

# 加压流体萃取-气相色谱质谱法测定土壤和沉积物中27种拟除虫菊酯类农药

杨正标,何青青,尹丹莉,徐荣

(江苏省南京环境监测中心,江苏 南京 210013)

**摘要:**建立了加压流体萃取-气相色谱质谱法测定土壤和沉积物中27种拟除虫菊酯类农药的方法。以丙酮/正己烷( $V:V=1:1$ )为萃取溶剂,在120℃和10.3 MPa条件下静态萃取7 min,循环3次,石墨化炭黑串接氨基键合硅胶固相萃取柱净化,HP-5MS UI色谱柱分离,优化了提取和分析过程的重要条件。方法检出限为0.001~0.012 mg/kg,土壤中低、高浓度的加标回收率范围分别为68.3%~123%和75.3%~115%,沉积物中低、高浓度的加标回收率范围分别为67.1%~120%和78.6%~110%,单一目标物的相对标准偏差(RSD)均<20%( $n=6$ )。实验结果表明,该方法消耗溶剂少、效率高、检出限低、精密度和准确度高,适用于土壤和沉积物中拟除虫菊酯类农药残留的测定。

**关键词:**土壤;沉积物;加压流体萃取;气相色谱质谱法;拟除虫菊酯类农药

中图分类号:X833;O657.7<sup>+1</sup>

文献标志码:B

文章编号:1674-6732(2020)03-0033-06

## Determination of 27 Pyrethroid Pesticide Residues in Soils and sediments by Gas Chromatography-Mass Spectrometry with Pressurized Fluid Extraction

YANG Zheng-biao, HE Qing-qing, YIN Dan-li, XU Rong

(Jiangsu Nanjing Environmental Monitoring Center, Nanjing, Jiangsu 210013, China)

**Abstract:** We developed a strategy based on gas chromatography-mass spectrometry combined with pressurized fluid extraction, to achieve the determination of 27 pyrethroid pesticide residues in soils and sediments. The chromatographic conditions of the target analytes were optimized, which were extracted by acetone-hexane ( $V:V=1:1$ ) at temperature of 120℃, pressure of 10.3 MPa and extraction time of 7 minutes for 3 cycles, purified by carb/ $\text{NH}_2$  solid phase extraction cartridges, and then separated by HP-5MS UI column. The limits of detection for this method were determined to be 0.001 ~ 0.012 mg/kg. The recoveries of low-and high-concentration soil spiked samples were in the range of 68.3% ~ 123% and 75.3% ~ 115%, respectively, and those of spiked sediment samples were 67.1% ~ 120% and 78.6% ~ 110%, respectively, with relative standard deviation lower than 20% for each individual target analyte ( $n=6$ ). The method developed herein is suitable for the determination of pyrethroid pesticide residues in soils and sediments, with advantages of less solvent consumption, high efficiency, low detection limit, good precision and accuracy.

**Key words:** Soil; Sediment; Pressurized fluid extraction; Gas chromatography-mass spectrometry; Pyrethroids

拟除虫菊酯类农药是全球重要的杀虫剂,也是最早的仿生杀虫剂之一,具有活性较高,易于降解,对环境相对安全的优点,广泛应用于农业和卫生领域。拟除虫菊酯类农药的广泛使用,在害虫防治方面发挥了重要作用,但其在土壤和沉积物中不断累积,给环境安全和食品质量造成影响,并且,该类农

药具有高脂溶性的特点,可在人体内广泛分布,对人类健康构成较大威胁<sup>[1-2]</sup>。我国是世界上农药产量和消费量最大的国家,农药污染较重,有必要加强土壤和沉积物中拟除虫菊酯类农药的调查研究。目前,我国食品中拟除虫菊酯类农药最大残留限量标准和分析方法较多,但还没有专门针对土壤

收稿日期:2020-02-25;修订日期:2020-04-21

基金项目:江苏省环境监测科研基金资助项目(1710)

作者简介:杨正标(1979—),男,高级工程师,硕士,从事土壤监测、理化分析和质量管理工作。

和沉积物中该类农药残留量的标准,分析方法标准少、测定目标物少、检出限高是土壤和沉积物中拟除虫菊酯类农药监测面临的问题<sup>[3-4]</sup>。

土壤和沉积物样品前处理常用的提取方法有震荡提取、索式萃取、微波萃取和超声波萃取等<sup>[5-6]</sup>,这些方法操作烦琐、耗时长、消耗溶剂多。加压流体萃取是一种在加压加热条件下萃取土壤和沉积物中有机污染物的方法,具有萃取时间短、消耗溶剂少、萃取效率高等特点<sup>[7-8]</sup>。现探讨了加压流体萃取法提取土壤和沉积物中拟除虫菊酯类农药的最佳条件,并与气相色谱质谱仪配套使用,成功应用于南京市典型区域土壤和沉积物中 27 种拟除虫菊酯类农药的测定,该方法具有消耗溶剂少、检测效率高、检出限低、精密度和准确度好等特点,能够满足土壤和沉积物中拟除虫菊酯类农药残留调查监测的需要。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器和试剂

#### 1.1.1 仪器

7890 B-5977 A 气相色谱质谱仪(美国安捷伦公司),配 HP-5MS UI 石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm);Dionex ASE 350 加压流体萃取仪(美国赛默飞世尔公司),配 22 mL 萃取池;Benchtop 2K 冷冻干燥仪(美国 VirTis 公司);Turbo II 自动氮吹浓缩仪(瑞典 Biotage 公司);石墨化炭黑固相萃取柱(500 mg/6 mL,美国 SUPELCO 公司);氨丙基键合硅胶固相萃取柱(500 mg/3 mL,美国 SUPELCO 公司)。

#### 1.1.2 试剂

丙酮、正己烷、乙腈、甲苯(均为色谱纯,购自美国天地试剂公司)。无水硫酸钠、硅藻土、石英砂(购自国药集团),均在 450 °C 灼烧 4 h,于磨口玻璃瓶中密封保存备用。27 种拟除虫菊酯类农药标准品(德国 Dr. Ehrenstorfer 公司),用正己烷配制成混合标准溶液,组分 A(15 种) $\rho = 10.0$  mg/L,组分 B(12 种) $\rho = 50.0$  mg/L。内标物(菲-d10、蒎-d12、苯并[a]芘-d12,购自美国 AccuStandard 公司),用正己烷配制成 $\rho = 10.0$  mg/L 的混合内标溶液。

### 1.2 加压流体萃取条件

萃取溶剂为丙酮/正己烷(V:V=1:1),萃取温度 120 °C,预热 5 min,静态萃取时间 7 min,萃取循

环 3 次,萃取压力 10.3 MPa。

### 1.3 气相色谱质谱条件

色谱条件:进样口温度 270 °C,进样量 1 μL,不分流进样;载气为 He,流量 1.0 mL/min;程序升温:初始温度 80 °C 保持 1 min,以 25 °C/min 升至 130 °C,然后以 5 °C/min 升至 250 °C,再以 10 °C 升至 280 °C 保持 4 min。

质谱条件:离子源为电子轰击离子源(EI 源),离子源温度 300 °C,离子化能量 70 eV;接口温度 280 °C,溶剂延迟 11.0 min;选择离子扫描(SIM)定量,全扫描(SCAN)定性参考。

### 1.4 分析步骤

除去样品中的异物,先用冷冻干燥仪脱水,再将样品研磨、过筛,均化处理成 1 mm 左右的颗粒。样品称取 10 g(精确到 0.01 g),按加压流体萃取条件进行萃取,萃取液浓缩至 1 mL 左右待净化。在石墨化炭黑固相萃取柱中加入 1 g 无水硫酸钠,串接氨丙基键合硅胶固相萃取柱。使用前用 4 mL 乙腈/甲苯(V:V=3:1)混合液预淋洗串联柱,将样品转移至净化柱上,用 25 mL 乙腈/甲苯(V:V=3:1)混合液淋洗。收集淋洗液浓缩,并将溶剂置换为正己烷,加入内标物,定容至 1.0 mL,待仪器分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 目标化合物确定

根据应用范围,拟除虫菊酯类农药可分为农用和卫生用两大类。目前,食品安全国家标准已发布,涉及 17 种组分;农药工业水污染物排放标准正在制定,涉及近 10 种组分;但土壤和沉积物中筛选值标准暂未颁布。相关分析方法标准中包含的拟除虫菊酯类农药组分偏少,土壤和沉积物分析方法标准中也仅包含了 10 种组分<sup>[4]</sup>,本方法在调研了国内拟除虫菊酯类农药的登记和生产情况的基础上,结合相关文献资料,将目标化合物种类扩充到了 27 种。

### 2.2 萃取条件优化

在空白土壤样品中加入拟除虫菊酯类农药混合标准溶液,经加压流体萃取,净化浓缩后,进气相色谱质谱仪检测。通过优化萃取溶剂及比例、萃取温度、萃取时间和萃取循环次数来获得最佳萃取条件,不同条件下均平行测定 3 次。

#### 2.2.1 萃取溶剂及比例优化

加压流体萃取法常用的提取溶剂是正己烷/丙

酮和二氯甲烷/丙酮等。现研究了 2 种混合萃取溶剂的萃取效果,结果表明,正己烷/丙酮萃取溶剂的平均加标回收率较高且稳定性好,同时正己烷毒性较低,因此,选择正己烷/丙酮作为萃取溶剂。

拟除虫菊酯类农药易溶于极性较大的丙酮,当增加不同体积的正己烷时,影响萃取溶剂的极性,从而对其萃取效率产生影响。现研究了不同溶剂配比的丙酮/正己烷 ( $V:V=1:1,1:2,1:3,1:4$ ) 对

拟除虫菊酯类农药萃取效果的影响,图 1(a)(b)(c)(d)为 27 种组分的平均回收率及标准偏差随萃取溶剂比例、萃取温度、静态萃取时间及萃取循环次数的变化范围。由图 1(a)可知,不同比例萃取溶剂对拟除虫菊酯类农药的回收率影响较小,由于丙酮/正己烷 ( $V:V=1:1$ ) 广泛应用于国内外标准方法和文献,且实验结果表明此时的回收率较高,故选择萃取溶剂为丙酮/正己烷 ( $V:V=1:1$ )。

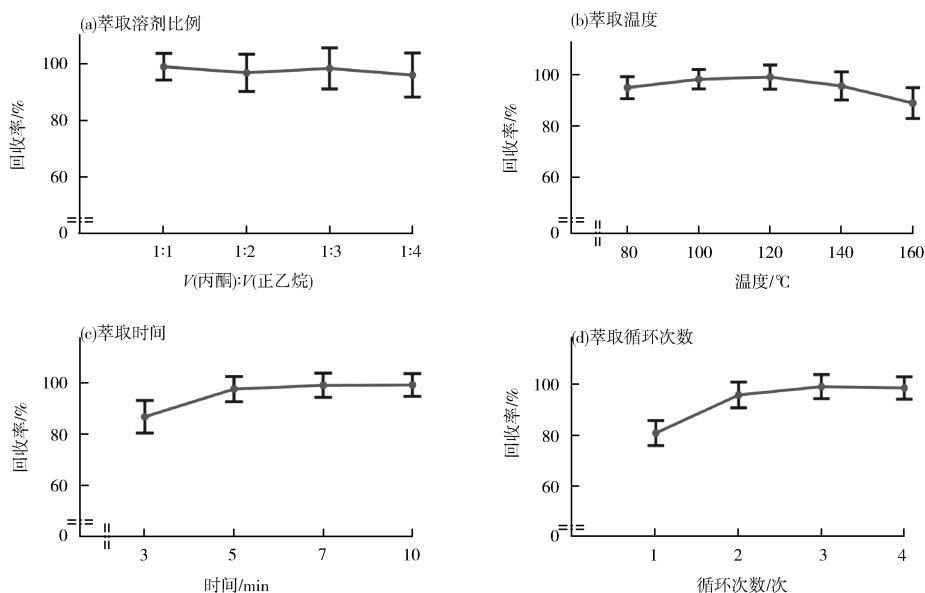


图 1 萃取溶剂比例、萃取温度、静态萃取时间和萃取循环次数加标回收结果

### 2.2.2 萃取温度的优化

提高萃取温度可以增加溶剂的扩散速度,从而提高样品的萃取效率;但随着温度升高,目标化合物可能发生热降解反应而受到破坏。现研究了不同萃取温度 (80, 100, 120, 140, 160 °C) 对拟除虫菊酯类农药萃取效率的影响,见图 1(b)。由图 1(b)可知,萃取温度为 120 °C 时的回收率最高,故选择 120 °C 为萃取温度。

### 2.2.3 萃取时间的优化

萃取时间会直接影响目标化合物从样品基质进入萃取溶剂的过程,萃取时间越长,萃取越完全。但样品长期处于高温环境时,目标化合物可能受到破坏,并使工作效率降低。现研究了不同萃取时间 (3, 5, 7, 10 min) 对拟除虫菊酯类农药萃取效率的影响,见图 1(c)。由图 1(c)可知,萃取时间为 7 min 时的回收率较好,并且工作效率高,故选择

萃取时间为 7 min。

### 2.2.4 萃取循环次数的优化

为使样品中的目标化合物尽可能地被萃取至萃取液中,萃取过程通常需要重复多次,但更多的萃取循环次数意味着消耗更多溶剂和时间。现研究了不同萃取循环次数 (1, 2, 3, 4 次) 对拟除虫菊酯类农药萃取效率的影响,见图 1(d)。由图 1(d)可知,萃取循环 2 次时的回收率已基本稳定,萃取循环 3 次时的回收率较好且相对标准偏差较小,故选择萃取循环次数为 3 次。

## 2.3 方法学考察

### 2.3.1 色谱质谱参数优化

为了取得较高的灵敏度和较低的检出限,选择不分流进样模式。全扫描模式具有丰富的碎片信息,定性效果较好;选择离子扫描模式基线噪声小,定量分析效果好,检出限低,色谱参数见表 1。

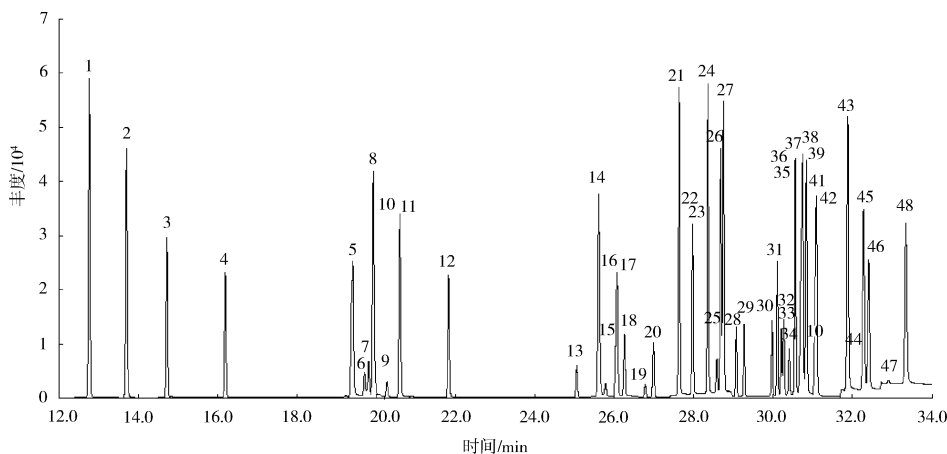
表 1 方法色谱参数、线性范围、检出限和测定下限

目标物名称	分组	定量离子	定性离子	线性范围/ ( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ )	RRF 均值 <sup>①</sup>	RSD/ %	检出限/ ( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	测定下限/ ( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )
2,6-二异丙基萘	A	197	155;212	0.05~2.00	0.704	4.8	0.001	0.004
七氟菊酯	A	177	197;141	0.05~2.00	0.548	7.0	0.001	0.004
四氟苯菊酯	A	163	165;127	0.05~2.00	0.465	4.8	0.001	0.004
丙烯菊酯	B	123	91;107	0.25~10.0	0.196	4.1	0.003	0.012
烯虫酯	A	73	111;69	0.05~2.00	0.128	12.3	0.001	0.004
氟氯苯菊酯	B	263	239;241	0.25~10.0	0.001	16.5	0.012	0.048
炔丙菊酯	B	123	81;79	0.25~10.0	0.038	12.9	0.003	0.012
甲醚菊酯	A	123	135;91	0.05~2.00	0.291	10.9	0.002	0.008
杀螨酯	A	175	111;113	0.05~2.00	0.276	8.0	0.001	0.004
醚菌酯	A	116	131;206	0.05~2.00	0.399	6.5	0.001	0.004
苄呋菊酯	A	123	171;128	0.05~2.00	0.216	14.6	0.002	0.008
胺菊酯	A	164	123;81	0.05~2.00	0.358	12.4	0.001	0.004
联苯菊酯	A	181	165;166	0.05~2.00	0.947	6.4	0.001	0.004
甲氧菊酯	A	97	181;141	0.05~2.00	0.303	9.0	0.002	0.008
苯醚菊酯	A	123	81;183	0.05~2.00	0.435	8.8	0.001	0.004
氯氟菊酯	B	197	181;208	0.25~10.0	0.198	6.1	0.003	0.012
氟丙菊酯	B	289	181;208	0.25~10.0	0.08	12.4	0.005	0.02
苯氧菊酯	B	123	181;81	0.25~10.0	0.675	7.7	0.007	0.028
氯菊酯	A	183	163;165	0.05~2.00	1.01	7.8	0.001	0.004
氟氯菊酯	B	163	206;165	0.25~10.0	0.262	9.8	0.005	0.02
氯氧菊酯	B	163	181;165	0.25~10.0	0.347	6.1	0.005	0.02
氟氧戊菊酯	B	199	157;181	0.25~10.0	0.302	13.9	0.003	0.012
醚菊酯	A	163	107;133	0.05~2.00	1.94	5.7	0.001	0.004
氟硅菊酯	A	179	286;258	0.05~2.00	1.11	2.5	0.001	0.004
氧戊菊酯	B	225	125;167	0.25~10.0	0.12	7.3	0.006	0.024
氟胺氧菊酯	B	250	209;181	0.25~10.0	0.575	9.1	0.004	0.016
溴氧菊酯	B	181	253;209	0.25~10.0	0.175	10.7	0.004	0.016

① RRF 均值为目标物的相对响应因子均值。

拟除虫菊酯类农药选择离子扫描模式(SIM 模式)色谱图见图 2。由图 2 可知,27 种组分可以实现良好的分离,且同分异构体之间也能较好分离。

部分目标化合物分离出了 2~4 个同分异构体色谱峰,计算时以所有同分异构体的峰面积之和作为该目标物的峰面积。



1—2,6-二异丙基萘;2—IS1(菲-d10);3—七氟菊酯;4—四氟苯菊酯;5—丙烯菊酯;6—烯虫酯;7—氟氯苯菊酯;8—炔丙菊酯;9,10—甲醚菊酯;11—杀螨酯;12—醚菌酯;13—苄呋菊酯;14—IS2(蒽-d12);15,16—胺菊酯;17—联苯菊酯;18—甲氧菊酯;19,20—苯醚菊酯;21,22—氯氟菊酯;23,24—氟丙菊酯;25,26,27—苯氧菊酯;28,29—氯菊酯;30,31,32,33—氟氯菊酯;34,35,36,37—氯氧菊酯;38,41—氟氧戊菊酯;39—醚菊酯;40—IS3(苯并[a]芘-d12);42—氟硅菊酯;43,44—氧戊菊酯;45,46—氟胺氧菊酯;47,48—溴氧菊酯。

图 2 拟除虫菊酯类农药总离子流图(SIM 模式)

## 2.3.2 校准曲线及检出限

用正己烷将混合标准溶液稀释,得到A组分的质量浓度为0.05,0.10,0.30,0.50,1.00和2.00 mg/L,B组分质量浓度为0.25,0.50,1.50,2.50,5.00和10.0 mg/L标准系列(因B组分响应值偏小,其浓度为A组分的5倍),内标物的质量浓度为0.50 mg/L。按照优化后的色谱条件进行分析,计算目标物的相对响应因子(RRF)和相对标准偏差(RSD),结果见表1。27种拟除虫菊酯类农药的RRF值为0.001~1.94,RSD为2.5%~16.5%,RRF和RSD均良好。

按照优化条件,用石英砂进行7次平行空白加标实验,组分A和B的加标量分别为3.0和15.0  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,计算其标准偏差(S),按照公式 $\text{MDL} = S \times t_{(n-1,0.99)}$ 计算方法检出限[在99%的置信区间, $t_{(6,0.99)} = 3.143$ ],结果见表1。27种拟除虫菊酯类农药的方法检出限为0.001~0.012 mg/kg,测定下限

为0.004~0.048 mg/kg(4倍方法检出限)。方法灵敏度高,检出限远低于相关国标方法的检出限<sup>[3-4]</sup>。

## 2.3.3 精密度和准确度

在土壤和沉积物样品中进行拟除虫菊酯类农药的低、高浓度加标实验,针对组分A和B,土壤低浓度加标量为0.010和0.050 mg/kg,高浓度加标量为0.050和0.250 mg/kg;沉积物低浓度加标量为0.020和0.100 mg/kg,高浓度加标量为0.150和0.750 mg/kg。进行6次平行加标回收实验,目标物的加标回收率和RSD见表2。由表2可见,土壤中目标物的低、高浓度的加标回收率分别为68.3%~123%和75.3%~115%,单一目标物的RSD均<20%。沉积物中目标物的低、高浓度的加标回收率为67.1%~120%和78.6%~110%,单一目标物的RSD均<20%。土壤和沉积物中低、高浓度加标样品都有较好的精密度和准确度,说明该方法的精密度和准确度较好。

表2 方法精密度和准确度(n=6)

%

目标物名称	土壤低浓度样品		土壤高浓度样品		沉积物低浓度样品		沉积物高浓度样品	
	加标回收率	RSD	加标回收率	RSD	加标回收率	RSD	加标回收率	RSD
2,6-二异丙基萘	68.3	14.4	75.3	8.2	67.1	13.3	78.6	8.7
七氟菊酯	71.7	16.3	76.3	9.3	72.9	11.0	78.8	7.9
四氟苯菊酯	83.3	18.1	81.3	9.0	80.5	12.1	88.7	7.1
丙烯菊酯	100	5.3	94.7	5.4	98.2	6.1	97.0	4.9
烯虫酯	105	10.0	92.7	6.5	99.0	9.1	96.8	5.5
氟氯苯菊酯	98.3	18.6	99.0	11.9	94.8	17.1	104	5.8
炔丙菊酯	110	6.0	109	5.7	114	5.7	104	5.1
甲醚菊酯	112	17.4	115	6.3	106	13.7	103	5.4
杀螨酯	100	8.9	89.0	10.0	95.7	10.2	98.0	5.1
醚菌酯	93.3	5.5	95.3	4.5	91.0	6.6	105	4.3
苯呋菊酯	108	13.6	97.0	11.4	99.0	11.8	96.6	6.2
胺菊酯	105	5.2	94.7	7.4	103	7.4	96.6	5.6
联苯菊酯	123	9.8	106	10.9	120	8.8	110	6.2
甲氧菊酯	110	12.9	108	6.6	112	11.1	92.9	4.1
苯醚菊酯	91.7	8.2	91.0	6.8	101	9.6	97.0	5.0
氯氟菊酯	92.3	5.2	103	6.7	98.2	6.5	96.6	5.5
氟丙菊酯	110	8.1	97.5	5.0	108	8.2	104	4.9
苯氧菊酯	111	9.3	107	4.3	106	12.2	101	6.3
氯菊酯	100	6.3	97.0	5.3	90.0	6.4	94.9	3.9
氟氯菊酯	103	10.6	98.4	7.3	108	9.6	95.9	4.8
氯氧菊酯	116	9.9	103	6.5	111	8.8	102	5.2
氟氧戊菊酯	109	6.7	98.9	5.1	105	5.7	96.6	3.7
醚菊酯	98.3	7.7	93.7	8.9	95.8	9.0	104	6.6
氟硅菊酯	86.7	9.4	95.3	7.6	82.4	12.1	99.7	5.9
氰戊菊酯	113	9.9	98.9	7.7	108	9.6	105	6.8
氟胺菊酯	108	6.7	104	3.4	109	6.7	97.6	2.9
溴氧菊酯	101	6.7	98.0	5.3	103	7.4	96.8	4.9

## 2.4 典型区域调查

运用上述建立的方法进行南京市典型区域土壤和沉积物中拟除虫菊酯类农药的应用研究,共采集 18 个耕地土壤、14 个专项土壤(蔬菜种植地、畜禽养殖场)、17 个公园土壤和 10 个沉积物样品,统计结果见表 3。由表 3 可知,14 种组分部分检出,检出率为 1.7%~10.2%,检出率最高的组分是杀螨酯和胺菊酯。检出质量比最高的组分为溴氰菊酯,为 0.051 mg/kg,样品为河流沉积物。

对不同类型样品进行比对分析可知,耕地土壤

中 27 种拟除虫菊酯类农药均未检出,专项土壤、公园土壤和沉积物样品中 27 种拟除虫菊酯类农药的平均检出率分别为 0.8%、0.7% 和 11.1%,沉积物中拟除虫菊酯类农药的检出率明显高于土壤,其中,沉积物中检出率最高的组分是杀螨酯,达 60.0%。我国暂未出台土壤和沉积物中拟除虫菊酯类农药的区域筛选值标准,美国环境保护署(EPA)规定了 9 种拟除虫菊酯类农药区域筛选值,范围为 310~3 200 mg/kg,本次调查结果远低于 EPA 区域土壤筛选值<sup>[9]</sup>。

表 3 南京市典型区域拟除虫菊酯类农药调查结果统计<sup>①</sup>

目标物名称	点位数/个	最高值/ (mg·kg <sup>-1</sup> )	检出率/%					区域土壤筛选值/ (mg·kg <sup>-1</sup> )
			耕地土壤	专项土壤	公园土壤	沉积物	平均值	
2,6-二异丙基萘	59	0.003	0	0	0	10.0	1.7	
七氟菊酯	59	0.002	0	0	0	10.0	1.7	
四氟苯菊酯	59	0.002	0	0	5.9	10.0	3.4	
烯虫酯	59	0.007	0	0	0	20.0	3.4	
氟氯苯菊酯	59	0.034	0	0	0	10.0	1.7	
甲醚菊酯	59	0.004	0	0	0	10.0	1.7	
杀螨酯	59	0.008	0	0	0	60.0	10.2	
胺菊酯	59	0.005	0	0	5.9	50.0	10.2	
联苯菊酯	59	0.009	0	0	0	20.0	3.4	950
甲氰菊酯	59	0.002	0	0	0	20.0	3.4	1 600
氯氟菊酯	59	0.005	0	0	0	10.0	1.7	310
氯菊酯	59	0.012	0	0	0	20.0	3.4	3 200
氟氰戊菊酯	59	0.006	0	7.1	5.9	20.0	6.8	
溴氰菊酯	59	0.051	0	14.3	0	30.0	8.5	

①丙烯菊酯、炔丙菊酯、醚菌酯、苄呋菊酯、苯醚菊酯、氟丙菊酯、苯氧菊酯、氟氯菊酯、氯氟菊酯、醚菊酯、氟硅菊酯、氰戊菊酯、氟胺菊酯这 13 种组分未检出。

## 3 结语

通过优化加压流体萃取和气相色谱质谱条件,建立了土壤和沉积物中 27 种拟除虫菊酯类农药的分析方法。该方法具有消耗溶剂少、效率高、检出限低、精密度和准确度好等优点,适用于土壤和沉积物中拟除虫菊酯类农药残留的调查监测,为深入研究土壤和沉积物中农药残留降解及健康风险评估提供方法参考。实际样品分析显示,南京市典型区域土壤和沉积物中拟除虫菊酯类农药的检出率和检出质量分数均较低,相应的环境风险也偏低。

### [参考文献]

- [1] 李新. 拟除虫菊酯类杀虫剂研发及市场概况[J]. 农药, 2016, 55(9): 625-630.  
[2] 陈洪玉, 迟彩霞, 赵大伟. 拟除虫菊酯类农药对环境的危害及

治理政策[J]. 黑龙江科技信息, 2017(2): 67.

- [3] 生态环境部. 固体废物 有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定 气相色谱-质谱法: HJ 963—2018[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2018.  
[4] 生态环境部. 土壤和沉积物 有机磷类和拟除虫菊酯类等 47 种农药的测定 气相色谱-质谱法: HJ 1023—2019[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2019.  
[5] 孙成玲, 汪付星, 颜冬云, 等. 拟除虫菊酯类农药残留检测前处理技术研究进展[J]. 农药, 2010, 49(1): 11-15.  
[6] 孙成玲, 汪付星, 颜冬云, 等. 拟除虫菊酯类农药残留检测技术研究进展[J]. 环境科技, 2009, 22(6): 63-67.  
[7] 章勇, 沈建康. 加速溶剂萃取-气相色谱法分析土壤中七种菊酯类农药[J]. 科技资讯, 2010(33): 139-140.  
[8] 李俊, 肖雅雯, 王震, 等. 加速溶剂萃取-气相色谱/质谱法同时测定土壤中拟除虫菊酯类等 18 种农药残留[J]. 岩矿测试, 2011, 30(5): 590-595.  
[9] U. S. EPA. Regional screening levels (RSLs) [S]. Washington D. C.: U. S. EPA, 2019.