

农作物中残留有机氮类、合成除虫菊酯类农药的分析

—按照日本食品卫生法快速分析法（1998年卫化 43、44、45 号）的分析—

前期（G218）介绍了按照厚生劳动省 1998 年通告的残留农药快速分析法（以下简称快速分析法：1998 年卫化 43、44、45 号）进行的有机磷类农药的分析。本期介绍快速分析法的有机氮类农药和合成除虫菊酯类农药的分析。

试样的前处理流程如图 1 所示。简单地说明流程，使用丙酮提取试样，使用硅藻土柱进行醋酸乙酯转溶后，进行 GPC 提纯，再进行硅胶微型柱提纯。有机磷类农药是在浓缩后进行 GC-FPD 或 GC-FTD 分析。另外使用该溶液，对有机氮类农药进行 GC-FTD 分析。对于氨基甲酸酯类农药，采集部分 GPC 提纯后的溶液直接进行分析或盐酸稀释后分析。对于有机氯类、合成除虫菊酯类农药，在硅胶提纯后，进行硅镁土微型柱提纯（制备浓缩二个分割）然后进行分析。

图 2、3 是 1mg/L 有机磷类农药混合标准溶液和同样分析条件的 1mg/L 有机氮类农药混合标准溶液的色谱图。由于 GC-FTD 对有机磷类

农药和有机氮类农药都有灵敏度，两者农药可一起检测。另外，快速分析法的前处理中有机磷类农药和有机氮类农药在同一分割中洗脱。图 4 是添加有机磷类 13 种成分、有机氮类 14 种成分（添加至 0.05~0.5mg/g）的大豆处理液的色谱图。图 5 是添加有机磷类 10 种成分、有机氮类 14 种成分（添加至 0.05~0.5 μg/g）的菠菜处理液的色谱图。图 6 是 1mg/mL 的合成除虫菊酯类农药混合标准溶液的色谱图。合成除虫菊酯类农药在单一标准品中多存在多个同分异构体，属于较难分离、定量的农药。另外，有些成分在进样口会发生变化，比如，溴氰菊酯在进样口变为四溴菊酯，务请注意。图 7 是添加合成除虫菊酯类农药 11 种成分（添加至各 0.2 μg/g，只氯氰菊酯为 1.5 μg/g）的大豆处理液的色谱图。图 8 是添加合成除虫菊酯类农药 11 种成分（各添加至 0.2 μg/g，只氯氰菊酯为 1.5 μg/g）的菠菜处理液的色谱图。

T.wada

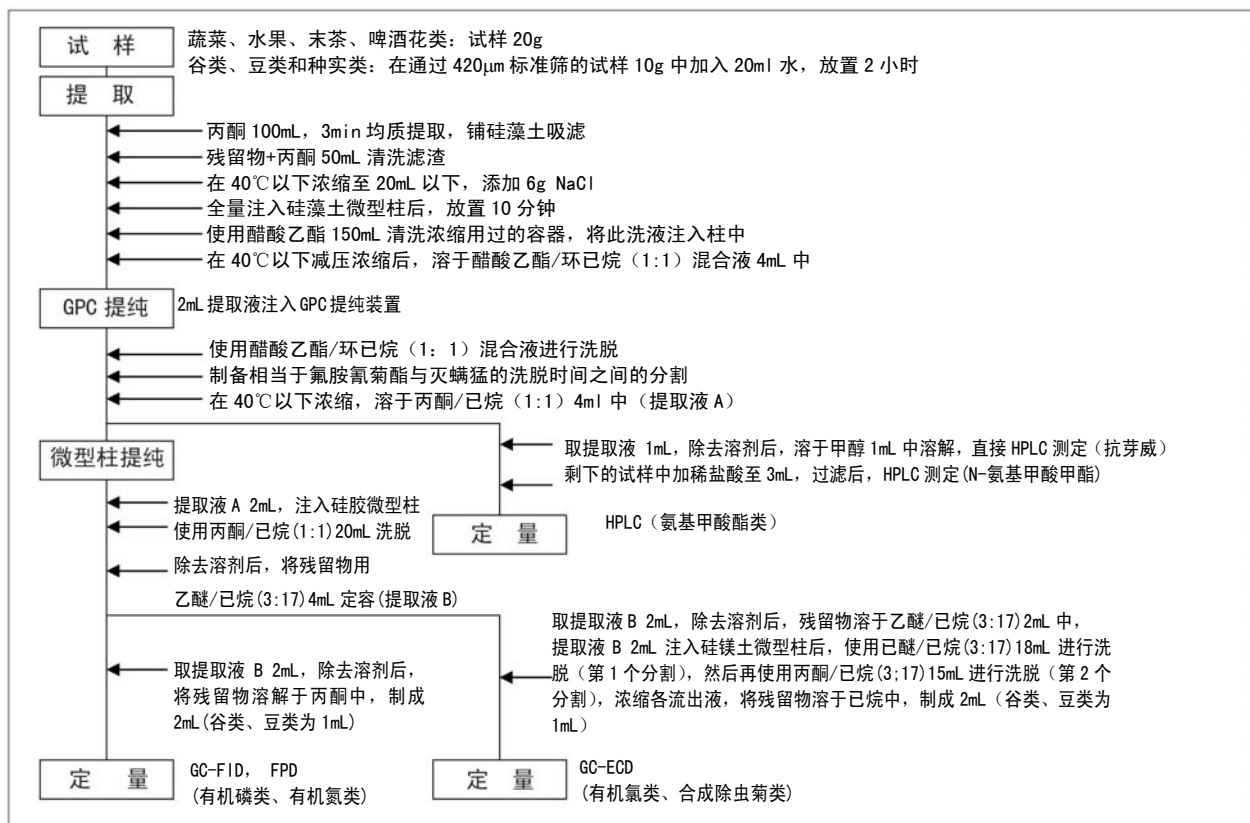


图 1 残留农药快速分析法的前处理

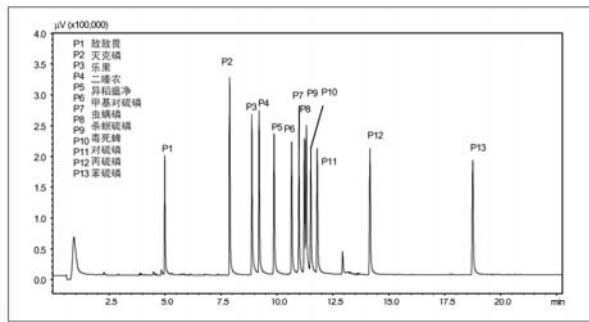


图2 GC-FTD的有机磷类农药混合标准溶液的色谱图(1mg/L)

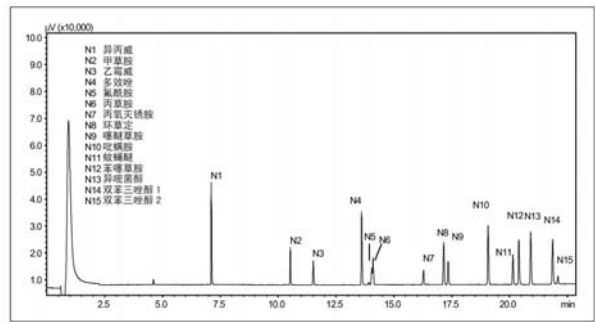


图3 GC-FTD的有机氮类农药混合标准溶液的色谱图(1mg/L)

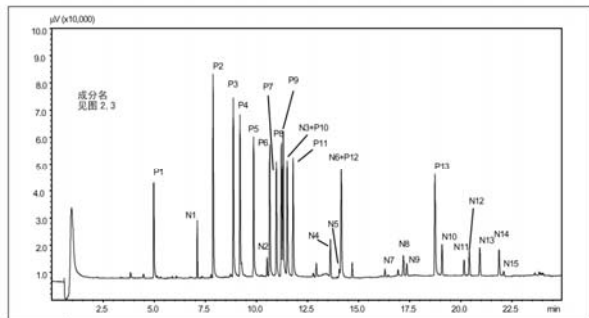


图4 GC-FTD的大豆处理液的色谱图(添加有机磷类农药13种成分、有机氮类农药14种成分,各添加至0.2-0.5μg/g)

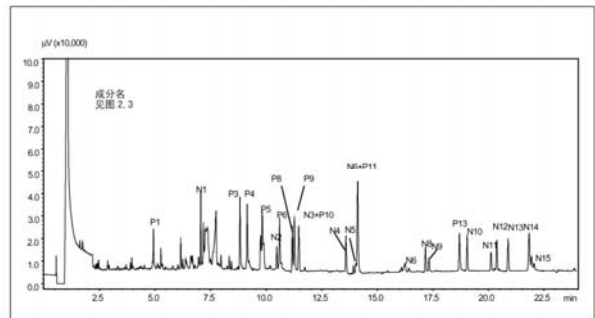


图5 GC-FTD的菠菜处理液的色谱图(添加有机磷类农药10种成分、有机氮类农药14种成分,各添加至0.05-0.5μg/g)

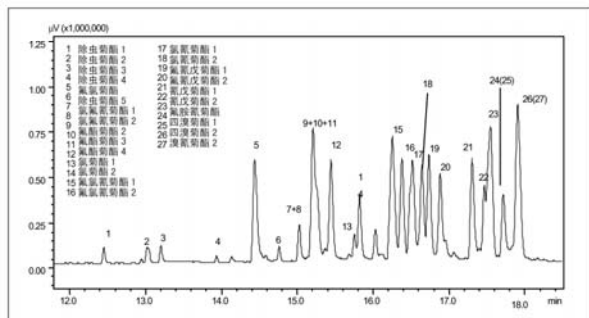


图6 GC-ECD的合成除虫菊酯类农药混合标准溶液的色谱图(1mg/L)

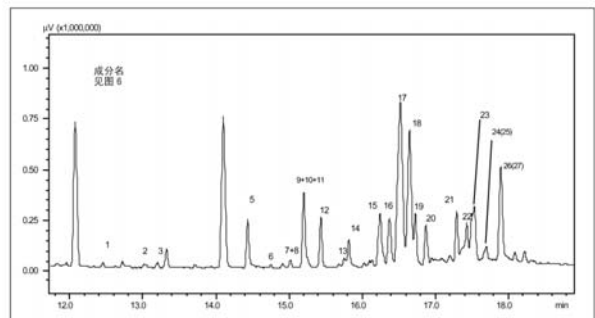


图7 GC-ECD的大豆处理液的色谱图(第1分割,氯氰菊酯添加至1.5μg/g,其他合成除虫菊酯类农药为0.2μg/g)

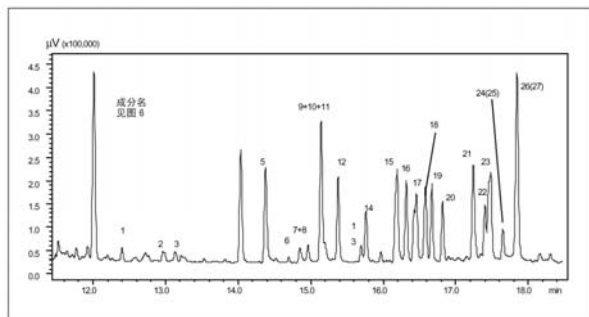


图8 GC-ECD的菠菜处理液的色谱图(第1馏分,添加农药各0.1μg/g)

参考文献

食品卫生小六法 2003年,新日本法规出版(2002)

分析条件1(图2-5)

装置 : GC-2010AAF, FTD-2010, AOC-201, GC-Solution
柱 : BPX5, 0.25mmI.D.×30m, df=0.25μm
柱温度 : 80℃(1min)-20℃/min-190℃-5℃/min-280℃(5min)
载气: He, 143kpa(2.4ml/min, 45cm/s 线速度方式)
检测器 : FTD-2010, 进样温度: 250℃, 检测温度: 280℃
进样方式: 高压不分流 (300kPa 1min)
进样量 : 1μL

分析条件2(图6-8)

装置 : GC-17A, ECD-17, AOC-201, GC-Solution
柱 : ZB-1, 0.25mmI.D.×30m, df=0.25μm
柱温度 : 50℃(1min)-25℃/min-175℃-10℃/min-300℃(4min)
载气: He, 150kpa(1.7ml/min, 恒压方式)
检测器 : ECD-17, 进样温度: 280℃, 检测温度: 310℃
进样方式: 高压不分流 (300kPa 1min)
进样量 : 1μL