cis</i> - Nonachlor (顺式九氯)	22.077	409(100)	407(98)	411(61)
5	PCNB(五氯硝基苯)	13.112	237(100)	235(63)	239(60)	23	<i>p, p</i> - DDT(对对 - 滴滴涕)	22.851	235(100)	237(64)	239(24)
6	HCH- delta (- 六六六)	13.870	181(100)	183(98)	185(34)	24	Teramethrin (胺菊酯)	23.838	164(100)	81(23)	123(26)
7	Chlorothalonil (百菌清)	14.105	266(100)	264(77)	268(49)			23.981	164(100)	81(23)	123(50)
8	HEPT(七氯)	16.302	272(100)	270(55)	274(80)	25	Bifenthrin (联苯菊酯)	23.993	181(100)	166(35)	182(16)
9	S 421(八氯二丙醚)	16.699	130(100)	132(94)	134(31)	26	Fenprothrin (甲氰菊酯)	24.127	181(100)	125(83)	265(48)
10	Aldrin (艾氏剂)	17.728	263(100)	261(66)	265(67)	27	Phenothrin (苯醚菊酯)	24.462	183(81)	123(100)	81(32)
11	Dicofol (三氯杀螨醇)	18.090	139(100)	141(62)	250(23)			24.533	183(68)	123(100)	81(42)
12	HCE(环氧七氯)	19.270	353(100)	351(53)	355(84)	28	Mirex (灭蚊灵)	25.005	272(100)	270(55)	274(79)
13	Allenthin (丙稀菊酯)	19.386	123(100)	91(35)	136(24)	28'	¹³ C ₁₀ - Mirex (¹³ C ₁₀ - 灭蚊灵)	24.994	277(100)	275(60)	279(76)
		19.504	123(100)	91(30)	136(21)	29	Lambda - Cyhalothrin (- 氯氟氰菊酯)	25.091	181(100)	141(63)	197(81)
14	<i>trans</i> - Chlordane (反式氯丹)	19.860	373(100)	371(45)	375(89)	30	<i>cis</i> - Permethrin (顺式氯菊酯)	25.988	183(100)	163(20)	165(18)
15	<i>cis</i> - Chlordane (顺式氯丹)	20.307	373(100)	371(45)	375(89)	31	<i>trans</i> - Permethrin (反式氯菊酯)	26.155	183(100)	163(28)	165(27)
16	<i>trans</i> - Nonachlor (反式九氯)	20.453	409(100)	407(98)	411(61)						
17	<i>p, p</i> - DDE(对对 - 滴滴依)	20.919	318(100)	316(78)	320(48)						

2.3 方法的线性范围及检出限 为了消除基质干扰,标准系列溶液均用空白牛奶配制。向5 ml空白牛奶中分别准确地加入1、2、5、10、20、50 μl 的31种农药混合标准溶液,以及5 μl $^{13}\text{C}_{10}$ - mirex 和5 μl $^{13}\text{C}_6$ - HCB 同位素内标工作液。按出峰顺序,在 p,p' - DDD 之前出峰的采用 $^{13}\text{C}_6$ - 六氯苯作为内标物,之后出峰的采用 $^{13}\text{C}_{10}$ - 灭蚁灵作为内标物。按前面所讨论的条件重复进行5次试验,得出各种农药的含

量对峰面积比值的校正曲线,其中28种农药线性方程的相关系数均大于0.99,另外3种的大于0.98,均表现出良好的线性关系。按 $S/N=3$ 计算目标化合物的检出限(LOD),各目标物的LOD值均低于0.2 $\mu\text{g/L}$,最低的氯丹可达0.002 $\mu\text{g/L}$ 。结果见表2。

2.4 回收率及方法精密度 在回收率试验中,采用高低2个加标水平来考察方法的回收率。向空白试样中分别添加2 μl 和40 μl 混合标准溶液(加标浓度

表2 农药的线性范围、检出限、回归方程、回收率及精密度

编号	检出限 LOD ($\mu\text{g/L}$)	工作曲线($n=5$)			加标回收试验			
		线性范围 ($\mu\text{g/L}$)	回归方程	R	低水平($n=6$)		高水平($n=6$)	
					加标水平 ($\mu\text{g/L}$)	回收率(%) ($\bar{x} \pm RSD$)	加标水平 ($\mu\text{g/L}$)	回收率(%) ($\bar{x} \pm RSD$)
1	0.02	0.4~20	$y=277.53x+1476.99$	0.9994	0.8	90 \pm 8.2	16	92 \pm 6.7
2	0.006	0.2~10	$y=799.89x+5800.03$	0.9983	0.4	95 \pm 5.1	8	92 \pm 4.5
3	0.02	0.4~20	$y=188.99x+4308.46$	0.9924	0.8	89 \pm 6.6	16	94 \pm 6.1
4	0.02	0.4~20	$y=233.57x-2254.69$	0.9989	0.8	90 \pm 5.1	16	93 \pm 6.0
5	0.05	0.4~20	$y=76.15x-262.55$	0.9994	0.8	103 \pm 7.1	16	106 \pm 5.8
6	0.14	0.8~40	$y=149.15x-6098.19$	0.9819	1.6	86 \pm 11.3	32	86 \pm 10.1
7	0.20	0.8~40	$y=80.00x+1522.15$	0.9870	1.6	85 \pm 11.9	32	90 \pm 10.7
8	0.06	0.4~20	$y=148.68x-3272.73$	0.9946	0.8	105 \pm 9.7	16	93 \pm 8.6
9	0.08	0.4~20	$y=158.36x-4976.03$	0.9943	0.8	95 \pm 7.3	16	104 \pm 5.7
10	0.05	0.4~20	$y=141.60x-927.79$	0.9986	0.8	91 \pm 8.2	16	93 \pm 7.0
11	0.09	0.4~20	$y=38.48x+1068.70$	0.9955	0.8	104 \pm 9.6	16	101 \pm 6.1
12	0.08	0.4~20	$y=22.08x-510.02$	0.9933	0.8	90 \pm 7.4	16	88 \pm 7.9
13	0.05	0.4~20	$y=334.18x-23200.73$	0.9905	0.8	93 \pm 6.1	16	90 \pm 4.2
14	0.002	0.1~10	$y=243.65x-2279.85$	0.9964	0.2	94 \pm 6.5	4	102 \pm 4.2
15	0.002	0.1~10	$y=296.15x-3074.99$	0.9911	0.2	104 \pm 8.4	4	101 \pm 7.3
16	0.003	0.1~10	$y=127.79x-1411.59$	0.9913	0.2	108 \pm 8.8	4	105 \pm 6.1
17	0.01	0.2~10	$y=81.45x-6462.22$	0.9975	0.4	88 \pm 11.2	8	90 \pm 8.0
18	0.04	0.4~20	$y=41.75x-876.03$	0.9916	0.8	91 \pm 9.1	16	96 \pm 6.1
19	0.07	0.4~20	$y=9.89x-281.25$	0.9877	0.8	86 \pm 11.6	16	104 \pm 10.1
20	0.02	0.2~10	$y=69.91x-792.13$	0.9935	0.4	92 \pm 7.2	8	95 \pm 6.1
21	0.02	0.2~10	$y=71.72x-2325.73$	0.9917	0.4	81 \pm 9.4	8	92 \pm 7.7
22	0.003	0.1~10	$y=77.22x-836.03$	0.9905	0.2	107 \pm 8.7	4	103 \pm 6.9
23	0.04	0.2~10	$y=27.02x-716.54$	0.9947	0.4	89 \pm 7.3	8	95 \pm 5.6
24	0.09	0.8~40	$y=84.59x-1361.93$	0.9920	1.6	90 \pm 10.1	32	88 \pm 8.2
25	0.10	0.8~40	$y=93.82x-520.10$	0.9903	1.6	86 \pm 7.4	32	91 \pm 6.2
26	0.13	0.8~40	$y=29.46x+303.41$	0.9912	1.6	91 \pm 8.5	32	89 \pm 7.4
27	0.11	0.8~40	$y=83.04x+245.80$	0.9962	1.6	94 \pm 7.7	32	95 \pm 6.6
28	0.005	0.1~10	$y=123.10x-800.91$	0.9914	0.2	104 \pm 5.3	4	96 \pm 3.4
29	0.18	0.8~40	$y=25.03x+229.11$	0.9926	1.6	90 \pm 10.2	32	86 \pm 8.4
30	0.10	0.8~40	$y=102.85x+431.70$	0.9932	1.6	88 \pm 9.1	32	93 \pm 7.6
31	0.10	0.8~40	$y=103.94x+1040.30$	0.9943	1.6	90 \pm 8.4	32	91 \pm 7.1

分别为低、高 2 个水平,具体数值见表 2)及 5 μL 内标溶液(加标浓度为 0.6 $\mu\text{g/L}$),充分混合后,根据前面确定的条件进行测定,实验所得结果见表 2,回收率在 70%~120%之间。

3 结论

本研究采用气相色谱-质谱联用法建立了 31 种有机氯农药和拟除虫菊酯类农药的同时检测方法。以 HS-SPME 作为样品的前处理方法,不使用有机溶剂,集提取浓缩于一体,大大降低了检测时间并且提高了分析效率。利用稳定性同位素做内标化合物,保留时间及目标化合物特征碎片离子的丰度比进行定量分析和定性确证,方法简单、快速、灵敏、可靠、环保,适宜于批量样品的快速筛选。由于固相微萃取头的纤维膜很薄,可萃取的样品量有限,因此方法的线性范围比较窄,只适于小量样品的痕量检测。

参考文献

- [1] 吴永宁. 现代食品安全科学[M]. 北京:化学工业出版社,2003:59-62.
- [2] 林维宣. 各国食品中农药兽药残留限量规定[M]. 大连:大连海事大学出版社,2002:21-177.
- [3] AHLADA-SARLIS P, LIAPIS K S, MILISDIS G E, et al. Study of procymidone and propargite residue levels resulting from application to greenhouse tomatoes[J]. Environ Contam Toxicol,1994,52:135.

- [4] GRETCH F M, ROSEN J D. Automated sample clean-up for pesticide multiresidue analysis[J]. Assoc Off Anal Chem,1987,67:773-775.
- [5] 李樱,储晓刚,仲维科,等. 凝胶渗透色谱-气相色谱同时测定糙米中拟除虫菊酯、有机氯农药和多氯联苯的残留量[J]. 色谱,2004,22(5):551-554.
- [6] 刘永波,贾立华,牛淑妍,等. 固相萃取-气相色谱-质谱联用法快速检测蔬菜水果中 44 种有机氯和拟除虫菊酯多残留的研究[J]. 分析化学,2005,33(2):290.
- [7] JONG KI HONG, HYE YOUNG KIM, DO-GYUN KIM, et al. Rapid determination of chlorinated pesticides in fish by freezing-lipid filtration, solid-phase extraction and gas chromatography-mass spectrometry[J]. J Chromatogr A,2004,1038:27-35.
- [8] PAWLISZYN J. Sample preparation: Quo Vadis[J]. Anal Chem,2003,75:2543.
- [9] BELARDI R G, PAWLISZYN J. The application of chemically modified fused silica fibers in the extraction of organics from water matrix samples and their rapid transfer to capillary columns[J]. Water Pollut Res J Can,1989,24:179.
- [10] TOMKINSA B A, BARNARD A R. Determination of organochlorine pesticides in ground water using solid-phase microextraction followed by dual-column gas chromatography with electron-capture detection[J]. J Chromatogr A,2002,964:21-33.
- [11] NATALIA CAMPILLO, ROSA PENALVER, NEREA AGUINAGA, et al. Solid-phase microextraction and gas chromatography with atomic emission detection for multiresidue determination of pesticides in honey[J]. Anal Chim Acta,2006,562:9-15.
- [12] 朱捷,杨欣,吴永宁,等. 牛奶中有机氯及拟除虫菊酯类农药多残留检测中固相微萃取前处理方法的优化. 待发表

[收稿日期:2007-03-08]

中图分类号:R15;TQ450.263;TS252.1 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2007)04-0289-05

消息

2007 年高血压日主题——“健康膳食、健康血压”

世界高血压联盟(WHL)确定每年 5 月 17 日为世界高血压日,今年的主题为“健康膳食、健康血压”。今年 10 月 8 日是我国第十个全国高血压日,主题与世界高血压日相同。

随着社会经济的发展,我国城乡居民生活方式发生了较大变化,一方面城乡居民的膳食、营养状况有了明显改善,营养不良和营养缺乏相关疾病继续下降,另一方面膳食结构不尽合理,营养不平衡,引起相关疾病增加。

2002 年中国居民营养与健康状况调查结果显示,高肉类及油脂类消费过多,谷类食物偏低;蔬菜、水果、豆类及其制品、奶类及其制品摄入量较低,达不到膳食指南推荐量的 20%;城市居民每人每日油脂消费量由 1992 年的 37 克增加到 44 克,脂肪供能比达到 35%,超过世界卫生组织的 30%上限,由于营养失衡和不良生活方式引起的慢性病患者率大幅度上升。2002 年,我国 18 岁及以上居民高血压患病率为 18.8%,估计全国高血压 1.6 亿人,比 1991 年增加 31%。2002 年,成人超重率为 22.8%,肥胖率为 7.1%,估计全国超重和肥胖人数分别为 2 亿和 6000 万,与 1992 年比较,成人超重率上升 39%,肥胖率上升 97%,成人血脂异常患病率为 18.6%,估计全国血脂异常人数达 1.6 亿。