

# GC法检测72种中药饮片有机氯农药残留量

刘芳\*, 欧阳慧子, 柴士伟, 王强, 马融(天津中医药大学第一附属医院, 天津 300193)

中图分类号 R927 文献标志码 A 文章编号 1001-0408(2016)36-5147-04  
DOI 10.6039/j.issn.1001-0408.2016.36.34

**摘要** 目的:建立检测多种中药饮片有机氯农药残留量的方法。方法:采用气相色谱法。色谱柱为Agilent HP-5弹性石英毛细管柱,检测器为<sup>63</sup>Ni源电子捕获检测器,进样口温度为250℃,检测器温度为300℃,程序升温,载气为高纯氮,载气流速为1 ml/min,进样量为5 μl,不分流进样。结果: $\alpha$ -BHC、 $\beta$ -BHC、 $\gamma$ -BHC、 $\delta$ -BHC、PP'-DDE、OP'-DDT、PP'-DDD、PP'-DDT检测质量浓度线性范围均为0.01~0.20 μg/ml( $r$ 分别为0.999 5、0.996 4、0.999 6、0.993 7、0.999 3、0.999 7、0.999 1、0.998 3);定量限分别为0.015、0.02、0.01、0.02、0.01、0.01、0.02、0.62 μg/ml;精密度、稳定性、重复性试验的RSD<3.0%;加样回收率为71.2%~109.2%(RSD为4.2%~9.8%, $n=9$ )。72种中药饮片有机氯农药残留总体检出率为66.7%,总体符合标准率为87.5%。结论:该方法操作简便,精密度、稳定性、重复性好,可用于多种中药饮片有机氯农药残留量的检测。  
**关键词** 气相色谱法;有机氯农药残留量;中药饮片

**Determination of Organochlorine Pesticide Residues in 72 Chinese Herbal Medicine Tablets by GC**  
LIU Fang, OUYANG Huizi, CHAI Shiwei, WANG Qiang, MA Rong(The First Affiliated Hospital of Tianjin University of Traditional Chinese Medicine, Tianjin 300193, China)

**ABSTRACT** OBJECTIVE: To establish a method for the detecting of organochlorine pesticide residues in 72 Chinese herbal medicine tablets. METHODS: The column was Agilent HP-5 elastic quartz capillary column, detector was <sup>63</sup>Ni source electron capture detector, the inlet temperature was 250 °C and the detector temperature was 300 °C, temperature programmed, carrier gas was high-purity nitrogen, flow rate of carrier gas was 1 ml/min, and the injection volume was 5 μl, splitless injection. RESULTS: The linear range were 0.01-0.20 5 μg/ml for  $\alpha$ -BHC,  $\beta$ -BHC,  $\gamma$ -BHC,  $\delta$ -BHC, PP'-DDE, OP'-DDT, PP'-DDD, PP'-DDT( $r$  were 0.999 5, 0.996 4, 0.999 6, 0.993 7, 0.999 3, 0.999 7, 0.999 1, 0.998 3); Limit of quantitation were 0.015, 0.02, 0.01, 0.02, 0.01, 0.01, 0.02, 0.62 μg/ml; RSDs of precision, stability and reproducibility tests were lower than 3.0%; recovery was 71.2%-109.2%, RSD was 4.2%-9.8% ( $n=9$ ). The overall detection rate of the organochlorine pesticides was 66.7%, and the overall compliance rate was 87.5%. CONCLUSIONS: The method is simple with good precision, stability and reproducibility, and can be used for the detection of organochlorine pesticide residues in Chinese herbal medicine tablets.  
**KEYWORDS** Gas chromatography; Organochlorine pesticide residues; Chinese herbal medicine tablet

有机氯农药是应用最早、最广泛的一类杀虫剂,大多数具有性质稳定、难降解和易蓄积于人体内产生致癌、致畸、致突变作用等特点<sup>[1-2]</sup>。虽然我国在20世纪80年代后期已禁用这类农药,但不科学的使用已造成有机氯农药在土壤中大量残留,使中药最终难逃农药的污染<sup>[3-5]</sup>。中药饮片是依照中医药理论,经加工炮制后直接应用于临床的中药,是中医药疗效的基础。因此,保障中药饮片质量是确保临床用药安全、有效的关键<sup>[6]</sup>。近年来,中药农药残留超标被频频报道,中药的质量安全不断受到质疑,严重制约中药及相关产品的临床应用<sup>[7-8]</sup>。本试验采用气相色谱法(GC)测定了我院药房72种常用中药饮片有机氯农药残留量,以期为我院中药饮片质量评价提供依据。

## 1 材料

### 1.1 仪器

6890型GC仪,包括<sup>63</sup>Ni源电子捕获检测器(<sup>63</sup>Ni-ECD)、GC工作站(美国Agilent公司);AX205型十万分之一电子分析天平(瑞士Mettler-Toledo公司);Milli-Q型超纯水制备仪(美国Millipore公司);3K15型高速离心机(美国Sigma公司);

\* 副主任药师。研究方向:中药质量控制。电话:022-27432772。E-mail:tjcs008@163.com

XW-80A型涡旋混合器(上海沪西分析仪器厂);RE-5250型旋转蒸发仪(上海亚荣科学仪器厂);N-EAVPTM111型氮吹仪(美国Organomation公司);AS10200A型超声清洗器(天津奥特赛恩斯仪器有限公司,功率:250 W,频率:40 kHz)。

### 1.2 试剂

六六六(BHC,包括 $\alpha$ -BHC、 $\beta$ -BHC、 $\gamma$ -BHC和 $\delta$ -BHC 4种同系物)、滴滴涕(DDT,包含PP'-DDE、OP'-DDT、PP'-DDD和PP'-DDT 4种同系物)标准品均购自农业部环境保护科研检测所,质量浓度均为1 000 mg/L;浓硫酸为优级纯,丙酮、正己烷、二氯甲烷、石油醚(60~90℃)、无水硫酸钠(研细,450℃烘4 h)、氯化钠(研细,150℃烘4 h)均为分析纯,水为超纯水。

### 1.3 饮片

本试验选取我院中药房常用、重要和有代表性的中药饮片共72种,所选择的饮片包括不同的用药部位,如根和根茎类、茎木类、皮类、全草类、花类、果实和种子类。品种如下:三七、人参、浙贝母、百部、川贝母、百合、黄芩、丹参、生黄芪、炙甘草、防己、郁金、桔梗、木香、生白术、麸炒苍术、白及、熟地黄、赤芍、白芍、黄连、猫爪草、茜草、北沙参、防风、柴胡、当归、前胡、白芷、川芎、羌活、板蓝根、山药、地骨皮、牡丹皮、白鲜

皮、枳壳、陈皮、青皮、佛手、化橘红、柏子仁、五味子、预知子、黑芝麻、木瓜、胖大海、覆盆子、枸杞子、大枣、莲子心、麸炒芡实、莲子、木蝴蝶、金银花、佛手花、菊花、代代花、款冬花、石斛、酒苁蓉、钩藤、槲寄生、忍冬藤、薄荷、荆芥、大火草、白花蛇舌草、白芨、炒麦芽、六神曲、秦皮,经我院马瑛主任药师鉴定均为真品。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱:Agilent HP-5弹性石英毛细管柱(30 m×0.32 mm×0.25 μm);检测器:<sup>63</sup>Ni-ECD;进样口温度:250 ℃;检测器温度:300 ℃;升温程序:初始90 ℃保持1 min,以40 ℃/min升到170 ℃保持1 min,以2 ℃/min升到190 ℃保持1 min,以10 ℃/min升到250 ℃保持1 min;载气:高纯氮(纯度>99.999%);载气流速:1 ml/min;进样量:5 μl;进样方式:不分流进样。

2.2 溶液的制备

2.2.1 混合标准品溶液 分别量取BHC、DDT标准品适量,各置于10 ml量瓶中,加正己烷定容,制成质量浓度均为10 μg/ml的单一标准品溶液。量取上述单一标准品溶液各0.2 ml,置于同一10 ml量瓶中,加正己烷定容,制成α-BHC、β-BHC、γ-BHC、δ-BHC、PP'-DDE、OP'-DDT、PP'-DDD、PP'-DDT质量浓度均为0.2 μg/ml的混合标准品溶液。

2.2.2 供试品溶液 参照2015年版《中国药典》方法<sup>[9]</sup>,于60 ℃下干燥样品4 h,粉碎成细粉,取约2 g,精密称定,置于100 ml具塞锥形瓶中,加水20 ml浸泡过夜,精密加丙酮40 ml,称定质量,超声处理30 min,放冷后再次称定质量,用丙酮补足减失的质量,再加氯化钠约6 g,精密加二氯甲烷30 ml,称定质量,超声处理15 min,放冷后再次称定质量,用二氯甲烷补足减失的质量,静置后分层,将有机相迅速移入装有适量无水硫酸钠的100 ml具塞锥形瓶中,放置4 h。精密量取上述溶液35 ml,于40 ℃水浴上减压浓缩至近干,加少量石油醚(60~90 ℃)反复操作至二氯甲烷和丙酮除净(一般4次),用石油醚(60~90 ℃)溶解并转移至10 ml具塞离心管中,加石油醚(60~90 ℃)精密稀释至5 ml,小心加入硫酸1 ml,振摇1 min,以半径为12.5 cm、3 000 r/min离心10 min,精密量取上清液2 ml,置于浓缩瓶中用氮气将溶液浓缩至适量,加正己烷精密稀释至1 ml,即得。

2.2.3 空白对照溶液 缺样品,按“2.2.2”项下方法从“精密加丙酮40 ml……”开始操作,制备空白对照溶液。

2.3 专属性试验

取“2.2”项下混合标准品溶液、供试品溶液、空白对照溶液各适量,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录色谱,详见图1。结果显示,其他成分均不干扰α-BHC、β-BHC、γ-BHC、δ-BHC、PP'-DDE、OP'-DDT、PP'-DDD、PP'-DDT的检测。

2.4 线性关系考察

分别精密量取“2.2.1”项下混合标准品溶液适量,置于10 ml量瓶中,加正己烷制成各待测农药残留成分质量浓度分别为0.01、0.02、0.05、0.08、0.10、0.15、0.20 μg/ml的系列混合标准品溶液。精密量取上述系列混合标准品溶液各5 μl,按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。以待测农药残留成分质量浓度(x, μg/ml)为横坐标、峰面积(y)为纵坐标进行线性回归,得回归方程与线性范围,详见表1。

2.5 定量限(LOQ)考察

分别精密量取“2.2.1”项下混合标准品溶液适量,倍比稀释,并按“2.1”项下色谱条件进样测定,当信噪比为10:1时,

得LOQ,详见表1。

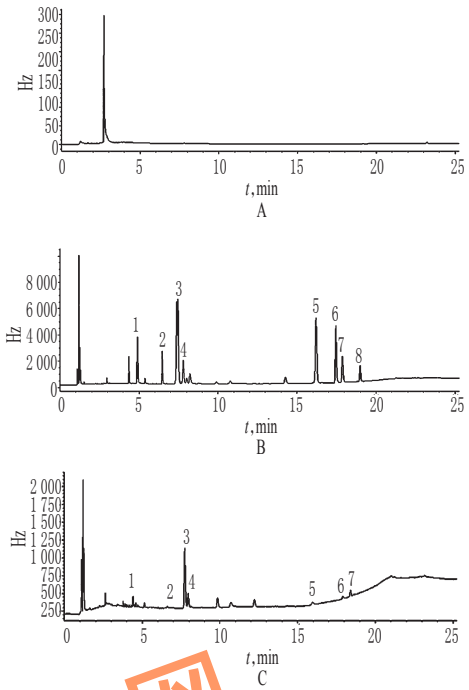


图1 气相色谱图

A.空白对照;B.混合标准品;C.供试品(当归,批号:1501076);1. α-BHC;2. β-BHC;3. γ-BHC;4. δ-BHC;5. PP'-DDE;6. OP'-DDT;7. PP'-DDD;8. PP'-DDT

Fig 1 GC chromatograms

1.blank samples;2.mixed standards;3.test samples (*Fritillaria thunbergii*, batch number:1501076);1.α-BHC;2.β-BHC;3.γ-BHC;4.δ-BHC;5. PP'-DDE;6.OP'-DDT;7.PP'-DDD;8.PP'-DDT

表1 回归方程、线性范围与定量限

Tab 1 Regression equation , linear range and limit of quantitation

待测农药残留成分	回归方程	r	线性范围, μg/ml	LOQ, μg/ml
α-BHC	y=88 083x-941.71	0.999 5	0.01~0.20	0.015
β-BHC	y=70 826x-1 236.53	0.996 4	0.01~0.20	0.02
γ-BHC	y=210 063x-1 746.45	0.999 6	0.01~0.20	0.01
δ-BHC	y=22 812x-70.86	0.993 7	0.01~0.20	0.02
PP'-DDE	y=170 028x-1 280.8	0.999 3	0.01~0.20	0.01
OP'-DDT	y=158 930x-890.44	0.999 7	0.01~0.20	0.01
PP'-DDD	y=54 899x-188.42	0.999 1	0.01~0.20	0.02
PP'-DDT	y=30 592x-408.77	0.998 3	0.01~0.20	0.02

2.6 精密度试验

取“2.2.1”项下混合标准品溶液适量,加正己烷制成各待测农药残留成分质量浓度均为0.10 μg/ml的溶液,按“2.1”项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果,α-BHC、β-BHC、γ-BHC、δ-BHC、PP'-DDE、OP'-DDT、PP'-DDD、PP'-DDT峰面积的RSD分别为1.90%、1.75%、1.61%、2.08%、0.79%、2.87%、1.84%、1.83%(n=6),表明仪器精密度良好。

2.7 稳定性试验

取“2.2.2”项下供试品溶液(当归,批号:1501076)适量,分别于室温下放置0、2、4、8、12、24 h时按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果,α-BHC、β-BHC、γ-BHC、δ-BHC、PP'-DDE、OP'-DDT、PP'-DDD、PP'-DDT峰面积的RSD分别为1.08%、1.95%、2.06%、2.02%、0.79%、1.76%、1.64%、1.85%(n=6),表明供试品溶液在室温放置24 h内基本稳定。

2.8 重复性试验

精密称取同一批样品(当归,批号:1501076)适量,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,共6份,再按“2.1”项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果, $\alpha$ -BHC、 $\beta$ -BHC、 $\gamma$ -BHC、 $\delta$ -BHC、PP'-DDE、OP'-DDT、PP'-DDD、PP'-DDT 峰面积的RSD 分别为1.99%、0.84%、2.46%、0.99%、1.82%、1.51%、1.95%、2.07%( $n=6$ ),表明本方法重复性良好。

2.9 加样回收率试验

表2 加样回收率试验结果( $n=9$ )  
Tab 2 Results of recovery test( $n=9$ )

特测农药残留成分	取样量,g	样品含量, $\mu\text{g}$	加入量, $\mu\text{g}$	测得量, $\mu\text{g}$			加样回收率,%			平均加样回收率,%	RSD,%
				1	2	3	1	2	3		
$\alpha$ -BHC	2.000 0	0.018	0.05	0.064 3	0.063 9	0.062 2	92.6	91.8	88.4	94.4	4.2
	2.000 0	0.018	0.10	0.116 4	0.111 8	0.110 6	98.4	93.8	92.6		
	2.000 1	0.018	0.20	0.204 0	0.214 2	0.220 1	93.0	98.1	101.1		
$\beta$ -BHC	2.000 0	0.031	0.05	0.075 3	0.080 8	0.077 5	88.6	99.6	93.0	100.4	6.7
	2.000 1	0.031	0.10	0.140 2	0.136 2	0.138 2	109.2	105.2	107.2		
	2.000 0	0.031	0.20	0.239 0	0.225 7	0.230 6	104	97.4	99.8		
$\gamma$ -BHC	2.000 0	0	0.05	0.048 8	0.046 2	0.045 2	97.6	92.4	90.4	99.8	5.6
	2.000 1	0	0.10	0.103 5	0.107 9	0.104 2	103.5	107.9	104.2		
	2.000 0	0	0.20	0.201 1	0.202 4	0.200 1	100.6	101.2	100.1		
$\delta$ -BHC	2.000 1	0.014	0.05	0.060 6	0.060 5	0.056 3	93.2	93.0	84.6	95.6	6.3
	2.000 0	0.014	0.10	0.114 3	0.113 3	0.120 3	100.3	99.3	106.3		
	2.000 0	0.014	0.20	0.200 2	0.202 8	0.206 3	93.1	94.4	96.2		
PP'-DDE	2.000 0	0	0.05	0.035 6	0.041 9	0.036 9	71.2	83.8	73.8	88.7	9.8
	2.000 1	0	0.10	0.102 2	0.091 3	0.093 2	102.2	91.3	93.2		
	2.000 0	0	0.20	0.186 3	0.182 4	0.196 5	93.2	91.2	98.3		
OP'-DDT	2.000 0	0.027	0.05	0.072 0	0.075 0	0.069 0	90.0	96.0	84.0	98.0	7.8
	2.000 1	0.027	0.10	0.133 5	0.130 4	0.135 2	106.5	103.4	108.2		
	2.000 0	0.027	0.20	0.226 4	0.222 0	0.221 2	99.7	97.5	97.1		
PP'-DDD	2.000 0	0.021	0.05	0.062 6	0.063 1	0.064 3	83.2	84.2	86.6	89.3	8.1
	2.000 1	0.021	0.10	0.106 3	0.117 5	0.099 1	85.3	96.5	78.1		
	2.000 0	0.021	0.20	0.213 4	0.215 3	0.213 5	96.2	97.2	96.3		
PP'-DDT	2.000 1	0	0.05	0.046 8	0.048 9	0.046 2	93.6	97.8	92.4	99.3	4.3
	2.000 2	0	0.10	0.100 4	0.101 4	0.098 4	100.4	101.4	98.4		
	2.000 1	0	0.20	0.201 3	0.210 4	0.207 6	100.7	105.2	103.8		

表3 样品农药残留量测定结果( $n=3, \mu\text{g/kg}$ )

Tab 3 Determination results of organochlorine pesticide residues in samples( $n=3, \mu\text{g/kg}$ )

样品	产地	批号	$\Sigma$ BHC	$\Sigma$ DDT	样品	产地	批号	$\Sigma$ BHC	$\Sigma$ DDT
三七	云南	1408044	161.57	ND	枳壳	江西	1510173	ND	ND
人参	吉林	1510063	94.29	ND	陈皮	广东	1508045	ND	128.36
浙贝母	浙江	1505179	52.51	ND	青皮	江西	1411012	ND	77.05
百部	安徽	1507035	ND	ND	佛手	广东	1504178	95.04	ND
川贝母	四川	1501100	30.46	30.93	化橘红	广东	1505159	ND	38.12
百合	江苏	1411086	132.65	ND	柏子仁	河北	1504227	ND	ND
黄芩	河北	1511156	ND	ND	五味子	辽宁	1509092	ND	59.49
丹参	河北	1512124	ND	46.21	预知子	安徽	1405087	ND	ND
生黄芪	内蒙古	1507091	ND	35.09	黑芝麻	安徽	1410022	30.14	ND
炙甘草	内蒙古	1505233	39.09	34.85	木瓜	安徽	1504196	ND	60.43
防己	江西	1507170	ND	ND	胖大海	云南	1506050	ND	38.15
郁金	四川	1505227	ND	ND	覆盆子	浙江	1402040	69.75	ND
桔梗	河北	1512185	ND	ND	枸杞子	宁夏	1509041	ND	32.12
木香	广东	1507027	ND	ND	大枣	河北	1510093	ND	ND
生白术	浙江	1406052	28.81	44.54	莲子心	福建	1505240	ND	ND
麸炒苍术	河北	1506154	107.02	45.83	麸炒芡实	广东	1510091	ND	57.89
白及	贵州	1506109	ND	48.18	莲子	福建	1510048	ND	37.2
熟大黄	青海	1401104	ND	139.37	木蝴蝶	云南	1410107	ND	ND
赤芍	内蒙古	1411135	ND	62.7	金银花	河南	1507158	ND	114.92
白芍	安徽	1509156	ND	87.83	佛手花	四川	1508016	ND	ND



续表3  
Continued tab 3

样品	产地	批号	ΣBHC	ΣDDT	样品	产地	批号	ΣBHC	ΣDDT
黄连	四川	1510168	ND	ND	菊花	安徽	1509167	28.27	23.06
猫爪草	河南	1512073	ND	ND	代代花	江苏	1509033	ND	37.49
茜草	河北	1412193	38.95	38.18	款冬花	陕西	1509130	ND	ND
北沙参	河北	1412201	ND	85.87	石斛	云南	1506024	ND	ND
防风	黑龙江	1505068	ND	119.67	酒苡蓉	内蒙古	1404041	ND	39.56
柴胡	河北	1502023	ND	ND	钩藤	广西	1410086	29.64	53.45
当归	甘肃	1501076	31.53	23.92	槲寄生	黑龙江	1504211	24.36	50.76
前胡	浙江	1501180	ND	ND	忍冬藤	河南	1501331	ND	68.28
白芷	四川	1508112	ND	64.63	薄荷	江苏	1502047	ND	ND
川芎	四川	1502205	ND	100.39	荆芥	河北	1412099	ND	66.68
羌活	四川	1505239	ND	ND	大火草	四川	1412012	ND	37.65
板蓝根	安徽	1509164	159.64	96.58	白花蛇舌草	广东	1501157	ND	26.94
山药	河南	1506120	ND	ND	白芨	河南	1510069	ND	ND
地骨皮	甘肃	1504197	ND	80.78	炒麦芽	河北	1411106	ND	ND
牡丹皮	安徽	1508015	ND	37.78	六神曲	河北	1506135	ND	ND
白鲜皮	辽宁	1503060	37.14	89.53	秦皮	陕西	1502158	ND	32.76

注：ND代表未检出  
Note:ND means no detected

3 讨论

本试验中,笔者对我院72种中药饮片有机氯农药残留进行检测,样品覆盖了大多数的中药产地,包含了临床常用的中药品种,所用GC法稳定、灵敏度高、专属性强。饮片中有有机氯农药残留均有不同程度的检出,其中有机氯农药残留总体检出率为66.7%,ΣBHC的检出率为25.0%,而ΣDDT的检出率为56.9%。我国控制中药材中农药残留的标准主要为2015年版《中国药典》,对于ΣBHC和ΣDDT的限量均规定≤200 μg/kg,按此限量规定,所有饮片样品均未超标,即符合国家标准。而《药用植物及制剂进出口绿色行业标准》<sup>[10]</sup>关于药用植物原料与制剂的有机氯农药残留限量规定为ΣBHC和ΣDDT均≤100 μg/kg,按此限量规定,ΣBHC达标的饮片样品有68个品种,品种合格率为94.4%;ΣDDT达标的饮片样品有67个品种,品种合格率为93.1%,合格率均较高。由结果可知,根和根茎类药材饮片样品中的BHC类农药残留较严重,如三七、人参、麸炒苍术、熟大黄、板蓝根等,果实类(如陈皮)和花类(如金银花)等容易受到DDT类农药污染,这与文献的报道结果一致<sup>[11-14]</sup>。由本研究结果可知,尽管中药饮片中有有机氯农药残留的总体检出率较高,但污染严重的饮片比例非常低,均未超过2015年版《中国药典》规定的限量;并且,符合国家进出口标准规定的有63个品种,占全部的87.5%。因此,虽然有机氯农药残留现象较为普遍,但并没有媒体宣传的那么严重。

随着国内外对中药饮片质量要求的提高和对农药残留检测的要求越加严格,中药饮片农药残留问题也引起我院的高度重视。笔者希望通过建立一套简便、可靠的中药饮片农药残留量测定方法,加强检验监督,对饮片质量严格把关,确保中药饮片的质量,进而保证患者用药安全、有效。

参考文献

[1] 杨银慧,豆小文,孔维军,等.我国中药材中农药登记现状及污染分析[J].中国中药杂志,2013,38(24):4 238.  
[2] 王丽丽,夏会龙.我国中草药中农药残留的特点[J].中草药,2007,38(3):471.  
[3] 程寿峰,张明时,夏品华.30种黔产中药材饮片中11种

有机氯农药残留的污染调查与研究[J].时珍国医国药,2013,24(9):2 288.

[4] 薛健,郝丽丽,彭非,等.55种中药材的有机氯农药残留状况调查报告[J].世界科学技术:中医药现代化,2008,10(3):62.  
[5] 黄晓会,田怀平,刘艳,等.ASE-GC-ECD法快速检测叶类中药材中25种有机氯类农药多残留[J].中华中医药学刊,2014,32(2):317.  
[6] 肖永庆,张村,李丽,等.构建饮片质量保障体系,确保中药临床疗效[J].中国中药杂志,2012,37(14):2 178.  
[7] 周洪波,房志坚,杨立伟,等.固相萃取-GC-MS联用法测定何首乌中有机氯农药残留量[J].中国药房,2010,21(19):777.  
[8] 赵仁君.绿色中药材:中药资源可持续发展的希望[J].亚太传统医药,2006(1),37.  
[9] 国家药典委员会.中华人民共和国药典:四部[S].2015年版.北京:中国医药科技出版社,2015:209.  
[10] 国家对外贸易经济合作部.药用植物及制剂进出口绿色行业标准[S].WM2-2001.  
[11] 金宏燕,刘卫,郑旭煦,等.气相色谱法测定三七中有机氯农药残留[J].食品科技,2011,36(3):293.  
[12] 梁金良,梁妍,周威,等.超声波辅助萃取-固相微萃取-气相色谱法检测13种贵州苗药的有机氯农药残留量[J].中国药学杂志,2015,50(21):1 917.  
[13] 王珺,方成武,金琰琰,等.松潘地产大黄及其种植土壤有机氯农残和重金属分析[J].现代中药研究与实践,2014,28(6):11.  
[14] 高倩,花日茂,汤锋,等.中药材板蓝根中20种农药的多残留快速分析方法[J].安徽农业大学学报,2010,37(1):97.

(收稿日期:2016-04-18 修回日期:2016-06-23)  
(编辑:张 静)