

鸡蛋、鸡肉及奶粉中 22 种有机氯农药残留的测定

常利民¹, 张洋², 汪春明², 施鹏斐¹, 王姝苇²

(1. 中国检验检疫科学研究院 综合检测中心, 北京 100020; 2. 中检科(北京)测试技术有限公司, 北京 100020)

摘要: 建立了在鸡蛋、鸡肉和奶粉中同时测定 22 种有机氯农药残留的方法。样品经乙腈提取、Captiva EMR-Lipid 固相萃取柱净化、正己烷复溶后, 用气相色谱仪检测, 外标法定量。在 0.005~0.2 mg/L 范围内, 22 种有机氯农药的质量浓度与其对应的峰面积之间线性关系良好, R^2 均大于 0.995。在 0.01、0.02、0.1 mg/kg 3 个添加水平下, 重复测定 6 次, 22 种有机氯农药的回收率均在 60%~110%, RSD 均小于 10%, 符合 GB 27404—2008 的实验室内变异系数要求。该方法能够有效去除鸡蛋、鸡肉和奶粉中的动物脂肪及亲脂性干扰物, 方法灵敏度、准确度和精密度均符合农药残留检测的要求, 为有效监测鸡蛋、鸡肉和奶粉中有机氯农药残留量提供了一种高效、可靠的分析手段。

关键词: 固相萃取; 气相色谱仪(具有 ECD 检测器); 动物脂肪; 有机氯农药残留

中图分类号: O 657.7; TQ 450.7 文章编号: 1673-1689(2022)05-0098-08 DOI: 10.3969/j.issn. 1673-1689.2022.05.012

Determination of 22 Organochlorine Pesticides in Egg, Chicken and Milk Powder

CHANG Limin¹, ZHANG Yang², WANG Chunming², SHI Pengfei¹, WANG Shuwei²

(1. Comprehensive Test Center, Chinese Academy of Inspection and Quarantine, Beijing 100123, China; 2. CAIQ TEST Beijing CO., Ltd, Beijing 100020, China)

Abstract: A method for simultaneous determination of 22 organochlorine pesticides residues in eggs, chicken and milk powder was established. The samples were extracted by acetonitrile solution, purified by Captiva EMR-Lipid solid phase extraction column, determined by gas chromatography (ECD) after n-hexane dissolution, and quantified with external standard method. The results showed that the linear relationship between the mass concentration of 22 organochlorine pesticides and their corresponding peak areas were good in the range of 0.005~0.2 mg/L, and the R^2 were greater than 0.995. At spiked levels of 0.01, 0.02, 0.1 mg/kg, the recoveries of 22 organochlorine pesticides were between 60%~100% with RSD less than 10% after 6 repeated determinations, fitting the coefficient of variation in laboratory according to GB 27404-2008. This method could effectively remove animal fat and lipophilic interference in eggs, chicken and milk powder. Besides, the sensitivity, accuracy and precision of this method could meet the requirements of pesticides residue detection, providing an efficient and reliable analytical method for monitoring organochlorine pesticide residues in eggs, chicken and milk powder.

Keywords: solid phase extraction, gas chromatograph (with ECD detector), animal fat, organochlorine pesticide residues

收稿日期: 2021-03-09

作者简介: 常利民(1991—), 女, 工程师, 主要从事农药残留检测方面的研究。E-mail: 930378229@qq.com

随着人民生活水平的提高,鸡蛋、鸡肉、奶粉成为百姓生活中常见的食品,但农业作业过程中农药的使用会导致养殖和加工环境以及环境介质的污染,从而引起鸡蛋、鸡肉、奶粉中农药污染物的残留,如有机氯农药残留物、多氯联苯等。部分农药会随着食物链的传递,在人体内富集,长期累积会使机体增加致癌、致畸和致突变的风险^[1-2]。为了更有效地规范禽肉类、蛋类等脂肪类样品中农药残留限量,中国国家标准 GB 2763—2019《食品安全国家标准食品中农药最大残留限量》^[3] 中明文规定了禽肉类、蛋类中农药残留的限量。禽肉类、蛋类样品中脂肪含量较高,增加了准确检测农药残留的难度。脂肪和亲脂性干扰物会在色谱柱和气相色谱仪中积聚,从而降低仪器灵敏度、缩短了色谱柱及仪器的使用寿命^[4-6],对结果判定造成一定的干扰。目前检测含脂肪及亲脂性干扰物的样品中农药残留的前处理方法有凝胶渗透色谱法^[7-8]、液液萃取冷冻脱脂法^[9-10]、Qu EChERS 法^[4]、固相萃取法^[6,11]和硫酸磺化法^[12]等。

凝胶渗透色谱法设备昂贵、操作过程复杂,耗时长且试剂用量大,不适合大批量样品的快速测定,不适合推广;液液萃取冷冻脱脂法耗时长,对环境温度要求也较高,夏天操作效果不太理想;Qu EChERS 法虽然操作简单、耗时短,但除脂效果有限,对气相色谱仪干扰明显;硫酸磺化法除脂效果明显、耗时短,但是对于含不饱和键的目标化合物,硫酸的氧化作用会使其变性^[15];而固相萃取法作为一种成熟有效的前处理方法,已被广泛运用在水产品、植物油、牛肉、蔬菜等样品的前处理过程中^[6,9-11,13,25-26]。

为了在有效除去脂肪及亲脂性干扰物的同时提高目标化合物的回收率,作者选择增强型脂质去除产品 Captiva EMR-Lipid 固相萃取柱,对比了传统的磺化法,以验证其在鸡蛋、鸡肉和奶粉中有机氯农药残留分析中的可行性。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

实验所用仪器见表 1,试剂见表 2。

表 1 仪器

Table 1 Instruments

序号	名称	制造商
1	Agilent7890 气相色谱仪(GC)	美国 Agilent 公司
2	HP-5 气相色谱柱(30 m×0.25 mm,0.25 μm)	美国 Agilent 公司
3	DB-1701 气相色谱柱(30 m×0.25 mm,0.25 μm)	美国 Agilent 公司
4	移液枪	德国 Eppendorf 公司
5	VORTEX GENIE2 涡旋混匀器	美国 Scientific Industries 公司
6	CR21N 离心机	日本 HITACHI 公司
7	SR-2DS 振荡器	日本 TAITEC 公司
8	EVA50A 氮吹仪	中国普立泰科公司
9	VISIPREP DL 固相萃取装置	美国 SUPELCO 公司
10	XS105&PL303 分析天平	瑞士 METTLER TOLEDO 公司
11	Milli-Q 超纯水系统	美国 Millipore 公司

表 2 试剂

Table 2 Reagents

序号	名称	制造商
1	22 种农药标准品(纯度≥95%)	德国 Dr Ehrenstorfer 公司
2	乙腈(色谱纯)	美国 Fisher 公司
3	正己烷(色谱纯)	美国 Fisher 公司
4	氯化钠(分析纯)	国药集团化学试剂有限公司
5	无水硫酸钠(分析纯)	国药集团化学试剂有限公司
6	硫酸(分析纯)	国药集团化学试剂有限公司
7	Captiva EMR-Lipid 固相萃取柱(1 g,6 mL)	美国 Agilent 公司

1.2 样品前处理

1.2.1 磺化法 称取 2 g 样品,加 5 mL 超纯水剧烈涡旋 30 s,用 20 mL 乙腈振荡提取 20 min 后加 1.5 g 氯化钠涡旋 1 min,5 000 r/min 离心 5 min;取 10 mL 上清液于氮吹管中,40 ℃氮吹至近干,3 mL 正己烷复溶两次收集于 15 mL 离心管,加入 5 mL 硫酸,缓慢摇晃,静置 30 min 待分层(如有乳化现象,可超声或冷冻使其完全分层),4 000 r/min 离心 3 min,取正己烷层于 15 mL 离心管,加入 3 mL 10%硫酸钠溶液,涡旋 1 min,4 000 r/min 离心 3 min,取正己烷层于氮吹管,40 ℃氮吹至近干,1 mL 正己烷复溶,待气相色谱仪检测。

1.2.2 Captiva EMR-Lipid 固相萃取法 称取 2 g 样品,加 5 mL 超纯水剧烈涡旋 1 min,用 20 mL 乙腈振荡提取 20 min,加 1.5 g 氯化钠涡旋 1 min,5 000 r/min 离心 5 min;取 10 mL 上清液于氮吹管中,40 ℃氮吹至近 4 mL,加入 1 mL 超纯水涡旋混匀,全部转移到 Captiva EMR-Lipid 固相萃取柱中(5 mL 乙腈、5 mL 超纯水活化),再用 2 mL 乙腈-水(体积比 4:1)^[6]溶液洗脱 Captiva EMR-Lipid 固相萃取柱 2 次,收集全部流出液于内含 1 g 氯化钠的 15 mL 离心管中,流至近干后用吸耳球吹干;流出液(大约 8.5 mL)涡旋 30 s,静置分层,取上清液于 40 ℃下氮吹至近干,1 mL 正己烷复溶,待气相色谱仪检测。

1.3 标准溶液配制

1.3.1 标准储备溶液 分别准确称取不低于 10 mg 标准品于 10 mL 容量瓶中,用丙酮溶解至刻度线,得到适当浓度的标准储备液。

1.3.2 标准混合溶液 准确吸取适量的标准储备液于 10 mL 容量瓶中,得到 10 mg/L 标准混合溶液,之后再逐级稀释为 1.0 mg/L 标准混合溶液。

1.3.3 标准工作溶液 准确吸取适量 1.0 mg/L 标准混合溶液,用正己烷逐级稀释成质量浓度为 0.005、0.01、0.02、0.05、0.1、0.2 mg/L 的系列标准工作溶液。

1.4 检测条件

气相色谱条件:进样口温度 250 ℃;进样量 1 μ L;载气为氮气(纯度 $\geq$ 99.999%),流量 1 mL/min。升温程序:初始温度 50 ℃,以 15 ℃/min 升至 215 ℃,保持 1 min,再以 2 ℃/min 升至 220 ℃,保持 1 min,然后以 5 ℃/min 升至 250 ℃,保持 7 min,最后以 40 ℃/min 升至 260 ℃,保持 2 min。

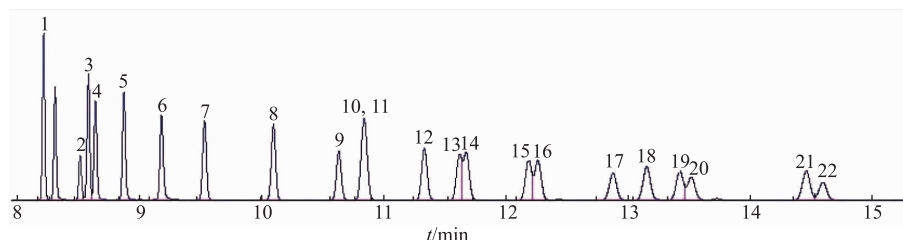
1.5 添加回收试验

根据 GB 2763—2019,禽类、蛋类中有机氯农药的最大残留限量基本在 0.05 mg/kg 以上,其中硫丹、氯丹、DDT、六六六是各分量之和的限量。为了更好地满足最大残留限量需求,本研究向鸡蛋、鸡肉、奶粉中准确添加标准混合溶液,使其添加质量分数分别为 0.01、0.02、0.1 mg/kg,每个水平重复 6 次。按 1.2.2 和 1.4 节进行前处理和仪器测定,计算平均回收率(REC)和相对标准偏差(RSD)。

2 结果与分析

2.1 气相色谱条件的建立

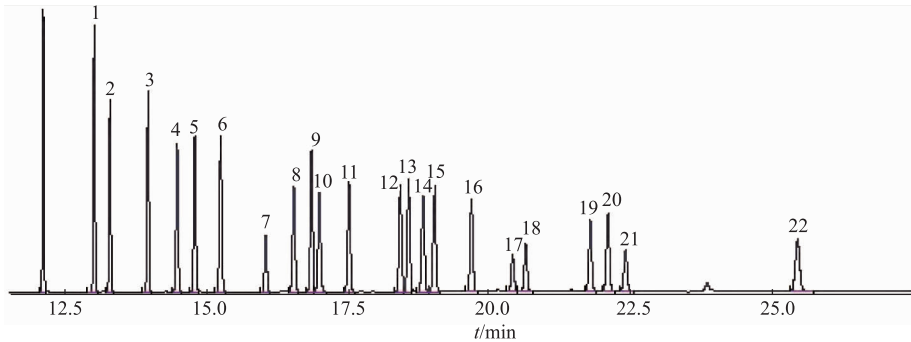
由于有机氯类农药属弱极性化合物,因此在色谱分析过程中一般选用弱极性的 HP-5 色谱柱,采用 HP-5 色谱柱分析后的色谱图见图 1。 α -硫丹和顺式氯丹、p,p'-DDE 和狄氏剂、p,p'-DDD 和 o,p'-DDT、硫丹硫酸盐和 p,p'-DDT 之间的分离度并不理想。选择中等极性的 DB-1701 色谱柱分析后的色谱图见图 2,22 种有机氯化合物的分离度和峰形比 HP-5 色谱柱更为理想。因此选择 DB-1701 色谱柱进行测定,线性方程和相关系数见表 3。



1. α -六六六;2. β -六六六;3. γ -六六六;4.五氯硝基苯;5. δ -六六六;6.五氯苯胺;7.七氯;8.异艾氏剂;9.艾氏剂;10.氧氯丹;11.环氧七氯;12.反式氯丹;13. α -硫丹;14.顺式氯丹;15.p,p'-DDE;16.狄氏剂;17.异狄氏剂;18. β -硫丹;19.p,p'-DDD;20.o,p'-DDT;21.硫丹硫酸盐;22.p,p'-DDT。

图 1 22 种有机氯农药色谱图(HP-5 色谱柱)

Fig. 1 Chromatography of 22 organochlorine pesticides(HP-5 Capillary column)



1. α -六六六;2.五氯硝基苯;3. γ -六六六;4.七氯;5.五氯苯胺;6.艾氏剂;7. β -六六六;8.异艾氏剂;9. δ -六六六;10.氧氯丹;11.环氧七氯;12. α -硫丹;13.反式氯丹;14.顺式氯丹;15. p,p'-DDE;16.狄氏剂;17.异狄氏剂;18. o,p'-DDT;19. p,p'-DDD;20. β -硫丹;21. p,p'-DDT;22.硫丹硫酸盐。

图 2 22 种有机氯农药色谱图(DB-1701 色谱柱)

Fig. 2 Chromatography of 22 organochlorine pesticides(DB-1701 Capillary column)

表 3 线性方程和相关系数

Table 3 Linear equations and correlation coefficients

序号	名称	回归方程	相关系数 R^2
1	α -六六六	$y=2\ 530\ 780x-7\ 898.126\ 59$	0.999 21
2	五氯硝基苯	$y=1\ 579\ 520x-177.734\ 46$	0.998 62
3	γ -六六六	$y=2\ 145\ 030x-5\ 248.983\ 38$	0.999 63
4	七氯	$y=1\ 945\ 610x-4\ 673.114\ 76$	0.999 58
5	五氯苯胺	$y=1\ 783\ 700x-811.422\ 51$	0.999 97
6	艾氏剂	$y=1\ 745\ 150x-959.567\ 75$	0.999 78
7	β -六六六	$y=734\ 726.1x-633.372\ 87$	0.999 97
8	异艾氏剂	$y=1\ 309\ 690x-1\ 076.668\ 75$	0.999 37
9	δ -六六六	$y=2\ 030\ 030x-4\ 628.495\ 42$	0.999 76
10	氧氯丹	$y=1\ 469\ 930x-1\ 302.812\ 70$	0.999 98
11	环氧七氯	$y=1\ 646\ 800x-2\ 532.384\ 64$	0.999 83
12	α -硫丹	$y=1\ 612\ 180x-2\ 154.746\ 77$	0.999 86
13	反式氯丹	$y=1\ 728\ 040x-2\ 709.687\ 64$	0.999 90
14	顺式氯丹	$y=1\ 491\ 220x-3\ 495.332\ 80$	0.999 52
15	p,p'-DDE	$y=1\ 546\ 940x-3\ 525.057\ 24$	0.999 55
16	狄氏剂	$y=1\ 470\ 010x-3\ 145.091\ 87$	0.999 70
17	异狄氏剂	$y=1\ 157\ 460x-3\ 213.432\ 70$	0.999 55
18	o,p'-DDT	$y=903\ 022.4x-2\ 676.772\ 71$	0.999 62
19	p,p'-DDD	$y=960\ 703.9x-1\ 625.801\ 19$	0.999 80
20	β -硫丹	$y=1\ 272\ 590x-1\ 420.573\ 77$	0.999 96
21	p,p'-DDT	$y=882\ 362.6x-4\ 692.446\ 00$	0.998 50
22	硫丹硫酸盐	$y=1\ 094\ 140x-1\ 363.963\ 86$	0.998 88

2.2 前处理方法的选择

图 3 为空白鸡肉样品经硫酸磺化和 Captiva EMR-Lipid 固相萃取柱净化的色谱图对比。图 4~5 分别为样品加标后经硫酸磺化和 Captiva EMR-

Lipid 固相萃取柱净化的色谱图。向鸡肉中准确添加 0.05 mg/kg 的混合标准溶液,重复 6 次,分别进行前处理,得出的平均回收率 (REC) 和相对标准偏差 (RSD)见表 4。

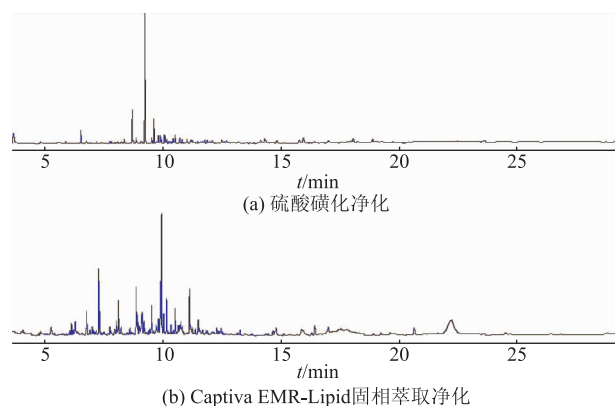
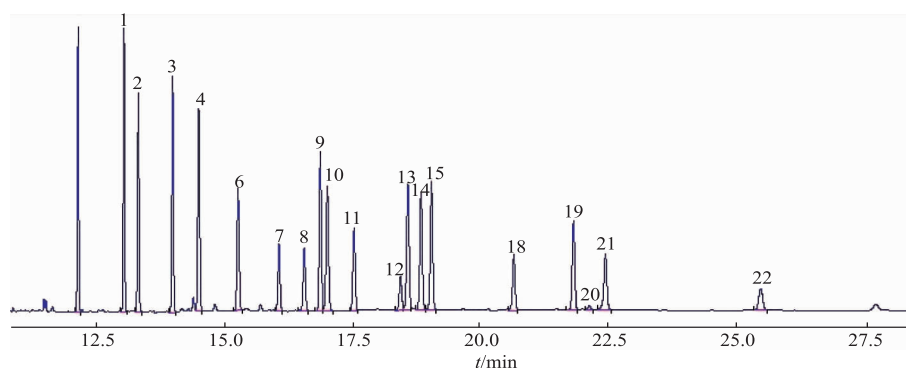


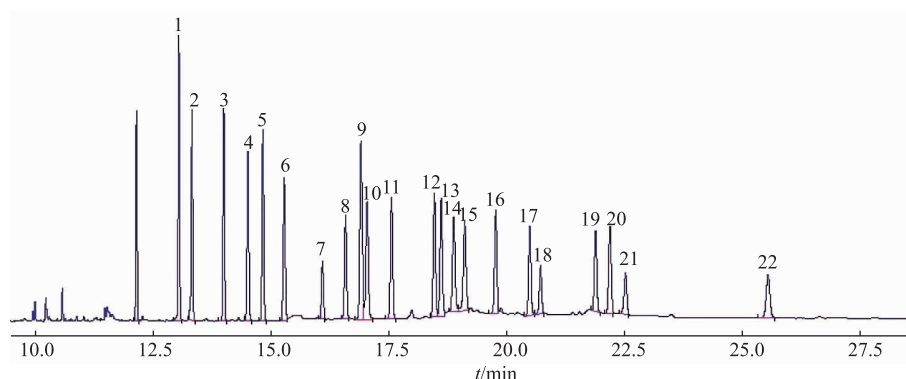
图3 硫酸磺化净化和 Captiva EMR-Lipid 固相萃取净化
Fig. 3 Sulfonation of concentrated sulfuric acid and Captiva EMR-Lipid solid phase extraction

由图 4~5 和表 4 可知, 硫酸磺化净化效果比 Captiva EMR-Lipid 固相萃取柱好, 但会使五氯苯胺、狄氏剂、异狄氏剂回收率为 0, 且艾氏剂、异艾氏剂、环氧七氯、 α -硫丹、 β -硫丹、硫丹硫酸盐回收率不足 60%, 未到达 GB27404—2008 要求, 而采用 Captiva EMR-Lipid 固相萃取柱净化, 22 种有机氯农药回收率均在 60%~110%, 符合要求。因此在测定含脂肪样品中的有机氯农药残留时, 推荐选用 Captiva EMR-Lipid 固相萃取柱作为净化材料, 3 种基质添加回收的 REC 和 RSD 见表 5。



1. α -六六六; 2. 五氯硝基苯; 3. γ -六六六; 4. 七氯; 5. 五氯苯胺; 6. 艾氏剂; 7. β -六六六; 8. 异艾氏剂; 9. δ -六六六; 10. 氧氯丹; 11. 环氧七氯; 12. α -硫丹; 13. 反式氯丹; 14. 顺式氯丹; 15. p,p'-DDE; 16. 狄氏剂; 17. 异狄氏剂; 18. o,p'-DDT; 19. p,p'-DDD; 20. β -硫丹; 21. p,p'-DDT; 22. 硫丹硫酸盐。

图4 硫酸磺化净化色谱图
Fig. 4 Sulfonation purification of concentrated sulfuric acid



1. α -六六六; 2. 五氯硝基苯; 3. γ -六六六; 4. 七氯; 5. 五氯苯胺; 6. 艾氏剂; 7. β -六六六; 8. 异艾氏剂; 9. δ -六六六; 10. 氧氯丹; 11. 环氧七氯; 12. α -硫丹; 13. 反式氯丹; 14. 顺式氯丹; 15. p,p'-DDE; 16. 狄氏剂; 17. 异狄氏剂; 18. o,p'-DDT; 19. p,p'-DDD; 20. β -硫丹; 21. p,p'-DDT; 22. 硫丹硫酸盐。

图5 Captiva EMR-Lipid 固相萃取净化色谱图
Fig. 5 Captiva EMR-Lipid solid phase extraction purification

表4 鸡肉加标回收率、精密度($n=6$,浓硫酸磺化和 Captiva EMR-Lipid 固相萃取净化)

Table 4 Recovery and precision of 22 organochlorine pesticides residues in chicken ($n=6$,Sulfonation of concentrated sulfuric acid and Captiva EMR-Lipid solid phase extraction)

序号	农药	硫酸磺化		Captiva EMR-Lipid 固相萃取	
		REC/%	RSD	REC/%	RSD
1	α -六六六	70.1	3.8	69.2	4.4
2	五氯硝基苯	84.2	4.6	80.0	5.3
3	γ -六六六	72.4	3.7	67.4	4.1
4	七氯	79.0	3.9	65.9	6.1
5	五氯苯胺	0	0	78.2	5.1
6	艾氏剂	49.5	9.6	63.2	5.2
7	β -六六六	73.7	2.9	67.4	3.3
8	异艾氏剂	40.3	12.2	72.7	3.9
9	δ -六六六	68.8	2.3	75.3	9.9
10	氧氯丹	79.7	5.1	78.3	4.2
11	环氧七氯	44.8	8.7	71.9	4.5
12	α -硫丹	21.0	10.2	76.6	4.7
13	反式氯丹	74.0	3.0	71.9	3.9
14	顺式氯丹	81.2	2.4	79.6	1.2
15	p,p'-DDE	80.6	2.7	76.4	2.4
16	狄氏剂	0	0	74.3	2.7
17	异狄氏剂	0	0	83.9	3.4
18	o,p'-DDT	73.1	6.2	63.1	3.1
19	p,p'-DDD	80.2	9.9	93.0	6.8
20	β -硫丹	48.9	11.6	79.5	1.6
21	p,p'-DDT	79.0	7.6	64.1	4.0
22	硫丹硫酸盐	37.1	6.5	63.2	5.3

表5 鸡蛋、鸡肉、奶粉加标回收率、精密度($n=6$)

Table 5 Recovery and precision of organochlorine pesticides residues in egg,chicken and milk powder($n=6$)

序号	名称	添加质量分数/(mg/kg)	鸡蛋		鸡肉		奶粉	
			REC/%	RSD	REC/%	RSD	REC/%	RSD
1	α -六六六	0.01	95.0	3.6	81.1	5.3	76.9	2.1
		0.02	82.8	4.8	67.3	8.0	62.4	4.1
		0.10	81.6	2.9	78.2	4.1	62.8	2.9
2	五氯硝基苯	0.01	70.7	2.3	76.7	4.8	103.9	8.3
		0.02	68.2	4.2	76.3	8.5	88.2	9.7
		0.10	69.8	4.3	65.0	3.5	74.4	5.1
3	γ -六六六	0.01	96.3	4.0	69.5	5.4	74.2	2.0
		0.02	84.8	4.1	66.1	5.0	65.8	3.9
		0.10	87.7	5.7	77.7	4.5	66.6	3.7
4	七氯	0.01	88.3	3.7	70.4	5.7	73.3	0.6
		0.02	78.4	4.4	66.2	5.8	62.2	3.7
		0.10	85.9	9.7	68.3	6.1	63.3	1.9
5	五氯苯胺	0.01	102.2	4.6	67.1	5.0	110.8	7.9
		0.02	88.6	6.4	79.9	9.5	87.4	3.4
		0.10	85.0	3.5	100.4	4.2	74.3	3.1

续表 5

序号	名称	添加质量分数/(mg/kg)	鸡蛋		鸡肉		奶粉	
			REC/%	RSD	REC/%	RSD	REC/%	RSD
6	艾氏剂	0.01	78.1	6.7	67.1	6.2	62.9	4.0
		0.02	70.7	6.9	66.1	7.5	62.9	1.8
		0.10	70.9	8.5	76.0	7.7	63.2	4.3
7	β -六六六	0.01	85.1	3.4	65.7	5.2	79.8	8.6
		0.02	88.3	9.8	68.0	4.8	71.6	2.9
		0.10	84.0	5.7	82.5	3.6	71.0	3.6
8	异艾氏剂	0.01	74.9	9.6	67.0	3.6	65.4	6.4
		0.02	70.3	7.9	72.1	9.7	61.3	5.0
		0.10	75.6	9.2	78.8	5.8	62.5	3.9
9	δ -六六六	0.01	80.5	3.1	102.0	9.1	71.3	5.7
		0.02	75.8	9.5	93.1	9.3	65.2	2.5
		0.10	81.3	6.2	80.4	9.3	69.3	2.4
10	氧氯丹	0.01	84.3	3.6	94.0	8.8	99.6	4.8
		0.02	79.0	7.1	91.7	9.2	92.4	8.4
		0.10	87.9	9.9	87.4	5.9	73.8	3.7
11	环氧七氯	0.01	96.5	2.4	72.1	5.1	90.3	6.3
		0.02	86.8	4.2	74.3	9.2	86.8	9.5
		0.10	94.0	7.0	85.3	3.9	72.6	2.1
12	α -硫丹	0.01	95.6	3.8	75.0	8.0	76.1	7.2
		0.02	85.0	2.8	78.8	9.2	72.0	8.5
		0.10	89.8	8.8	92.7	4.1	73.2	4.1
13	反式氯丹	0.01	86.0	6.8	73.8	8.4	82.6	9.8
		0.02	79.0	4.4	68.7	9.2	72.5	9.8
		0.10	80.9	8.8	81.2	3.8	68.3	7.1
14	顺式氯丹	0.01	70.4	6.0	82.4	8.2	76.0	9.9
		0.02	66.0	1.9	75.5	9.9	66.5	7.3
		0.10	72.1	7.9	88.3	3.8	64.3	3.1
15	p,p'-DDE	0.01	68.7	4.0	83.6	7.0	67.5	4.4
		0.02	63.0	2.5	77.3	9.9	58.5	7.7
		0.10	66.8	6.5	83.4	4.2	60.9	2.4
16	狄氏剂	0.01	85.5	4.0	75.7	4.2	76.2	9.7
		0.02	75.8	2.4	79.1	9.1	62.7	4.9
		0.10	84.3	8.7	88.5	3.6	64.8	1.7
17	异狄氏剂	0.01	115.4	2.2	103.8	4.0	82.3	8.9
		0.02	99.8	5.6	92.0	9.9	73.0	2.7
		0.10	105.9	8.3	89.2	3.6	69.3	3.6
18	o,p'-DDT	0.01	108.6	6.2	83.1	9.6	83.1	9.9
		0.02	82.1	8.7	66.7	6.0	82.3	7.3
		0.10	82.7	8.6	63.7	3.6	62.0	1.7
19	p,p'-DDD	0.01	87.2	4.9	74.4	9.1	71.5	7.9
		0.02	79.3	3.9	89.9	9.3	78.7	6.4
		0.10	91.7	9.8	106.3	5.4	83.8	3.6
20	β -硫丹	0.01	91.1	4.9	72.9	6.5	80.2	8.2
		0.02	84.9	4.4	75.6	8.8	86.1	8.9
		0.10	95.0	9.4	88.4	2.9	88.7	7.1
21	p,p'-DDT	0.01	113.2	4.8	96.1	7.5	99.3	5.3
		0.02	86.9	2.7	66.7	4.3	75.8	8.4
		0.10	88.9	9.5	64.6	5.3	66.8	6.8
22	硫丹硫酸盐	0.01	109.6	5.3	85.2	9.0	85.0	6.8
		0.02	92.6	2.0	63.2	3.1	87.9	9.7
		0.10	104.4	9.1	61.9	3.5	96.0	1.9

2.3 方法的线性范围及定量限

在0.005~0.2 mg/L范围内,22种有机氯农药的质量浓度与其对应的峰面积之间线性关系良好, R^2 均大于0.995。以信噪比等于或大于10作为方法的定量限(LOQ),本实验LOQ为0.01 mg/kg。

2.4 实际样品测定

使用本方法对企业送检和市场随机抽检的15批鸡蛋、鸡肉、奶粉样品进行有机氯农药残留检测,结果均未检出本方法所涉及的农药。

脂质和亲脂性基质的特性,不造成分析物意外损失。通过对比Captiva EMR-Lipid固相萃取柱和硫酸磺化的前处理方法,结合气相色谱电子捕获检测器,建立了在鸡肉、奶粉、鸡蛋中同时测定22种农药残留的检测方法。结果表明,Captiva EMR-Lipid固相萃取柱在满足加标回收率要求的前提下,能够有效去除动物脂肪及亲脂性干扰物。运用本方法对实际样品进行有机氯农药残留检测,并未检出本方法所涉及的农药残留。

3 结 语

Captiva EMR-Lipid固相萃取柱具有高效去除

参考文献:

- [1] 卢克刚,张红霞.气相色谱法测定禽蛋中有机氯农药和多氯联苯残留量[J].中国饲料,2019(8):73-76.
- [2] 孙丹丹,秦玉昌,李军国.鸡蛋生产质量安全问题分析及控制研究进展[J].中国家禽,2015,37(5):45-46.
- [3] 中华人民共和国国家卫生健康委员会、中华人民共和国农业农村部和国家市场监督管理总局.GB2763-2019食品安全国家标准食品中农药最大残留限量[S].北京:中国农业出版社,2019.
- [4] 张云青,孟祥龙,唐秀,等.进口植物油脂中农药残留检测的前处理方法研究[J].食品研究与开发,2017,38(24):165-169.
- [5] 高尧华,滕爽,宋卫得,等.大豆、花生及粮油中56种农药残留量的检测方法[J].大豆科学,2018,37(2):284-294.
- [6] 汪春明,张洋,王东斌,等.固相萃取-气相色谱-串联质谱法测定大豆油中126种农药残留[J].农药学报,2021,23(2):405-413.
- [7] 孟祥龙,夏梦,张云青,等.气相色谱串联质谱法检测水产品中有机氯和菊酯类农药残留[J].食品研究与开发,2019,40(16):153-158.
- [8] 郭岚,谢明勇,鄢爱平,等.GPC-GC-MS对食用植物油中多种类型农药残留的同步测定[J].分析测试学报,2009,28(1):67-71.
- [9] 徐娟,王岚,黄华军,等.低温冷冻及分散固相萃取净化-超高效液相色谱-串联质谱法测定植物油中104种农药残留[J].色谱,2015,33(3):242-249.
- [10] 陈树兵,俞雪钧,樊苑牧,等.冷冻去脂-固相萃取-气相色谱法快速测定水产品中硫丹、硫丹硫酸酯和溴氰菊酯残留量[J].分析实验室,2008(4):80-83.
- [11] 韩丽,郭德华,邓晓军,等.气相色谱-负离子化学电离质谱法测定水产品中残留的硫丹及其代谢物[J].色谱,2007(6):902-906.
- [12] 中华人民共和国卫生部,中国国家标准化管理委员会.食品中有机氯农药多组分残留量的测定:GB/T 5009.19-2008[S].北京:中国标准出版社,2008.
- [13] 孙汉文,康占省,李挥.凝胶渗透色谱-固相萃取净化-超快速液相色谱-串联质谱法检测牛肉中9种类固醇激素残留[J].分析化学,2010,38(9):1272-1276.
- [14] 王青,黄铮.食品中拟除虫菊酯类农药残留检测前处理技术研究进展[J].食品研究与开发,2018,39(11):186-191.
- [15] 孙晓杰,丁海燕,李兆新,等.气相色谱-电子捕获检测法测定食品中有机氯类和拟除虫菊酯类农药残留量[J].食品安全质量检测学报,2019,10(21):7283-7289.
- [16] 楼圣婷,赵悦臣,宋月,等.禽类产品中农药残留分析方法研究[J].农产品质量与安全,2018(4):31-39.
- [17] 聂鲲.水果中26种有机氯及拟除虫菊酯农药残留GC-ECD测定[J].食品与生物技术学报,2012,31(8):885-890.
- [18] 刘慧玲.牛奶中农药残留前处理研究进展[J].食品安全质量检测学报,2014,5(5):1419-1426.
- [19] 赵祥梅,董英,王和生.QuEChERS法在农产品农药残留物检测中的应用研究进展[J].中国卫生检验杂志,2008(5):952-954.
- [20] 田良良,史永富,王媛,等.气相色谱法测定虾中有机氯农药和多氯联苯残留量[J].分析实验室,2014,33(9):1043-1046.
- [21] 李霞,李洁,李玲,等.气相色谱法同时测定乳制品中有机氯农药和多氯联苯残留量的研究[J].中国乳品工业,2018,46(11):33-37.
- [22] 胡付照,陈正行,李鹤,等.茶叶中农药残留标准及检测方法研究进展[J].食品与生物技术学报,2018,37(10):1009-1014.
- [23] 艾连峰,李玮,王敬,等.气相色谱-串联质谱法测定牛奶中多氯联苯及多环芳烃[J].分析测试学报,2015,34(5):570-575.
- [24] 许仁杰,蔡春平,丁立平,等.双重净化-气相色谱法同时测定蛋及蛋制品中六六六、滴滴涕和指示性多氯联苯[J].食品科学,2016,37(24):222-227.
- [25] 王帅,刘会会,张亮,等.气相色谱法测定青贮玉米中4类农药残留量的研究[J].饲料研究,2021,44(3):90-92.
- [26] 中华人民共和国农业部.蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定:NY/T 761-2008[S].北京:中国农业出版社,2008.