

基于 ECD-2010 和 FPD-2010 的农作物残留农药分析

日本食品卫生法 2002 年 3 月 13 日对 229 种农药设定了限制值，但鉴于进口蔬菜的农药残留问题，卫生劳动省提出了到 2006 年将限制目标农药扩大到 400 种的方针。据报道，从海外进口的新鲜蔬菜和冷冻蔬菜检出超过限制值的农药，此外，在日本的水果、蔬菜也检出了限制以外的农药等，人们对农药分析的关心日益增高。

本期介绍检测频度高的有机氯类农药和有机磷类农药的分析例。

■ECD-2010 的有机氯类农药 13 种成分的分析

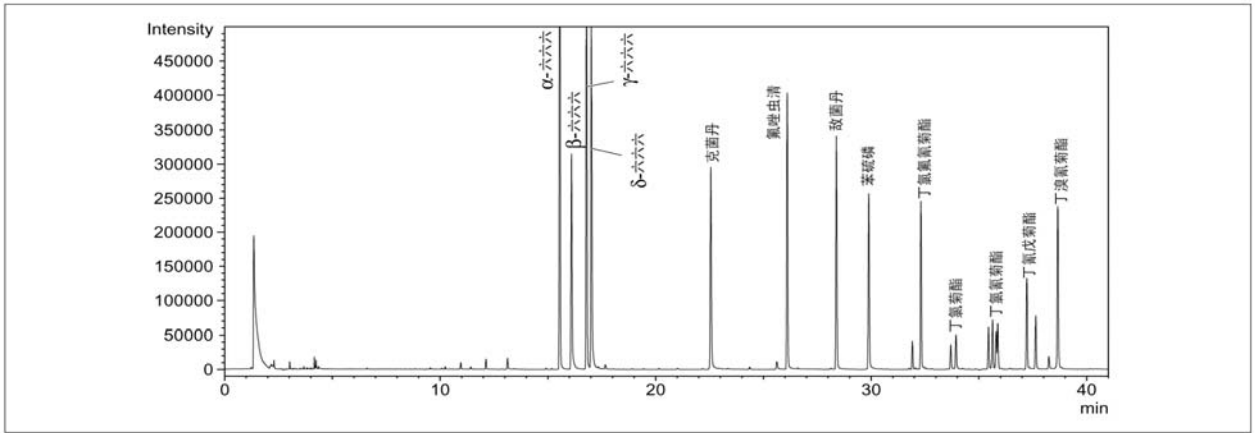


图 1 基于 ECD-2010 的有机氯类农药 13 种成分的色谱图（无分流进样各成分 100ppb 浓度的标准溶液 1μL）

图 1 是有机氯类农药 11 种成分混合标准溶液（100ppb 丙酮溶剂）的色谱图。图 2 是各成分的工作曲线。表 1 归纳了由图 1 的结果求出的检测下限值绝对值和将该检测下限值除以各峰宽所得到的每秒钟的检测下限值。[注：这些数值根据分析条件（色谱柱、检测器等状态）不同而有所变化，不是保证值]。

表 1 检测下限值（绝对值/sac）

	检测下限（fg）	每 1s(fg/s)
α- 六六六	26	8
β- 六六六	50	12
γ- 六六六	28	8
σ- 六六六	39	9
克菌丹	60	15
氯唑虫清	29	8
敌菌丹	66	18
苯硫磷	51	13
氯氟氰菊酯	71	21
氯菊酯	262	71
氯氰菊酯	249	65
氰戊菊酯	121	33
溴氰菊酯	92	22

注）有同分异构体的成分采用主峰计算

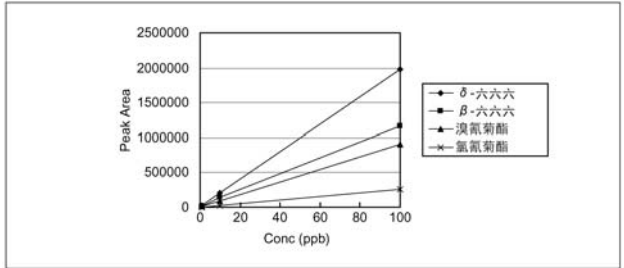
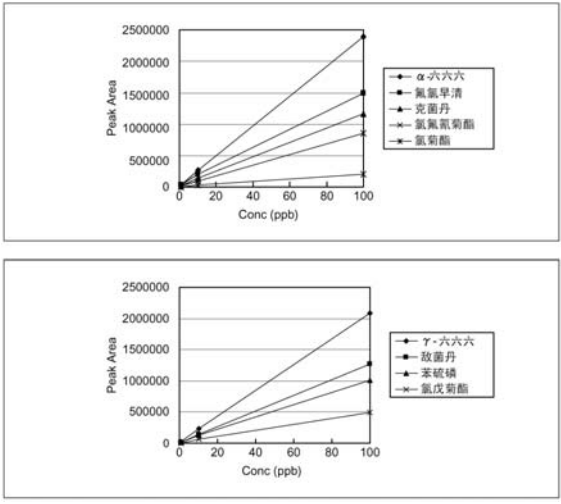


图 2 线性

■基于 FPD-2010（P-mode）的有机磷类农药 11 种成分的分析

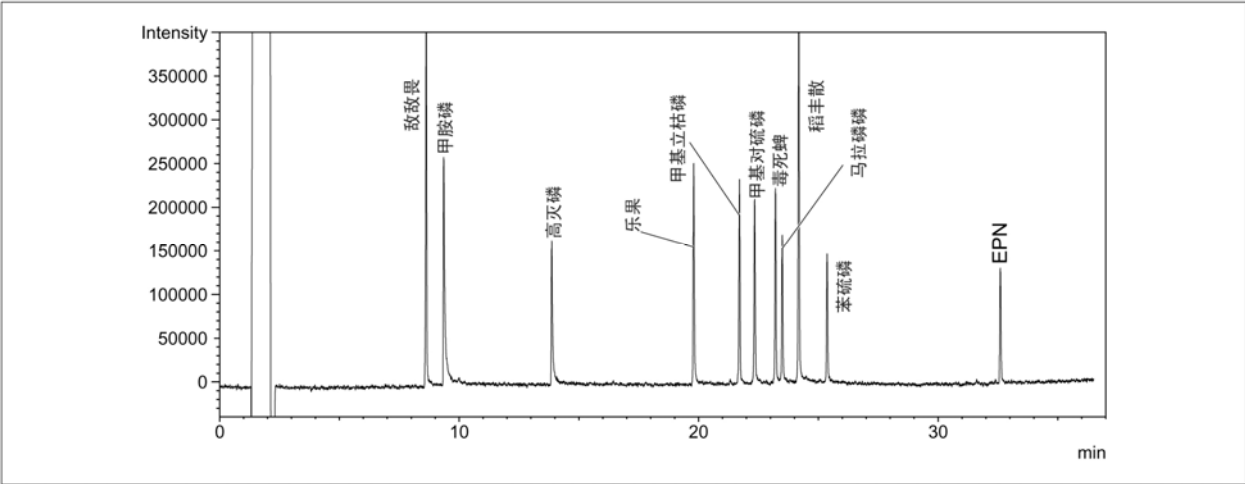


图 3 基于 FPD-2010 (p-mode) 的有机磷类农药 11 种成分的色谱图 (无分流进样各成分 90ppb 浓度的标准溶液 2μL)

图 3 是有机磷农药 13 种成分混合标准液（90ppb 丙酮溶剂）的色谱图。图 4 是各成分的工作曲线。表 2 归纳了由图 3 的结果求出的检测下限值（绝对值）及该将检测下限值除以各峰宽的每秒钟的检测下限值。[（注）这些数值根据分析条件（色谱柱、检测器等）的不同而有所变化，并非保证值]。

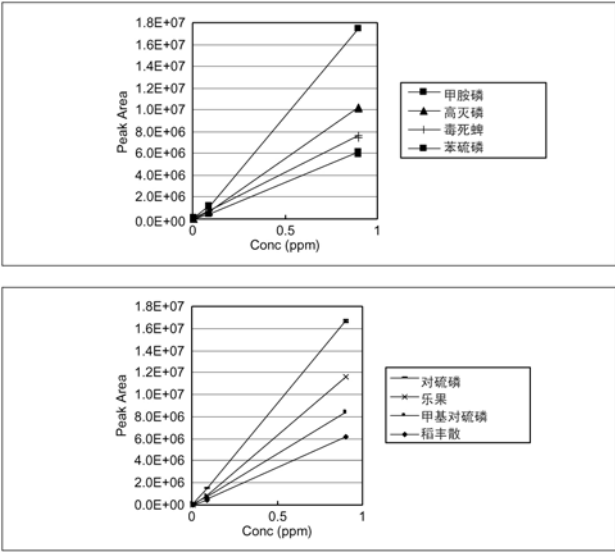


图 4 工作曲线的线性

表 3 图 1 (有机氯类农药) 的分析条件	
装置	GC-2010,. ECD-2010
柱	R _{tx} -1 30m×0.25mmI D df=0.25μm
柱温度	50℃(1min)→120℃(20° /min) →300℃(5° /min)
进样温度	250℃
检测温度	330℃
载气	He 150kpa
检测器	ECD (吹尾气: N ₂ 30mL/min)
进样	无分流 1μL

表 2 检测下限值（绝对值/s α c）		
	检测下限值（pg）	每 ls(pg/s)
敌敌畏	10.1	3.6
甲胺磷	17.6	4.0
高灭磷	27.7	7.3
乐果	18.2	5.4
甲基立枯磷	19.2	6.1
甲基对硫磷	22.0	6.4
毒死蜱	20.1	6.0
马拉硫磷	27.1	8.5
对硫磷	9.9	3.1
稻丰散	30.7	9.4
苯硫磷	33.5	10.4

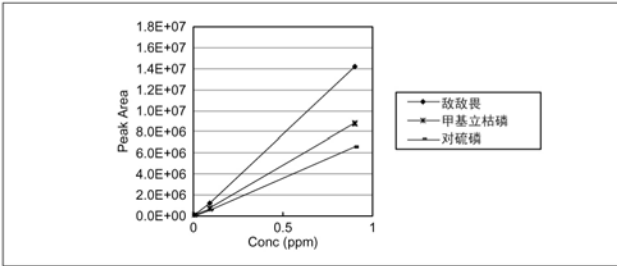


表 4 图 3（有机氯类农药）的分析条件	
装置	GC-2010,. FPD-2010
柱	DB-1301 30m×0.25mmI D df=0.25μm
柱温度	50℃(1min)→120℃(20℃/min)→ 280℃(5℃/min)
进样温度	250℃
检测温度	280℃
载气	He 150kpa
检测器	FPD (H ₂ :80mL/min,空气: 120ML/min)
进样	无分流 2μL