

农作物中残留有机磷类农药的分析（其 2）

—基于日本食品卫生法快速分析法（H9 卫化 43、44、45 号）的分析—

前期的应用文集中介绍了基于告示法（厚生省告示第 370 号 规格标准 D 各条（6））的有机磷类农药的分析。告示法分别指定了农药最佳分析方法，所以，因分析法的种类多而花费时间。因此不太适合用于多种类农药的高效率分析。作为简便、快速测定多种残留农药的筛选分析方法厚生劳动省于 1997 年下达了残留农药快速分析法（以下简称快速分析法）的通知（1997 年，卫化 43、44、45 号）。这种方法对多种农作物农药可适用同样的分析方法，前处理操作采用 GPC 法，实行了部分自动化。对于氯类、磷类、氮类等农药，分组使用 GC-ECD，GC-FPD，GC-FTD 实行了测定。请注意，快速分析法中规定当检出超过残留标准值约 50%浓度的农药残留时采用告示法进行定量测定。

本期介绍基于快速分析法的有机磷类农药的分析。试样的前处理流程图如图 1 所示。简单地说明流程；用丙酮提取试样，醋酸乙酯转溶后以硅藻土柱进行 GPC 提纯，再进行硅胶微型柱提纯。有机磷类农药是浓缩后使用 GC-FPD 或 GC-FTD 分析。有机氯类、合成除虫菊酯类农药是硅胶提纯后进行硅镁土微型柱提纯，再进行分析。

图 2 是 0.1mg/L 有机磷类农药混合标准液的色谱图。图 3 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）。

图 4.5 是各农药添加至 0.05μg/g 浓度的菠菜，胡萝卜的色谱图。同样的各农药添加至 0.1mg/g 浓度的大豆、米的色谱图如图 6、7 所示。结果显示无大的干扰成分，分离良好。

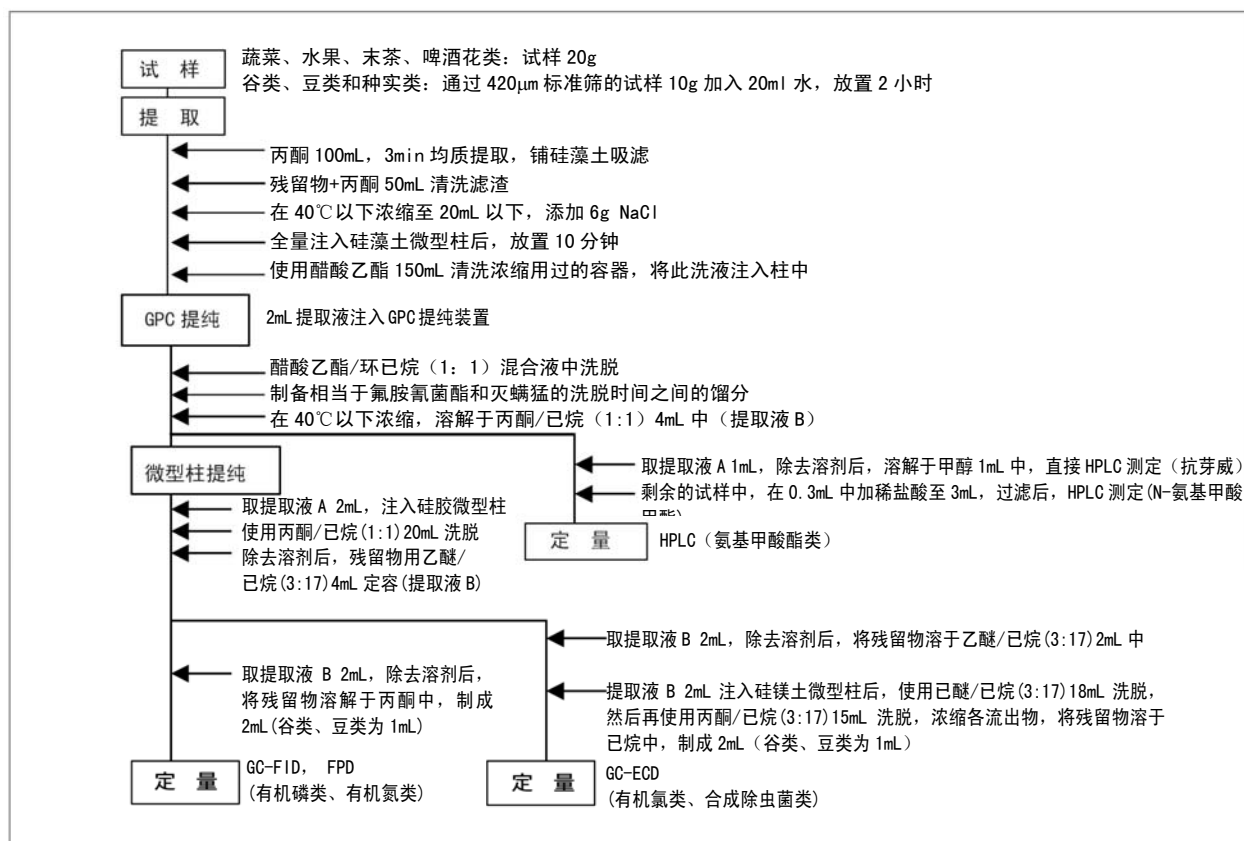


图 1 有机磷类农药类的前处理

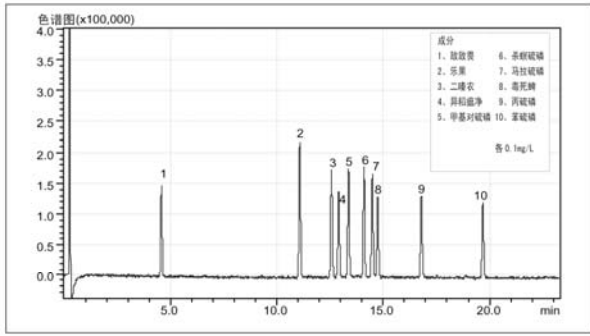


图 2 有机磷类农药混合标准溶液的色谱图 (0.1mg/L)

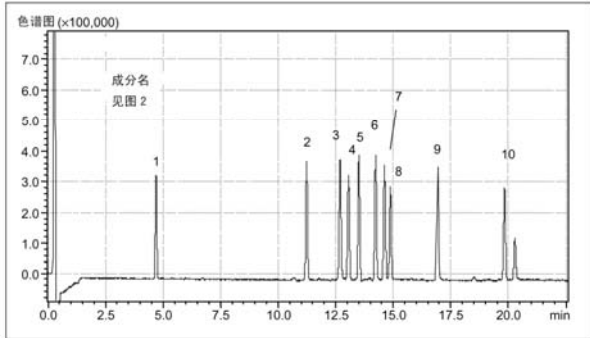


图 4 添加相当于 0.05μg/g 的农药标液的菠菜处理液的色谱图

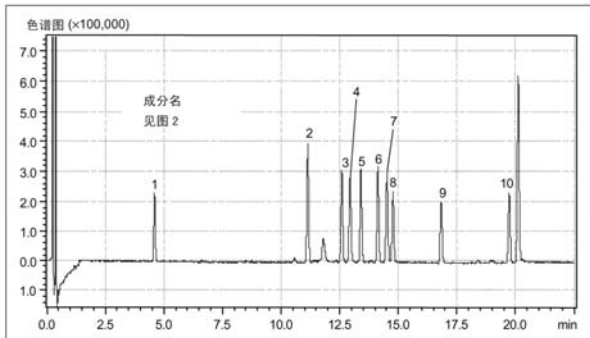


图 6 添加相当于 0.1μg/g 的农药标液的大豆处理液的色谱图

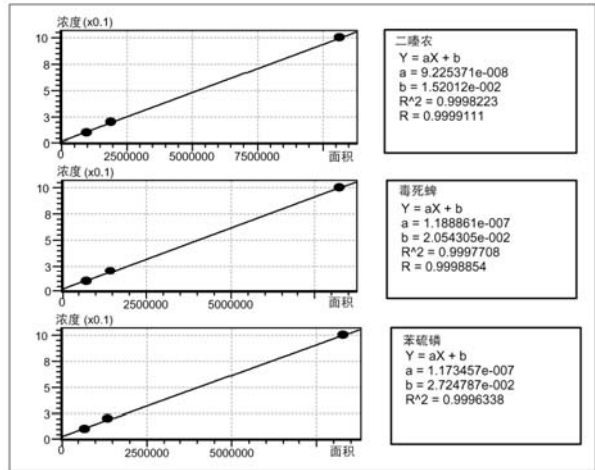


图 3 二嗪农、毒死蜱和苯硫磷的工作曲线 (0.1-1mg/L)

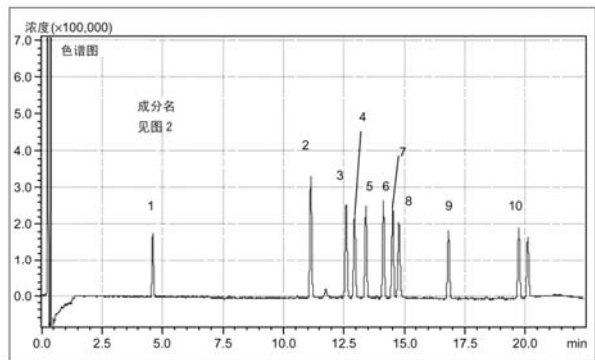


图 5 添加相当于 0.05g/g 的农药标液的胡萝卜处理液的色谱图

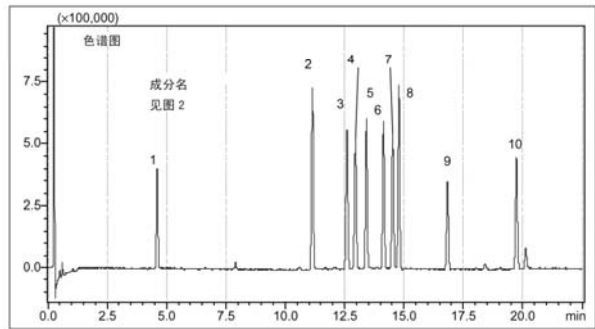


图 3 添加相当于 0.1μg/g 的农药标液的米处理液的色谱图

参考文献

食品卫生小六法 2003 年版, 新日本法规出版, (2002)

表 2 分析条件

装置	:	GC-2010AAF, FPD-2010, AOC-20i
色谱柱	:	Rtx-1, 15m × 0.53mm I.D, df=1.5μm
柱温	:	80℃(1min)-8℃/min-250℃(5min)
载气	:	He, 46Kpa(16.5mL/min 120cm/s 恒线速度方式)
检测器	:	FPD-2010(P 滤光片)
进样温度	:	230℃
检测温度	:	280℃
进样方法	:	无分流(1min)
进样量	:	1 μ L