

## 农作物中残留有机磷类农药的分析

—基于食品卫生法食品、添加剂等的规格标准

（日本厚生省告示第 370 号）的分析—

随着食品的多样化,运输、保存技术的提高,从世界各地进口的各种食品摆放在的铺面上。在人们对食品安全性的高度关心之中,有关检测到进口蔬菜等农残超标的报道成为重大新闻,尤其是对蔬菜农残的关心越来越高。

本期介绍基于食品卫生法中规定的「食品、添加物等的规格标准（厚生省告示第 370 号 规格基准 D 各条(6)）」进行的有机磷类农药分析。

根据试样的不同,本分析法有若干差异,分为「水果、蔬菜、末茶和啤酒花」、「谷类、豆类和种实类」和「末茶以外的茶」的 3 种分析法。其中,前 2 种试样的前处理流程图如图 1、2 所

示。简单地说明流程:用丙酮提取试样,醋酸乙酯转溶后,进行乙腈分配(只限谷类、豆类和种实类),然后进行硅胶提纯,浓缩后使用 GC-FPD 或 GC-FTD 进行分析。

图 3 是 0.1mg/L 有机磷类农药混合标准液的色谱图。图 4 是二嗪农、毒死蜱、苯硫磷的工作曲线(绝对工作曲线法 0.1~1mg/L)。

实际试样是添加了有机磷混合标准溶液后进行了分析。图 5~7 是各种农药添加至 0.05 $\mu\text{g/g}$  浓度的苹果、波菜、胡萝卜的色谱图。同样,各种农药添加至 0.1 $\mu\text{g/g}$  浓度的大豆的色谱图。结果显示无大的干扰成分,分离良好。

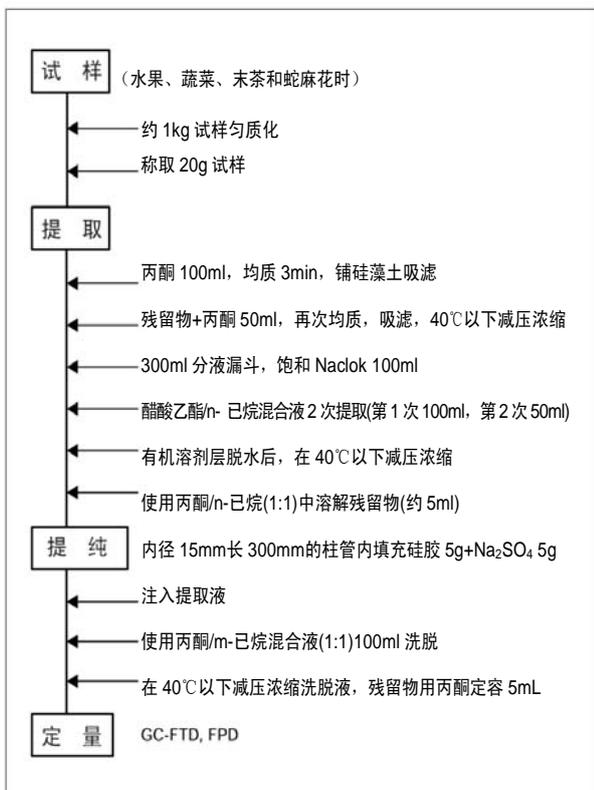


图 1 有机磷类农药的前处理  
(水果、蔬菜、末茶和蛇麻花时)

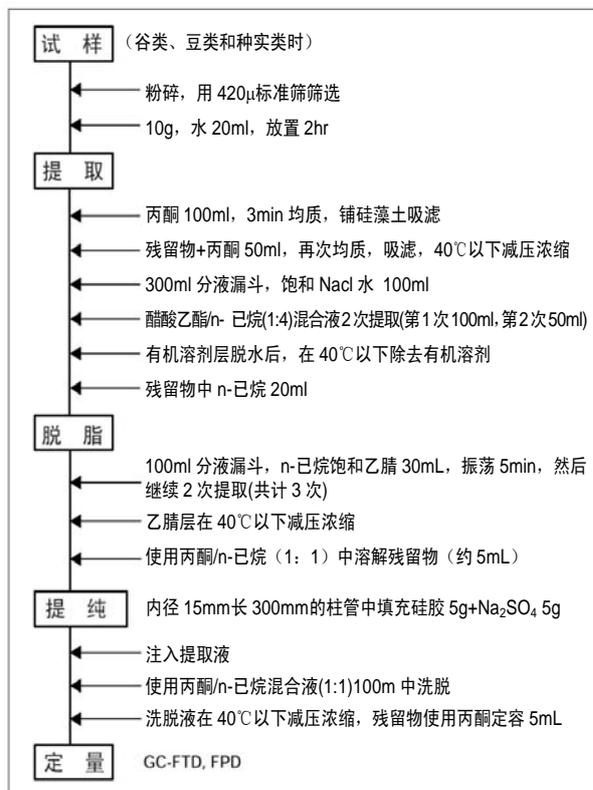


图 1 有机磷类农药的前处理  
(谷类、豆类和种实类时)

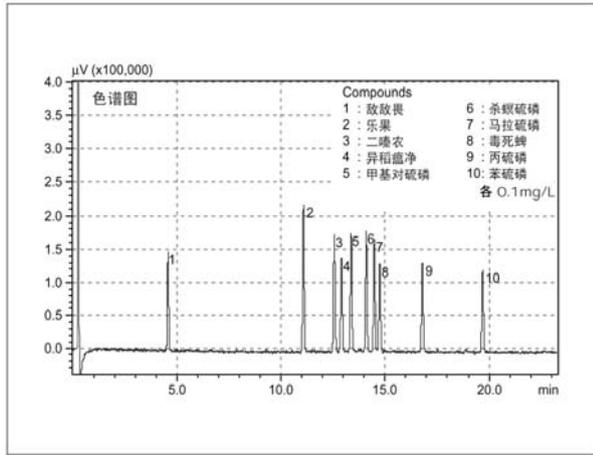


图 3 有机磷类农药混合标准溶液的色谱图(0.1mg/L)

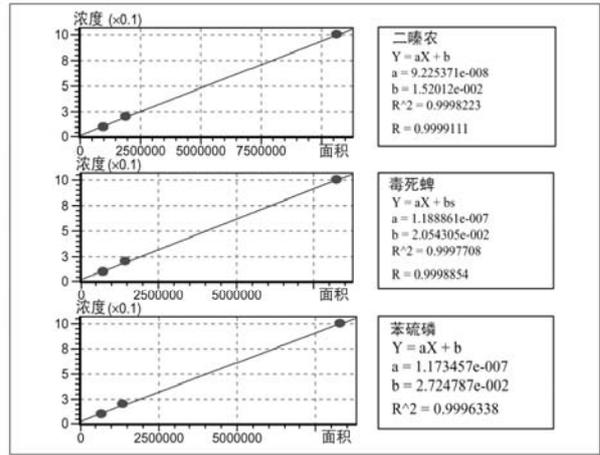


图 4 二嗪农、毒死蜱、苯硫磷的校准线(0.1-1mg/L)

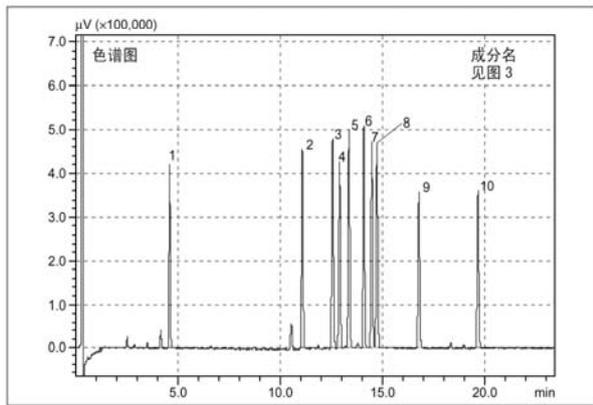


图 5 添加相当于 0.05μg/g 的农药标准溶液的苹果的色谱图

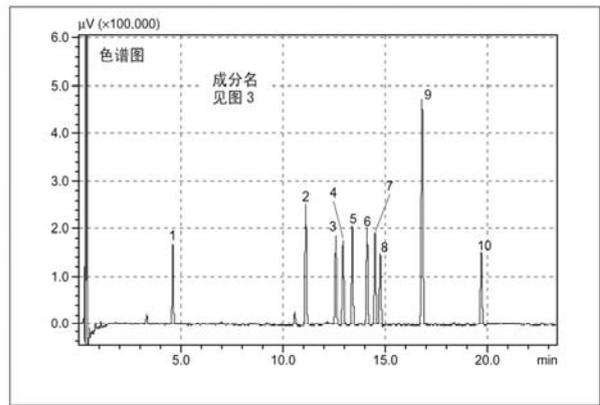


图 6 添加相当于 0.05μg/g 的农药标准溶液的菠菜的色谱图

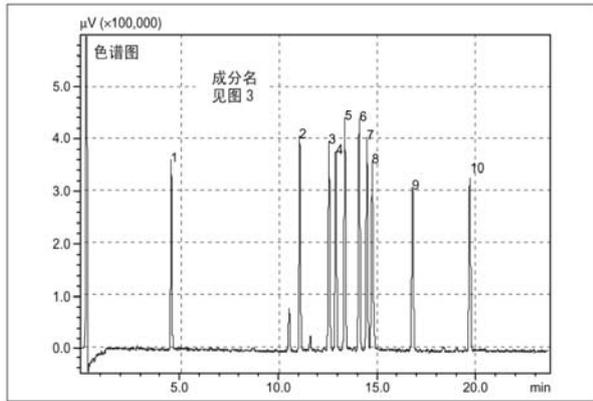


图 7 添加相当于 0.05μg/g 的农药标准溶液的胡萝卜的色谱图

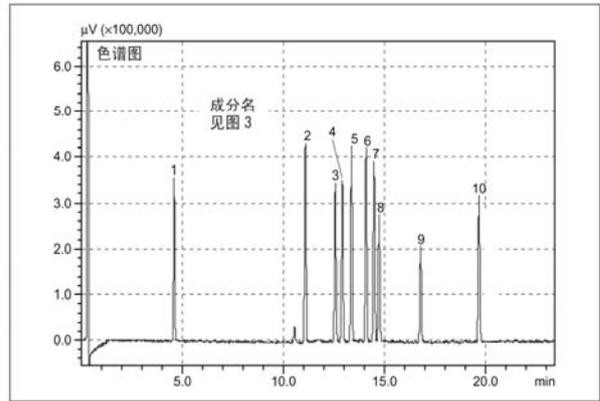


图 6 添加相当于 0.01μg/g 的农药标准溶液的大豆的色谱图

分析条件

装置 : GC-2010AF, FTD-2010 AOC-20i  
 色谱柱 :  $R_{ix}-1$  15m $\times$ 0.53mm.i.d, df=1.5 $\mu$ m  
 柱温 : 80 $^{\circ}$ C(1min)-8 $^{\circ}$ C/min-250 $^{\circ}$ C(5min)  
 载气 :  $H_2$ ,46kpa(16.5mL/min 120cm/s  
 等线速度方式)

检测器 : FPD-2010(P 过滤器)  
 进样温度 : 230 $^{\circ}$ C  
 检测温度 : 280 $^{\circ}$ C  
 进样方法 : 无分流 (1)  
 进样量 : 1 $\mu$ L