

韭菜上五种有机磷农药的残留 监测与安全性评价*

宋 丹^{1**} 李传仁¹ 贾春虹² 朱晓丹² 贺 敏^{2***}

(1. 长江大学农学院, 荆州 434025; 2. 北京市农林科学院植物保护环境保护研究所, 北京 100097)

摘 要 【目的】2013—2016 年, 在北京、天津、河北和山东采集韭菜样品, 采用超高效液相色谱-三重四级杆串联质谱法检测甲胺磷、甲拌磷、甲基对硫磷、对硫磷和毒死蜱的残留量, 并对其残留安全性进行评价。【方法】韭菜样品用乙腈提取, 石墨碳固相萃取小柱净化, 超高效反相液相色谱分离, 三重四级杆质谱检测, 基质匹配标准溶液的外标法定量, 在添加浓度为 0.01~5.0 mg/kg 时, 方法的准确度、灵敏度和精密度满足农药残留检测的要求。【结果】甲胺磷的最高检出浓度由 70.51 mg/kg 降低到 0.03 mg/kg, 超标率由 38.10% 降到 2.03%; 甲拌磷的最高检出浓度由 6.45 mg/kg 降低到 0.04 mg/kg, 超标率由 23.81% 降到 1.35%; 甲基对硫磷的最高检出浓度由 6.62 mg/kg 降低到 0.13 mg/kg, 超标率由 25.40% 降到 2.70%; 毒死蜱的最高检出浓度由 3.95 mg/kg 降低到 0.47 mg/kg, 超标率由 15.87% 降到 4.73%; 对硫磷的最高检出浓度由 22.69 mg/kg 降低到 0.03 mg/kg, 超标率由 15.08% 降到 1.35%。【结论】上述农药的最高残留检出浓度和超标率大幅降低, 但是韭菜中仍能检出少量残留。应加强安全综合防治技术的研发, 加强安全用药的宣传和指导, 保障韭菜产品安全。

关键词 超高效液相色谱-串联质谱, 韭菜, 化学农药, 残留, 食品安全

Pesticide residues and food safety of five organophosphorus pesticides used on Chinese chives

SONG Dan^{1**} LI Chuan-Ren¹ JIA Chun-Hong² ZHU Xiao-Dan² HE Min^{2***}

(1. College of Agriculture, Yangtze University, Jingzhou 434025, China; 2. Institute of Plant Protection and Environment Protection, Beijing Academy of Agricultural and Forestry Science, Beijing 100097, China)

Abstract [Objectives] To collect and analyze data on methamidophos, phorate, parathion-methyl, chlorpyrifos, and parathion residues on Chinese chives in Beijing, Tianjin, Hebei and Shandong provinces. Samples were collected from 2013 to 2016. [Methods] Samples were extracted by acetonitrile, cleaned in a solid phase extraction column packed with carbon (graphite), separated by ultra-performance liquid chromatography, detected by triple quadrupole detector in multi-reaction monitoring model, and quantitatively analyzed with an external standard method by matrix-match standard solution. The method was simple and reliable which could detect these pesticide residues in Chinese chives. [Results] The highest residue concentration of methamidophos decreased from 70.51 mg/kg to 0.03 mg/kg, and the over maximum residue limits (MRL) rate dropped from 38.10% to 2.03%. The highest residue concentration of phorate decreased from 6.45 mg/kg to 0.04 mg/kg and the over MRL rate dropped from 23.81% to 1.35%. The highest residue concentration of parathion-methyl decreased from 6.62 mg/kg to 0.13 mg/kg and the over MRL rate dropped from 25.40% to 2.70%. The highest residue concentration of chlorpyrifos decreased from 3.95 mg/kg to 0.47 mg/kg and the over MRL rate dropped from 15.87% to 4.73%. The highest residue concentration of parathion decreased from 22.69 mg/kg to 0.03 mg/kg and the over MRL rate dropped from 15.08% to 1.35%. [Conclusion] Highest residue concentrations and over MRL ratios of five organophosphorus pesticides in Chinese chives have markedly declined over the past 3 years, but residues of these pesticides can still be detected. To ensure the safety of Chinese chives, the government should strengthen daily supervision of pesticide use, promote integrated pest management and

*资助项目 Supported projects: 国家公益性行业(农业)科研专项(201303027); 国家重点研发计划项目(2016YFD0200204-2)

**第一作者 First author, E-mail: 1374758549@qq.com

***通讯作者 Corresponding author, E-mail: hemin800420@163.com

收稿日期 Received: 2016-11-01, 接受日期 Accepted: 2016-11-10

provide better education on the reasonable use of pesticides.

Key words ultra performance liquid chromatography-triple quadrupole mass spectrometry (UPLC-MS-MS), Chinese chives, chemical pesticide, residue, food safety

韭菜不仅具有较高的营养价值,还具有抗菌、抗突变、抗氧化的保健功能,是人们非常喜食食用的蔬菜之一。韭菜生长过程中易受韭蛆的危害,严重时能使韭菜产量损失 30%~80% (李文香等, 2015)。为保证韭菜的安全生产,韭蛆防治目前仍然以化学防治为主。由于韭菜属于小作物蔬菜,登记的杀虫剂只有吡虫啉、高效氯氟菊酯、辛硫磷和氟铃脲 4 种有效成分,远远不能满足生产的需要。在韭菜栽培过程中,滥用甲胺磷、甲拌磷、甲基对硫磷、对硫磷和毒死蜱的现象时有发生 (Wang *et al.*, 2009; Han *et al.*, 2015; He *et al.*, 2015; Zou *et al.*, 2016)。这些有机磷杀虫剂主要以灌根的方式投入韭菜生产,导致土壤中残留的农药量非常大,从土壤环境中吸收农药后的韭菜被消费者食用后,产生急性中毒事件时有发生,造成了非常不好的社会影响。为了评估韭菜中甲胺磷、甲拌磷、甲基对硫磷、对硫磷和毒死蜱的残留安全性,本实验室于 2013—2016 年,在北京、天津、河北和山东韭菜基地、大型超市和农贸市场陆续采集韭菜样品,开展了农药残留现状调查。

1 材料与方法

1.1 试剂与标准品

甲胺磷 (Methamidophos)、甲拌磷 (Phorate)、甲基对硫磷 (Parathion-methyl)、毒死蜱 (Chlorpyrifos)、对硫磷 (Parathion) 的农药标准品,纯度均大于 98%,百灵威化学技术有限公司;上述标准品用乙腈溶解,配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准溶液母液,置于 -20℃ 冰箱中避光贮存;乙腈、甲酸、乙酸 (色谱纯),美国 Fish 公司;石墨化炭黑 (GCB) 固相萃取柱,美国色谱科有限公司;所有提取用有机溶剂均为国产分析纯。

1.2 仪器与设备

超高效液相色谱-三重四级杆串联质谱

(Acquity-Xevo TQD, Waters 公司); MassLynx V4.1 SCN855 数据采集和处理系统; Acquity UPLC BEH C₁₈ 色谱柱 (粒径 1.7 μm, 100 mm×2.1 mm, Waters 公司); ZP-200 振荡仪 (太仓市实验设备厂); QL-901 漩涡混合器 (海门市其林贝尔仪器制造有限公司); Eppendorf 5415D 离心机 (德国 Eppendorf 公司); Foss 2094 样品均质机 (丹麦 Foss 有限公司); BUCHI-215 型旋转蒸发浓缩仪 (瑞士布琪公司); Filter Unit 滤膜 (0.22 μm, Waters 公司); 1/100 000 和 1/100 电子天平 (瑞士梅特勒-托利多集团); TDZ5-WS 台式低速离心机 (湖南湘仪仪器实验开发有限公司); 超声波清洗器 (昆山市超声仪器有限公司) 等。

1.3 方法

1.3.1 样品采集与制备 参照 NY/T 762-2004《蔬菜农药残留检测抽样规范》和 NY/T 789-2004《农药残留分析样本采样方法》,在北京、河北、天津和山东的主要韭菜生产基地、大型超市和农贸市场随机抽取韭菜作为检测样本。

当韭菜种植面积小于 6 670 m² 时,每 667~2 001 m² 设为一个抽样单元;当韭菜种植面积大于 6 670 m²,每 2 001~3 335 m² 设为一个抽样单元。当在韭菜大棚中抽样时,每个大棚为一个抽样单元。每个抽样单元内根据实际情况按对角线法、梅花点法、棋盘式法、蛇形法等方法采取样本,每个抽样单元内抽样点不应少于 5 个,随机抽取样品量不少于 500 g。大型超市和农贸市场的韭菜样品,每批样品采集 1~2 kg 作为一个样本。

韭菜植株先置于 -20℃ 冰柜中冷冻 24 h,然后均质机搅碎,四分法分取 200~300 g 样品 2 份,放入样品袋中制成 A、B 待测样,A 份样品马上测定,B 份样品作为备份样品。所有样品均置于 -20℃ 冰箱中贮存,待测定。

空白韭菜样品来自中国农科院蔬菜花卉研究所韭菜基地。

1.3.2 检测方法 样品用乙腈提取,石墨碳固相萃取小柱净化,超高效反相液相色谱分离,三重四级杆质谱检测,基质匹配标准溶液的外标法定量,具体步骤参考文献(罗梅梅等,2014)。

1.3.3 数据统计方法 数据主要用 Excel 进行统计分析。用灵敏度、准确度和精密度评价检测方法的有效性。我国《农药残留试验准则》规定用最小检出量(Limit of detection, LOD)和最低检测浓度(Limit of quantification, LOQ)表示方法的灵敏度;准确度用添加回收率(%)表示,必须进行至少 5 次重复;用相对标准偏差(Relative standard deviation, RSD)表示精密度, RSD^a 是指在同一天、同一批样品采用同一批试剂、同一条标准曲线测得的精密度,考察的是方法的重复性。日间精密度(RSD^b)指同样的检测分析方法,在不同时间、不同人员、不同条件下完成后获得的数据精密度,考察样品测定时仪器的性能、试剂、标准曲线、环境条件等发生微小变化而导致测定结果的变异情况。

1.3.4 安全性评价方法 以我国最新颁布的 NY/T 749-2012《绿色食品:韭菜》和 GB 2763-2014《食品中农药最大允许残留限量标准》为依据,评价韭菜中残留化学农药的安全性。我国未制定最大残留限量标准(Maximum residue limit, MRL)的农药,以 0.01 mg/kg 作为衡量标准或参考其他国家的最大允许残留限量标准。

2 结果与分析

2.1 方法的确证

开展了韭菜中甲胺磷、甲拌磷、甲基对硫磷、对硫磷、毒死蜱共 5 种农药的残留方法确证实验。以农药量(ng)为横坐标,定量离子的峰面积为纵坐标绘制标准曲线,5 种农药的标准溶液在 0.02 ~ 2.0 mg/L 范围内呈现出较好的线性,相关系数均大于 0.999。

称取韭菜样品,采用标准溶液加入法测定韭菜中 5 种化学农药的残留浓度,在添加浓度为 0.01 ~ 5.0 mg/kg 时,平均添加回收率($n=5$)为 70.1% ~ 118.9%, RSD^a 为 3.4% ~ 10.5%, RSD^b 为 2.6% ~ 9.7%, LOD 为 0.001 ~ 0.003 ng, LOQ

为 0.01 mg/kg。实验结果表明,使用的检测方法有较好的准确性和重现性,符合农药残留分析的要求,能应用于实际样品的检测。

2.2 5 个有机磷农药的残留

2013—2016 年,在北京、天津、河北和山东的韭菜基地、大型超市和农贸市场随机采取韭菜样品共 520 个,对样品中的甲胺磷、甲拌磷、甲基对硫磷、毒死蜱和对硫磷进行了农药残留测定。从检测结果看,近 5 年甲胺磷、甲拌磷等有机磷农药的最高残留浓度(表 1)和检出率呈下降趋势(图 1)。

2013 年的韭菜样品中,5 个有机磷农药的最高残留浓度大小顺序为:甲胺磷>对硫磷>甲基对硫磷>甲拌磷>毒死蜱,5 个农药的超标率为 15.08% ~ 37.10%,其中甲胺磷和对硫磷的残留检出最高浓度达到 70.51 mg/kg、22.69 mg/kg,食用残留浓度如此高的韭菜,容易造成急性中毒事故,2013 年采集的样品中,韭菜种植基地采集的样品检出的农药残留浓度最高,大型农贸市场次之,超市检出的最高残留浓度最低。

2014 年的韭菜样品中,5 个有机磷农药的最高残留浓度大小顺序为:甲胺磷>毒死蜱>甲基对硫磷>甲拌磷>对硫磷,5 个农药的超标率为 9.55% ~ 13.38%,甲胺磷和毒死蜱的最高残留浓度相对 2013 年,降低了 76.3%和 38.9%,其他 3 个农药的最高残留浓度均降低了 92%以上。2014 年采集的韭菜样品中,韭菜种植基地采集的样品检出的农药残留浓度最高,大型农贸市场和超市韭菜样品的最高检出浓度明显低于基地样品,但大型农贸市场和超市韭菜样品检出的农药残留差异性并不显著。

2015 年的韭菜样品中,甲胺磷、甲拌磷、甲基对硫磷、毒死蜱和对硫磷的最高残留浓度均小于 0.5 mg/kg,超标率均小于 10%。相对 2013 年的最高残留浓度,2015 年韭菜样品中 5 个农药的最高残留浓度降低了 99.6%、96.4%、98.0%、88.1%、99.6%,相对 2014 年的最高残留浓度,甲胺磷的残留浓度减少得非常明显,降低了 98.2%,甲拌磷、甲基对硫磷和毒死蜱的最高残留浓度也呈下降趋势,分别降低了 28.3%、73.8%、

表 1 韭菜中 5 个有机磷农药的残留量

Table 1 Concentration of five organophosphorus pesticides residue in Chinese chives

农药 Pesticide	最大残留限量值 *MRL (mg/kg)	残留浓度 Concentration (mg/kg)			
		2013	2014	2015	2016
甲胺磷 Methamidophos	0.05	0.01-70.51	0.01-16.73	0.01-0.30	0.01-0.03
甲拌磷 Phorate	0.01	0.01-6.45	0.01-0.32	0.01-0.23	0.01-0.04
甲基对硫磷 Parathion-methyl	0.02	0.01-6.62	0.01-0.50	0.01-0.13	0.01-0.25
毒死蜱 Chlorpyrifos	0.01	0.01-3.95	0.01-2.41	0.01-0.47	0.01-0.89
对硫磷 Parathion	0.01	0.01-22.69	0.01-0.04	0.01-0.08	0.01-0.03

*最大残留限量来源：GB 2763-2014 (食品中农药最大残留限量)。

MRLs is from GB 2763-2014 (Maximum residue limits for pesticides in food).

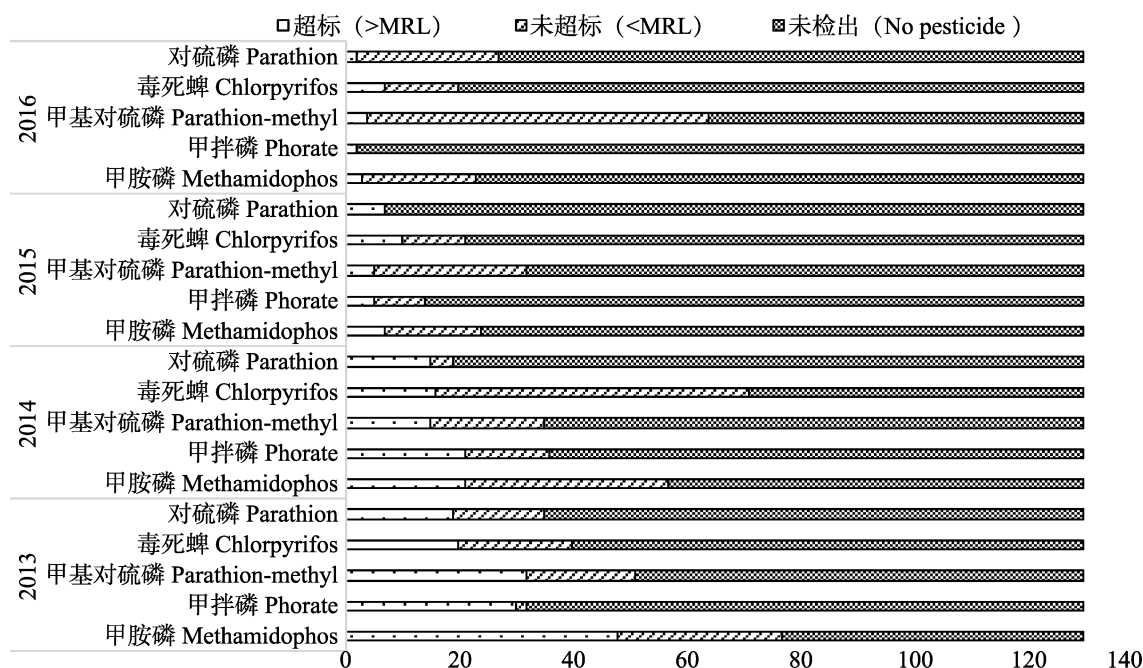


图 1 韭菜上甲胺磷、甲拌磷、甲基对硫磷、毒死蜱和对硫磷的残留情况分布图

Fig. 1 Residue distribution of methamidophos, phorate, parathion-methyl, chlorpyrifos and parathion on Chinese chives samples

80.6%，但对硫磷的最高残留浓度为 0.08 mg/kg，相比 2014 年的最高残留浓度 0.04 mg/kg，增加了一倍。2015 年采集的韭菜样品中，韭菜种植基地、大型农贸市场和超市韭菜样品的最高检出浓度差异性并不明显。

2016 年的韭菜样品中，5 个有机磷农药的超标率均小于 5%。甲胺磷、甲拌磷和对硫磷的最高残留浓度均小于 0.1 mg/kg，相对 2013 年的最高残留浓度，3 个农药的残留浓度均减少 99%以上；甲基对硫磷和毒死蜱的最高残留浓度相对于 2013 年的最高残留浓度，降低了 96.2%和 77.6%，但相对于 2015 年的最高残留浓度有所增加。

2016 年采集的韭菜样品中，韭菜种植基地、大型农贸市场和超市韭菜样品的最高检出浓度差异性并不明显。

3 结论与讨论

消费者有权了解蔬菜中化学农药污染的水平，本研究从 2013 年开始，连续 4 年监测了韭菜上甲胺磷、甲拌磷、甲基对硫磷、毒死蜱和对硫磷的残留，虽然 5 种有机磷农药的残留浓度、检出率和超标率近 3 年呈下降趋势，但仍然能检出上述农药残留，且有超标现象（残留浓度大于

MRL)。目前国内外针对韭菜的化学农药残留监测已有报道(Han *et al.*, 2015; Zou *et al.*, 2016), 但并未同时监测甲胺磷、甲拌磷、甲基对硫磷、毒死蜱和对硫磷残留。本研究中监测的韭菜样品, 2016 年的农药残留检出率<19%, 超标率<5%, 与发达国家针对单一蔬菜的检出率和超标率基本相似, 残留检出以混合农药残留为主(Chang *et al.*, 2005; Claeyes *et al.*, 2008; Tuan *et al.*, 2009; Van Boxtael *et al.*, 2013; Wanwimolruk *et al.*, 2015a, 2015b, 2016)。混合农药残留是否会产生协同效应导致膳食摄入风险增加还不确定, 本研究结果提醒相关管理部门应关注小作物韭菜的化学农药使用, 有的放矢的加强高风险农药的日常监测力度。

从检测结果看, 甲胺磷、甲拌磷、甲基对硫磷、对硫磷和毒死蜱在韭菜生产中仍有使用。但 3 年来, 这些高毒农药的检出率和最高残留浓度大幅降低, 这与根蛆害虫综合防治技术研发实力逐步加强密切相关, 如韭菜迟眼熏蚊的行为学研究日益深入(Li *et al.*, 2007; Chen *et al.*, 2015; 陶云荔等, 2015; Yang *et al.*, 2015; 周琳等, 2015; 谢超等, 2016; 周仙红等, 2016a), 黑色粘胶板、臭氧水防治韭菜迟眼熏蚊技术得到广泛应用(王占霞等, 2015; 周仙红等, 2016b), 植物源、微生物源、昆虫生长调节剂和病原线虫等生物防治韭蛆技术(安连菊等, 2012; Ma *et al.*, 2013; 白光瑛等, 2015; 陈浩等, 2016) 和新型高效低毒化学农药防治韭蛆技术得到大力开发(陈澄宇等, 2014; Zhang *et al.*, 2014, 2015; 李慧等, 2016)。与此同时, 我国颁布了新的《农药管理条例》, 违规使用高毒农药的相关法律法规会更严格地执行, 以上措施都有力的保障了韭菜的安全生产。

本研究只重点监测了韭菜上 5 个高毒禁用农药的残留, 而在韭菜生产中, 登记农药或者其它化学农药的使用情况如何, 还需要深入研究。只有对韭菜上化学农药的残留和使用情况有比较深入的了解, 才能更好地评估化学农药对韭蛆的防效、抗性等问题, 才能更好的指导农民合理使用农药, 同时相关研究结果能为韭菜根蛆害虫综合防治技术的开发利用提供科学参考。

参考文献 (References)

- An LJ, Jia LP, Yuan WB, Wang X, Chen LF, Song DM, Xu YP, Cui XY, Zheng LB, 2012. Effect of entomopathogenic nematodes on controlling *Bradysia Odoriphaga* Yang et Zhang and soil nematode community. *Journal of Agro-Environment Science*, 31(5): 898–903. [安连菊, 贾令鹏, 阮维斌, 王欣, 陈龙飞, 宋东民, 许远蓓, 崔希洋, 郑连斌, 2012. 昆虫病原线虫对韭蛆和土壤线虫群落的影响. 农业环境科学学报, 31(5): 898–903.]
- Bai GY, Ma HK, Wang XY, Wu LL, Shen GS, Gu XS, Yuan WB, 2015. Research progress on controlling *Bradysia Odoriphaga* by entomopathogenic nematodes. *China Plant Protection*, 35(4): 25–33. [白光瑛, 马海鲲, 王孝莹, 吴林林, 沈广爽, 谷希树, 阮维斌, 2015. 利用昆虫病原线虫防治韭菜迟眼熏蚊的研究进展. 中国植保导刊, 35(4): 25–33.]
- Chang JM, Chen TH, Fang TJ, 2005. Pesticide residue monitoring in marketed fresh vegetables and fruits in central Taiwan (1999–2004) and an introduction to the HACCP system. *Journal of Food and Drug Analysis*, 13(4): 368–376.
- Chen CY, Zhao YH, Li Hui, Zhang P, Mu W, Liu F, 2014. Biological activity of benzothiazole against *Bradysia Odoriphaga* (Diptera: Sciaridae) at different developmental stages. *Acta Entomologica Sinica*, 57(1): 45–51. [陈澄宇, 赵云贺, 李慧, 张鹏, 慕卫, 刘峰, 2014. 苯并噻唑对不同虫态韭菜迟眼熏蚊的生物活性. 昆虫学报, 57(1): 45–51.]
- Chen H, Wang YT, Zhou XH, Gao HH, Zhai YF, Yu Y, 2016. Status and prospect on biological control of *Bradysia Odoriphaga*. *Shandong Agricultural Sciences*, 48(3): 158–161. [陈浩, 王玉涛, 周仙红, 高欢欢, 翟一凡, 于毅, 2016. 韭菜迟眼熏蚊生物防治研究现状与展望. 山东农业科学, 48(3): 158–161.]
- Chen HL, Lin LL, Xie MH, Zhang GL, Su WH, 2015. De novo sequencing and characterization of the *Bradysia Odoriphaga* (Diptera: Sciaridae) larval transcriptome. *Comparative Biochemistry and Physiology D-Genomics & Proteomics*, 16: 20–27.
- Han YT, Zou N, Song L, Li YJ, Qin YH, Liu SW, Lib XS, Pan CP, 2015. Simultaneous determination of 70 pesticide residues in leek, leaf lettuce and garland chrysanthemum using modified QuEChERS method with multi-walled carbon nanotubes as reversed-dispersive solid-phase extraction materials. *Journal of Chromatography B-Analytical Technologies in the Biomedical and Life Sciences*, 1005(11): 56–64.
- He ZY, Chen SS, Wang L, Peng Y, Luo M, Wang WW, Liu XW, 2015. Multiresidue analysis of 213 pesticides in leek and garlic using QuEChERS-based method and gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 407(9): 2637–2643.
- Li H, Zhao YH, Wang QH, Liu F, Mu W, 2016. Toxic characters and toxicity of hexaflumuron against *Bradysia odoriphaga* Yang et Zhang (Diptera: Sciaridae) at different developmental stages. *Journal of Plant Protection*, 43(4): 670–676. [李慧, 赵云贺, 王

- 秋红, 刘峰, 慕卫, 2016. 氟铃脲对韭菜迟眼蕈蚊不同虫态的致毒特点及毒力. 植物保护学报, 43(4): 670–676.]
- Li WX, Yang YT, Wu QJ, Xu BY, Wang SL, Zhang YJ, 2015. Research progress on *Bradysia odoriphaga* Yang et Zhang (Diptera: Sciaridae). *Plant Protection*, 41(5): 8–12. [李文香, 杨玉婷, 吴青君, 徐宝云, 王少丽, 张友军, 2015. 韭菜迟眼蕈蚊研究进展. 植物保护, 41(5): 8–12.]
- Li HJ, He XK, Zeng AJ, Liu YJ, Jiang SR, 2007. *Bradysia odoriphaga* copulatory behavior and evidence of a female sex pheromone. *Journal of Agricultural and Urban Entomology*, 24(1): 27–34.
- Luo MM, Zhu XD, He M, Tie BQ, Wang D, 2014. Determination of 4 insecticides residues in leek by ultra performance liquid chromatography-mass spectrometry. *Pesticide*, 53(11): 820–824. [罗梅梅, 朱晓丹, 贺敏, 铁柏清, 王东, 2014. 超高效液相色谱-串联质谱法检测韭菜中 4 种杀虫剂残留. 农药, 53(11): 820–824.]
- Ma J, Chen SL, Moens M, Han RC, Clercq PD, 2013. Efficacy of entomopathogenic nematodes (Rhabditida: Steinernematidae and Heterorhabditidae) against the chive gnat, *Bradysia odoriphaga*. *Journal of Pest Science*, 86(3): 551–561.
- Tao YL, Guo YN, Wang J, Li LL, Yu Y, Chu D, 2015. Detection and identification of wolbachia in *Bradysia odoriphaga* (Diptera: Sciaridae) populations from Shandong Province, China. *Acta Entomologica Sinica*, 58(4): 454–459. [陶云荔, 郭雅男, 王静, 李丽莉, 于毅, 褚栋, 2015. 山东不同地区韭菜迟眼蕈蚊共生菌 Wolbachia 的检测及鉴定. 昆虫学报, 58(4): 454–459.]
- Tuan SJ, Tsai HM, Hsu SM, Li HP, 2009. Multiresidue Analysis of 176 Pesticides and metabolites in pre-harvested fruits and vegetables for ensuring food safety by gas chromatography and high performance liquid chromatography. *Journal of Food and Drug Analysis*, 17(3): 163–177.
- Van Boxstae LS, Habib I, Jaxsens L, De Vocht M, Baert L, Van de Perre E, Rajkovic A, Lopez-Galvez F, Sampers I, Spanoghe P, De Meulenaer B, Uyttendaele M, 2013. Food safety issues in fresh produce: Bacterial pathogens, viruses and pesticide residues indicated as major concerns by stakeholders in the fresh produce chain. *Food Control*, 32(1): 190–197.
- Wang ZX, Fan F, Wang ZY, Han YH, Yang XF, Wei GS, 2015. Effects of environmental color on biological characteristics of *Bradysia odoriphaga* (Diptera: Sciaridae). *Acta Entomologica Sinica*, 58(5): 553–558. [王占霞, 范凡, 王忠燕, 韩艳华, 杨小凡, 魏国树, 2015. 环境颜色对韭菜迟眼蕈蚊生物学特性的影响. 昆虫学报, 58(5): 553–558.]
- Wang SL, Yang SP, Ren LP, Qian CF, Liu FM, Jiang SR, 2009. Determination of organophosphorus pesticides in leeks (*Allium porrum* L.) by GC-FPD. *Chromatographia*, 69(1/2): 79–84.
- Wanwimolruk S, Phopin K, Boonpangrak S, Prachayasittikul V, 2016. Food safety in Thailand 4: comparison of pesticide residues found in three commonly consumed vegetables purchased from local markets and supermarkets in Thailand. *PeerJ*, DOI 10.7717/peerj.2432.
- Wanwimolruk S, Kanchanamayoon O, Phopin K, Prachayasittikul V, 2015a. Food safety in Thailand 2: Pesticide residues found in Chinese kale (*Brassica oleracea*), a commonly consumed vegetable in Asian countries. *Science of the Total Environment*, 532: 447–455.
- Wanwimolruk S, Kanchanamayoon O, Boonpangrak S, Prachayasittikul V, 2015b. Food safety in Thailand 1: it is safe to eat watermelon and durian in Thailand. *Environmental Health and Preventive Medicine*, 20(3): 204–215.
- Xie C, He M, Li CR, 2016. Occurrence characteristics of *Bradysia odoriphaga* in Jiangnan plain area. *Journal of Environmental Entomology*, 38(3): 535–540. [谢超, 贺敏, 李传仁, 2016. 江汉平原地区韭菜迟眼蕈蚊的发生特点. 环境昆虫学报, 38(3): 535–540.]
- Yang YT, Li WX, Xie W, Wu QJ, Xu BY, Wang SL, Li CR, Zhang YJ, 2015. Development of *Bradysia odoriphaga* (Diptera: Sciaridae) as affected by humidity: an age-stage, two-sex, life-table study. *Applied Entomology and Zoology*, 50(1): 3–10.
- Zhang P, Liu F, Mu W, Wang QH, Li H, 2015. Comparison of *Bradysia odoriphaga* Yang and Zhang reared on artificial diet and different host plants based on an age-stage, two-sex life table. *Phytoparasitica*, 43(1): 107–120.
- Zhang P, Liu F, Mu W, Wang QH, Li H, Chen CY, 2014. Life table study of the effects of sublethal concentrations of thiamethoxam on *Bradysia odoriphaga* Yang and Zhang. *Pesticide Biochemistry and Physiology*, 111(1): 31–37.
- Zhou L, Li JL, Wang DL, Lu MX, Feng FY, Yu XY, 2015. Emergence rhythm and oviposition behavior of *Bradysia odoriphaga*. *Journal of Henan Agricultural University*, 49(4): 482–487. [周琳, 李俊领, 王冬兰, 陆梦晓, 冯发运, 余向阳, 2015. 韭菜迟眼蕈蚊的羽化节律与产卵习性. 河南农业大学学报, 49(4): 482–487.]
- Zhou XH, Zhang SC, Zhuang QY, Zhai YF, Yu Y, 2016a. Comparison of trapping methods on *Bradysia odoriphaga* adults under different cultivation patterns. *Plant Protection*, 42(1): 243–248. [周仙红, 张思聪, 庄乾营, 翟一凡, 于毅, 2016. 不同栽培模式下韭菜迟眼蕈蚊诱集方法比较. 植物保护, 42(1): 243–248.]
- Zhou XH, Liu JK, Jia Y, Cao X, Zhuang QY, Yu Y, 2016b. Use of ozone water prevention and control of *Bradysia odoriphaga*. *China vegetables*, (8): 85–87. [周仙红, 刘家魁, 贾湧, 曹雪, 庄乾营, 于毅, 2016. 利用臭氧水防治韭菜迟眼蕈蚊. 中国蔬菜, (8): 85–87.]
- Zou N, Han YT, Li YJ, Qin YH, Gu KJ, Zhang JR, Pan CP, Li XS, 2016. Multiresidue method for determination of 183 pesticide residues in leeks by rapid multipug filtration cleanup and gas chromatography-tandem mass spectrometry. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 64(31): 6061–6070.