

免疫亲和柱在植物油农残检测前处理中的应用研究

黄忆婷¹, 王朝仁¹, 杨黎耀¹, 杨柳¹, 朱杰丽¹, 吴翠蓉¹, 秦玉川², 薛锦松³

(1. 浙江省林产品质量检测站, 杭州 310023; 2. 浙江省林业科学研究院, 杭州 310023;

3. 温州瑞雪农业开发有限公司, 浙江 温州 325500)

摘要:建立了一种快速有效净化植物油中有机磷农药残留的检测方法。以不同有机试剂对植物油样品中有机磷农药进行提取,经冷冻离心后,取上清液采用多功能免疫亲和柱(Mycosep 226 AflaZon+)净化,收集净化液经浓缩、定容后采用气相色谱测定,外标法定量。以13种有机磷农药回收率为指标对丙酮、正己烷、乙腈3种提取剂及均质、涡旋和超声3种提取方式进行了筛选。结果表明:提取剂以乙腈的效果最好,回收率为81.3%~101.5%;均质、涡旋和超声3种提取方式的回收率均在76.6%以上,均质和涡旋的回收率均能达到81%以上,其中以涡旋更为便捷;在0.02~0.50 mg/L范围内,13种有机磷农药的回归方程线性关系良好,相关系数(R^2)均大于等于0.999,检出限为0.005~0.010 mg/kg;0.04、0.08、0.20 mg/kg低、中、高添加量的平均加标回收率为80.3%~102.1%,相对标准偏差小于等于3.93%。本方法具有提取剂用量小,检测结果准确度高,对检测设备污染小,过柱净化操作简单,1 min内即可完成等特点,适用于植物油中有机磷农药残留的批量检测。

关键词:植物油;有机磷;农药残留;前处理;免疫亲和柱

中图分类号:TS225.1;TS227 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2020)04-0128-06

Application of IAC in pretreatment for determination of organophosphorus pesticide residues in vegetable oil

HUANG Yiting¹, WANG Chaoren¹, YANG Liyao¹, YANG Liu¹,
ZHU Jieli¹, WU Cuirong¹, QIN Yuchuan², XUE Jinsong³

(1. Zhejiang Forestry Product Testing Station, Hangzhou 310023, China;

2. Zhejiang Forestry Academy, Hangzhou 310023, China; 3. Wenzhou Ruixue Agricultural Development Co., Ltd., Wenzhou 325500, Zhejiang, China)

Abstract: A fast and effective method was established for the cleanup of organophosphorus pesticide residues in vegetable oil. Organophosphorus pesticides in vegetable oil samples were extracted with different organic reagents. After freezing and centrifugation, the supernatant was purified by multi-functional immunoaffinity column (Mycosep 226 AflaZon+). The concentrated liquid was determined by gas chromatography and quantified by external standard method. Three kinds of extraction reagents such as acetone, *n*-hexane and acetonitrile, and three extraction methods such as homogenization, vortex and ultrasound were screened by the recovery index of 13 organophosphorus pesticides. The results showed that acetonitrile was the best extraction reagent with the recovery of 81.3% - 101.5%. The recoveries of

three extraction methods were all above 76.6%, and the recoveries of homogenization and vortex were all above 81%. Among them, vortex was more convenient. The linear relationship of 13 organophosphorus pesticides regression equation was good in the range of 0.02 - 0.50 mg/L, and the correlation coefficient (R^2) was not lower

收稿日期:2019-08-15;修回日期:2019-11-22

基金项目:浙江省重点研发计划项目(2018C02016);浙江省科技厅省属科研院所专项(2018F10005)

作者简介:黄忆婷(1992),女,助理工程师,主要从事食品安全研究(E-mail)569915688@qq.com。

通信作者:杨柳,高级工程师,硕士(E-mail)yangliuxs@163.com。

than 0.999. The detection limit was 0.005–0.010 mg/kg. The average recoveries of low, medium and high standard additions of 0.04, 0.08 mg/kg and 0.20 mg/kg were 80.3%–102.1%, and the *RSD* was not more than 3.93%. This method had the characteristics of saving reagents, high detection accuracy, low pollution, simple operation of column purification completed within 1 min. The method established was suitable for batch detection of organophosphorus pesticide residues in vegetable oil.

Key words: vegetable oil; organophosphorus; pesticide residues; pretreatment; IAC

我国是植物油生产和消费大国,近年来年均销量达3 000万t以上,排名世界第一^[1]。由于油料作物栽培技术的过度运用,使其对病虫害的抵御能力呈现逐年下降趋势,尽管各种低毒高效的生物农药、制剂等已在发挥着杀虫御害作用,但其药力效果远不如现已在农产品上禁用的多种有机磷农药,而植物油中有机磷农药残留也主要来源于此。因此,研究植物油中农药残留的高效检测方法,对维护及保障植物油质量安全具有重要意义。

目前植物油中农药残留检测应用较广的是GB/T 5009.20—2003《食品中有机磷农药残留量的测定》,同时针对样品前处理中的提取和净化的新方法近些年也有较多报道,如固相萃取法^[2-3]、液液分配法^[4-5]、凝胶渗透色谱法^[6-7]、分散固相萃取法^[8-9]等,但这些方法或是操作步骤多、时间长,或是试剂耗费用大。本研究充分利用植物油低温凝固的物理特性^[10-13],采用冷冻-离心法净化提取液,即植物油冷凝固后,利用密度差异,离心沉淀提取液中油脂,初步达到去除油脂、净化提取液的目的。本文采用有机试剂对植物油样品中有机磷农药进行提取,经冷冻离心后,取上清液过多功能免疫亲和柱(Mycosep 226 AflaZon+)^[14-15]进一步净化,收集净化液经浓缩、定容后进行气相色谱测定。通过考察提取剂、提取方式对有机磷农药提取率的影响,对有机磷农药提取条件进行了优化,同时对植物油中有机磷农药的检测方法进行评价,以期能快速测定植物油中农药残留提供参考。

1 材料与amp;方法

1.1 试验材料

玉米油、大豆油、油茶籽油,均来源于浙江省西湖区留下镇世纪联华超市。乙腈(色谱纯),丙酮(优级纯),正己烷(色谱纯)。

有机磷农药标准溶液:敌敌畏、甲胺磷、乙酰甲胺磷、甲拌磷、氧乐果、乐果、毒死蜱、马拉硫磷、杀螟硫磷、倍硫磷、水胺硫磷、杀扑磷、三唑磷,质量浓度均为1 000 μg/mL,购于上海安谱科技有限公司。使用时用丙酮将其配制成相应质量浓度的混合标准

溶液。

Agilent 6890N气相色谱仪,配火焰光度检测器(FPD);DB-17MS(50%—苯基)—甲基聚硅氧烷毛细管柱(30 m×0.25 mm,0.25 μm);赛多利斯BSA2202S电子天平;IKA MS3 basic旋涡混合器;Organimation N-EVAP24氮吹仪;TGL-20M高速冷冻离心机;Mycosep 226 AflaZon+免疫亲和柱。

1.2 试验方法

1.2.1 样品前处理提取剂的选择

分别称取2.0 g玉米油、大豆油、油茶籽油样品于25 mL离心管中,加入有机磷农药混合标准溶液,使样品中13种有机磷农药的质量浓度均为0.3 mg/kg,充分涡旋混匀,分别加入提取剂(丙酮、正己烷、乙腈)10 mL,盖上塞子,3 000 r/min高速涡旋1 min,然后置于-20℃的冷冻离心机中,8 000 r/min离心10 min。取出后吸取上清液过免疫亲和柱净化,收集5 mL净化液于比色管中,氮吹至近干,加入1.0 mL丙酮涡旋复溶后转入进样瓶中,采用气相色谱测定,以回收率最高的溶剂为最优提取剂,重复试验6次。

1.2.2 样品前处理提取方式的选择

称取2.0 g玉米油、大豆油、油茶籽油样品于25 mL离心管中,加入有机磷农药混合标准溶液,使样品中13种有机磷农药的质量浓度均为0.3 mg/kg,充分涡旋混匀,并加入乙腈提取剂10 mL,分别采用均质(10 000 r/min,1 min)、涡旋(3 000 r/min,1 min)和超声(4 000 Hz,30 min)对油样中农药进行提取,然后置于-20℃的冷冻离心机中,8 000 r/min离心5 min。取出后吸取上清液过免疫亲和柱净化,收集5 mL净化液于比色管中,氮吹至近干,加1.0 mL丙酮涡旋复溶后转入进样瓶中,采用气相色谱测定,以回收率对提取方式进行选择,重复试验6次。

1.2.3 植物油农残检测气相色谱条件

进样口温度220℃;不分流进样,进样量1 μL;载气(N₂)流速1 mL/min;程序升温为70℃保持1 min,以20℃/min升温至190℃,再以5℃/min升至260℃,保持5 min;检测器温度250℃;空气流速

100 mL/min, H₂ 流速 75 mL/min, 补充气 (N₂) 流速 20 mL/min。外标法定量。

1.2.4 标准曲线的建立

分别吸取各有机磷农药标准溶液母液于 10 mL 容量瓶中, 丙酮定容配成 100 μg/mL 的单标溶液。单标进样确定每个农药的保留时间和顺序, 并将 13 种有机磷农药标准溶液配制成 5 μg/mL 的混合标准储备液。

将油样在不加农药混合标准溶液的情况下, 按照本文确定的前处理方法进行处理, 收集定容后的溶液作为植物油基质提取液。

吸取不同体积有机磷农药混合标准储备液, 用植物油基质提取液分别配成 0.02、0.05、0.10、0.20、0.50 mg/L 的混标, 按照 1.2.3 方法进行气相色谱分析, 以有机磷农药质量浓度为横坐标、峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。

1.2.5 加标回收率与精密度

分别在玉米油、大豆油、油茶籽油样品中添加质量浓度为 0.04、0.08、0.20 mg/kg 有机磷农药混标, 按照上述最优方法进行前处理、检测, 重复 6 次, 计算其回收率与精密度。

1.2.6 方法比较

向玉米油、大豆油、油茶籽油样品中添加质量浓度为 0.3 mg/kg 的混标, 分别按照 GB/T 5009.20—2003 第二法粮、菜、油中有机磷农药残留量的测定中的前处理方式和本研究确定的样品前处理方法进行处理, 以回收率、对仪器的污染程度及处理时间作为评价依据, 对两种方法进行比较。

2 结果与分析

2.1 样品前处理提取剂的选择

以丙酮、正己烷、乙腈 3 种溶剂为提取剂对试样中有机磷农药进行提取, 结果如表 1 所示。

表 1 提取剂对玉米油、大豆油、油茶籽油中 13 种有机磷农药回收率的影响 (n=6)

农药	玉米油中的回收率/%			大豆油中的回收率/%			油茶籽油中的回收率/%		
	正己烷	丙酮	乙腈	正己烷	丙酮	乙腈	正己烷	丙酮	乙腈
敌敌畏	58.9	81.9	84.3	55.3	83.8	87.8	62.1	85.3	86.4
甲胺磷	60.2	76.9	82.4	56.3	78.3	81.3	64.2	71.4	84.2
乙酰甲胺磷	88.5	82.4	85.1	90.8	85.2	83.5	92.9	84.5	87.3
甲拌磷	94.1	64.5	89.9	92.6	63.9	87.9	95.2	68.1	85.2
氧乐果	59.3	78.7	83.3	62.7	73.3	85.7	60.4	70.7	87.1
乐果	83.6	90.3	94.4	86.4	92.1	94.6	84.7	94.6	93.6
毒死蜱	89.1	95.2	96.0	86.4	94.8	96.7	81.0	96.4	94.1
马拉硫磷	87.5	92.8	101.5	86.9	93.6	98.2	85.6	93.4	96.7
杀螟硫磷	89.2	94.7	97.2	93.6	96.2	97.1	93.0	97.5	98.4
倍硫磷	91.7	93.6	96.3	94.2	94.8	95.7	91.6	90.1	95.0
水胺硫磷	88.7	92.6	95.8	90.7	94.5	98.5	93.5	94.1	100.4
杀扑磷	90.7	92.8	94.3	89.6	91.8	94.3	88.2	92.8	97.2
三唑磷	89.3	95.1	93.8	90.5	93.3	95.8	89.7	94.3	96.5

由表 1 可知, 3 种提取剂均能从样品中提取出目标物, 但不同提取剂对有机磷农药的回收率差异较大, 同种农药在不同植物油中的回收率相近。3 种提取剂对 13 种有机磷农药的回收率为 55.3% ~ 101.5%, 正己烷提取时, 乙酰甲胺磷、甲拌磷、乐果等 10 种农药回收率均在 81% 以上, 而敌敌畏、甲胺磷、氧乐果回收率均不到 65%。丙酮提取时, 敌敌畏、甲胺磷、氧乐果 3 种农药的回收率均有所提升, 敌敌畏回收率已达 81% 以上, 但甲胺磷、氧乐果回收率仍小于 80%。乙腈提取时, 13 种有机磷农药的平均回收率为 81.3% ~ 101.5%, 满足 GB/T 5009.20—2003 对植物油中有机磷农药残留测定要求。丙酮对 13 种有机磷农药有较好的回收率, 但提取物对气相色谱进样系统有明显污染, 多次进样后目标

物保留时间前移明显, 且出峰面积呈逐渐减小趋势。而以乙腈作为提取剂, 不仅回收率良好, 均在 80% 以上, 同时对检测设备的污染较小, 多次进样后仪器性能仍稳定, 故本试验以乙腈作为最佳提取剂。

2.2 提取方式的选择

以均质、涡旋和超声 3 种提取方式对玉米油、大豆油、油茶籽油中的有机磷农药进行提取, 以回收率结果对提取方式进行选择, 结果如表 2 所示。

由表 2 可知: 各提取方式均能较好地将 13 种有机磷农药提取出来, 回收率均在 76% 以上, 其中涡旋和均质的回收率结果相近, 均在 81% 以上, 超声结果次之。提取方式为均质时 13 种有机磷农药回收率为 81.7% ~ 100.3%, 涡旋的回收率为 81.3% ~ 101.5%, 超声的回收率为 76.6% ~ 93.4%。3 种提

取方式的回收率均能满足要求,超声在批量处理样品时具有优势,同时可以减少有机试剂挥发,对环境友好。涡旋与均质基本能达到相近的提取效

果,但考虑到涡旋的提取方式更为便捷,且用时比超声短,回收率高于超声,故本试验选择涡旋为提取方式。

表2 提取方式对玉米油、大豆油、油茶籽油中13种有机磷农药回收率的影响($n=6$)

农药	玉米油中的回收率/%			大豆油中的回收率/%			油茶籽油中的回收率/%		
	均质	涡旋	超声	均质	涡旋	超声	均质	涡旋	超声
敌敌畏	81.7	84.3	78.3	85.4	87.8	76.6	83.0	86.4	79.2
甲胺磷	84.7	82.4	80.5	82.8	81.3	79.2	85.1	84.2	79.4
乙酰甲胺磷	83.6	85.1	80.3	82.1	83.5	77.5	88.6	87.3	82.4
甲拌磷	88.5	89.9	84.1	85.6	87.9	82.3	86.4	85.2	80.5
氧乐果	87.9	83.3	80.9	83.2	85.7	78.3	86.8	87.1	81.5
乐果	95.3	94.4	87.4	92.7	94.6	88.3	95.8	93.6	90.2
毒死蜱	95.1	96.0	91.0	97.3	96.7	92.5	93.0	94.1	89.8
马拉硫磷	99.1	101.5	91.7	97.9	98.2	92.6	94.5	96.7	89.1
杀螟硫磷	99.6	97.2	90.5	100.3	97.1	90.2	98.4	98.4	90.7
倍硫磷	96.6	96.3	90.1	93.8	95.7	91.9	94.5	95.0	92.6
水胺硫磷	98.1	95.8	89.7	94.5	98.5	92.0	95.2	100.4	92.5
杀扑磷	96.6	94.3	91.8	95.1	94.3	89.4	96.9	97.2	93.4
三唑磷	95.0	93.8	90.3	95.3	95.8	90.2	96.2	96.5	93.2

2.3 标准曲线和检出限

将质量浓度为0.02、0.05、0.10、0.20、0.50 mg/L的混标进气相色谱仪进行测定,色谱图基线平稳,噪声较小,干扰全无。以有机磷农药质量浓度为横坐标、峰面积为纵坐标,绘制标准曲线并求得线性回归方程、相关系数、方法检出限($S/N=3$),结果如表3

所示。

由表3可知,13种有机磷农药在0.02~0.50 mg/L范围内,质量浓度与其峰面积的线性关系良好,相关系数(R^2)均大于等于0.999,检出限为0.005~0.010 mg/kg,低于GB/T 5009.20—2003第二法中最低检出限范围(0.01~0.03 mg/kg)。

表3 13种有机磷农药的线性回归方程、线性范围、相关系数及检出限

农药	回归方程	线性范围/(mg/L)	相关系数(R^2)	检出限/(mg/kg)
敌敌畏	$y=1\ 079.6x+4.6$	0.02~0.50	0.999 8	0.007
甲胺磷	$y=1\ 368.5x-5.5$	0.02~0.50	0.999 3	0.010
乙酰甲胺磷	$y=2\ 168.5x+8.2$	0.02~0.50	0.999 5	0.009
甲拌磷	$y=1\ 278.6x+7.9$	0.02~0.50	0.999 2	0.008
氧乐果	$y=801.9x+3.9$	0.02~0.50	0.999 7	0.009
乐果	$y=887.7x+2.2$	0.02~0.50	0.999 2	0.010
毒死蜱	$y=1\ 182.2x+4.3$	0.02~0.50	0.999 1	0.009
马拉硫磷	$y=1\ 695.8x+5.0$	0.02~0.50	0.999 0	0.005
杀螟硫磷	$y=3\ 315.8x+9.5$	0.02~0.50	0.999 1	0.006
倍硫磷	$y=3\ 315.8x+9.5$	0.02~0.50	0.999 1	0.006
水胺硫磷	$y=2\ 367.8x+8.4$	0.02~0.50	0.999 5	0.007
杀扑磷	$y=1\ 093.5x+6.7$	0.02~0.50	0.999 5	0.008
三唑磷	$y=1\ 288.8x+5.9$	0.02~0.50	0.999 3	0.007

2.4 加标回收率和精密度

按1.2.5方法进行低、中、高加标回收试验,根据标准曲线与峰面积计算各农药的含量并计算加标回收率和相对标准偏差(RSD),结果见表4。

由表4可知,植物油中13种有机磷农药的平均加标回收率为80.3%~102.1%, RSD 小于等于3.93%,说明该方法回收率好、精密度高,可以满足植物油中有机磷农药残留的测定。

表4 13种有机磷农药的加标回收率及精密度

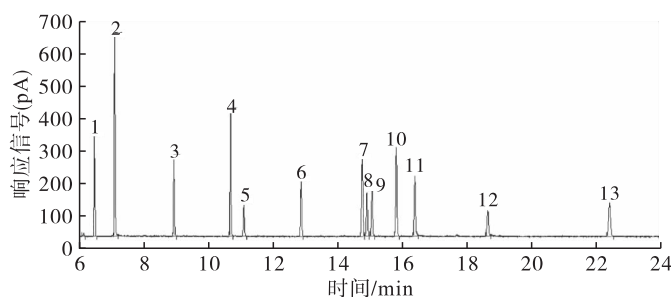
农药	玉米油						大豆油						油茶籽油					
	0.04 mg/kg		0.08 mg/kg		0.20 mg/kg		0.04 mg/kg		0.08 mg/kg		0.20 mg/kg		0.04 mg/kg		0.08 mg/kg		0.20 mg/kg	
	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
敌敌畏	81.7	2.89	86.9	0.86	84.2	2.15	80.3	1.39	83.0	1.14	85.6	1.29	81.5	2.22	83.3	0.83	85.7	2.51
甲胺磷	83.1	3.20	81.3	1.79	86.5	1.50	80.8	3.71	85.8	1.04	87.0	2.01	81.1	2.80	84.4	3.66	86.5	2.65
乙酰甲胺磷	85.8	3.30	89.1	0.91	91.2	1.20	88.0	3.35	89.1	2.60	89.9	1.32	84.2	3.18	91.8	1.44	90.3	3.93
甲拌磷	88.3	1.10	89.8	1.41	89.5	0.93	88.8	1.80	89.4	1.27	88.6	1.42	86.5	1.76	88.5	0.42	87.8	2.00
氧乐果	84.4	1.95	86.1	1.20	88.7	1.02	82.4	2.92	87.6	1.53	88.2	2.55	83.0	2.24	86.1	2.49	89.3	2.92
乐果	90.2	2.92	91.2	2.44	93.1	1.39	89.9	2.87	90.6	1.90	93.8	2.20	89.1	2.07	90.9	3.14	91.3	1.92
毒死蜱	92.1	1.23	90.8	0.85	94.2	1.46	96.8	1.34	95.8	1.68	93.4	2.37	93.9	3.18	97.2	0.52	96.2	2.34
马拉硫磷	94.0	1.90	95.8	2.78	100.2	2.33	96.0	1.68	96.5	1.95	102.1	3.90	96.3	2.21	97.3	2.61	97.0	2.58
杀螟硫磷	96.2	1.61	96.6	1.95	100.7	3.79	96.1	2.16	93.6	1.65	95.3	1.18	95.5	0.94	95.1	0.47	98.8	3.05
倍硫磷	93.7	2.98	95.0	2.86	94.0	2.76	93.6	2.75	91.4	1.50	95.2	2.06	94.2	1.99	93.6	0.82	96.3	2.34
水胺硫磷	96.6	0.88	94.7	0.53	95.7	2.06	96.8	1.22	98.7	0.85	96.0	0.90	97.6	1.80	95.8	0.87	100.2	3.54
杀扑磷	93.7	2.56	94.8	2.93	94.9	1.97	96.9	1.32	98.1	0.61	94.0	1.43	95.5	0.52	95.5	0.85	95.8	2.35
三唑磷	90.3	2.93	91.1	1.25	93.4	0.94	93.3	3.80	94.2	3.21	96.4	1.69	94.3	3.31	95.2	3.68	96.8	1.66

2.5 方法比较结果

按照1.2.6进行处理,以13种有机磷农药的回收率、对仪器的污染程度及处理时间作为评价依据,对两种方法进行比较,结果如表5所示。由表5可知,GB/T 5009.20—2003 第二法13种有机磷农药的回收率为70.5%~89.2%,而本方法13种有机磷农药回收率为81.3%~101.5%。经GB/T 5009.20—2003 第二法处理的样品经多次进样后,气相色谱仪中进样隔垫、衬管、分流平板、色谱柱进样口端均有明显污渍,且出现杂峰,部分目标峰峰高呈逐渐缩小趋势,而采用免疫亲和柱处理的样品则无这些现象。两种方法的混合标样色谱图如图1和图2所示。本方法以有机试剂为提取剂,冷冻离心促其快速分层,避免了国标中可能出现的乳化现象,同时采用多功能免疫亲和柱净化,在1 min内完成了脂类、蛋白质、维生素等干扰性杂质的去除,缩减了各种试剂用量及前处理步骤,提升了检测效率。

表5 两种方法13种有机磷农药加标回收试验的比较(n=6)

农药	本方法的回收率/%			GB/T 5009.20—2003 第二法的回收率/%		
	玉米油	大豆油	油茶籽油	玉米油	大豆油	油茶籽油
	敌敌畏	84.3	87.8	86.4	79.1	80.8
甲胺磷	82.4	81.3	84.2	72.6	74.3	71.3
乙酰甲胺磷	85.1	83.5	87.3	73.0	70.5	71.4
甲拌磷	89.9	87.9	85.2	80.6	82.9	80.3
氧乐果	83.3	85.7	87.1	81.2	80.7	78.3
乐果	94.4	94.6	93.6	82.7	81.6	77.5
毒死蜱	96.0	96.7	94.1	84.3	86.7	80.5
马拉硫磷	101.5	98.2	96.7	85.8	88.2	82.6
杀螟硫磷	97.2	97.1	98.4	81.3	84.1	89.2
倍硫磷	96.3	95.7	95.0	83.8	85.7	81.9
水胺硫磷	95.8	98.5	100.4	84.5	80.9	82.0
杀扑磷	94.3	94.3	97.2	85.1	84.3	88.4
三唑磷	93.8	95.8	96.5	82.3	85.8	80.2



注:1. 敌敌畏;2. 甲胺磷;3. 乙酰甲胺磷;4. 甲拌磷;5. 氧乐果;6. 乐果;7. 毒死蜱;8. 马拉硫磷;9. 杀螟硫磷;10. 倍硫磷;11. 水胺硫磷;12. 杀扑磷;13. 三唑磷。下同。

图1 本方法10次进样后13种混合标样色谱图

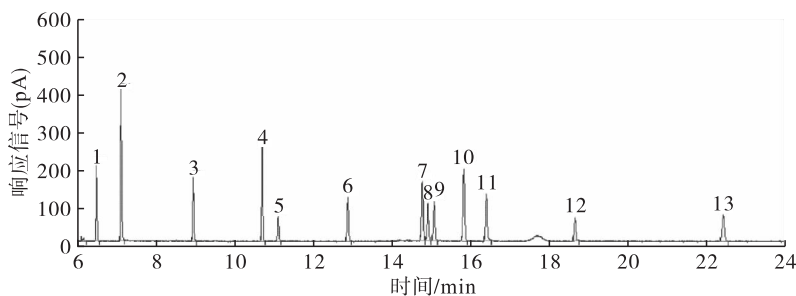


图2 GB/T 5009.20—2003 第二法 10次进样后 13种混合标样色谱图

3 结论

建立了一种快速有效净化植物油中有机磷农药残留的检测方法。以乙腈为提取剂对植物油样品进行溶解,高速涡旋提取有机磷农药残留,经冷冻离心分层,多功能免疫亲和柱净化去除提取液中的脂类、蛋白质、维生素等杂质,氮吹浓缩后气相色谱法检测,在0.02~0.50 mg/L范围内,敌敌畏、甲胺磷、乙酰甲胺磷等13种有机磷农药的质量浓度与峰面积的线性关系良好,且相关系数(R^2)均大于等于0.999,检出限为0.005~0.010 mg/kg,低于GB/T 5009.20—2003 第二法中最低检出限范围(0.01~0.03 mg/kg)。0.04、0.08、0.20 mg/kg低、中、高添加量的平均加标回收率为80.3%~102.1%, RSD 小于等于3.93%。本方法具有提取剂用量小、检测结果准确度高,对检测设备污染小,过柱净化操作简单,1 min内即可完成等特点,适用于植物油中有机磷农药残留的批量检测。

参考文献:

- [1] 王瑞元. 中国食用植物油消费现状[J]. 黑龙江粮食, 2017(5):11-13.
- [2] GLESPIE A M, DALY S L, GLVYDIS D M, et al. Multi-column solidphase extraction cleanup of organophosphorus and organochlorine pesticide residues in vegetable oils and butterfat[J]. J AOAC Int, 1995, 78(2):431-437.
- [3] RAMESH A. Rapid preconcentration method for the determination of pyrethroid insecticides in vegetable oils and butterfat and simultaneous determination by gas chromatography - election capture detection and gas chromatography - mass spectrometry[J]. Analyst, 1998, 123(9):1799-1802.
- [4] CABRAS P, ANGDNIA, MEL I, et al. Simplified multiresidue method for the determination of organophosphorus insecticides in olive oil[J]. J Chromatogr A, 1997, 761(1):327-331.
- [5] HISKIA A E, ATMAJDOU M E, TSIPID F. Determination of organophosphorus pesticide residues in Greek virgin olive oil by capillary gas chromatography[J]. J Agric Food Chem, 1998, 46(2):570-574.
- [6] FRENICH A, MORENO J, VIDAL J, et al. Application of gas chromatography coupled to triple quadrupole mass spectrometry for the multiresidue analysis of pesticides in olive oil[J]. J Agric Food Chem, 2007, 55(21):8346-8352.
- [7] 姚祖江. 凝胶色谱净化-气相色谱-串联质谱法测定食用油中的27种农药残留[J]. 理化检验(化学分册), 2016, 52(7):778-782.
- [8] ZHAO P Y, WANG L, ZHOU L, et al. Multi-walled carbon nanotubes as alternative reversed-dispersive solid phase extraction materials in pesticide multi-residue analysis with QuEChERS method[J]. J Chromatogr A, 2012, 1225:17-25.
- [9] 倪永付, 王勇, 闫秋成, 等. 分散固相萃取-GC-MS/MS法检测蒜粉中13种有机磷残留[J]. 食品与发酵科技, 2014, 50(3):75-78.
- [10] 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.
- [11] 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.
- [12] 张帆, 白珊, 王美玲, 等. MWCNT-分散固相萃取-气相色谱-串联质谱法检测茶油中11种有机磷农药残留[J]. 湖南师范大学自然科学学报, 2017, 40(2):49-55.
- [13] LI L, ZHOU Z Q, PAN C P, et al. Determination of organophosphorus pesticides in soybean oil, peanut oil and sesame oil by low-temperature extraction and GC-PFD[J]. Chromatographia, 2007, 66(7/8):625-629.
- [14] 叶日金, 冯志强, 庄俊钰, 等. 超高效液相色谱-串联质谱测定鸡饲料中黄曲霉毒素 B_1 [J]. 食品安全导刊, 2016(21):135-137.
- [15] 刘超, 景赞. 饲料中黄曲霉毒素 B_1 的检测[J]. 中国果菜, 2015(12):25-27.