

# 气相色谱法 (FPD) 测定植物源性食品中沙蚕毒素类农药残留量

GC-199

**摘要：** 本文使用 GC-2010 Pro (FPD 检测器) 建立了植物源性食品中沙蚕毒素类农药残留量的分析方法。参考 GB 23200.119-2021 《食品安全国家标准 植物源性食品中沙蚕毒素类农药残留量的测定 气相色谱法》的前处理条件，样品经过衍生、萃取等步骤后使用 FPD 检测器对沙蚕毒素进行测定。分析结果表明，本方法线性、灵敏度、重复性和加标回收率等指标均良好，且干扰少，可为植物源性食品中沙蚕毒素类农药残留量的测定提供参考。

**关键词：** 气相色谱仪 植物源性食品 沙蚕毒素 FPD

粮谷类食品是我们日常生活中主要摄入食品。粮谷在生长的过程中需要施用一类杀虫剂农药——沙蚕毒素类农药，以防止虫害。

沙蚕毒素类杀虫剂是 20 世纪 60 年代兴起的一种新型有机合成的仿生杀虫剂。由于高效，低残留，杀虫谱广及无三致作用等优点，这类杀虫剂在 60 年代用于农业防治后，就迅速得到了推广。虽然对人体来说，沙蚕毒素类杀虫剂暂无文献支持有三致作用，但依然存在一定的毒害作用。

GB 23200.119-2021 《食品安全国家标准 植物源性

食品中沙蚕毒素类农药残留量的测定 气相色谱法》于 2021 年 9 月正式颁布，该标准中采用了 GC-ECD 作为测定沙蚕毒素类似物杀虫剂的方法。根据沙蚕毒素类化合物的结构特点（分子式中含有多个硫原子），因此尝试用专属性更强的 FPD 火焰光度检测器建立分析方法。

本实验参考该标准样品前处理过程及部分分析条件，使用 GC-2010 Pro (FPD) 建立了分析方法。实验结果表明，该方法专属性强，灵敏度高、重复性好，可为沙蚕毒素类杀虫剂检测提供参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

GC-2010 Pro 气相色谱仪

### 1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rtx-5 MS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)

柱温程序：70°C (1 min) → 20°C /min → 220°C (1 min)

载气：N<sub>2</sub>

流速：26.9 cm/s

流速控制方式：恒线速度方式

进样方式：不分流进样 (1 min)

进样体积：2 μL

尾吹气流量：15 mL/min

进样口温度：250°C

空气流量：40 mL/min

载气总流速：50 mL/min

空气流速：60 mL/min

检测器温度：300°C

检测器：FPD (滤光片：S, 溶剂延迟时间：3 min)

## ■ 样品前处理

样品前处理步骤见图 1 所示。

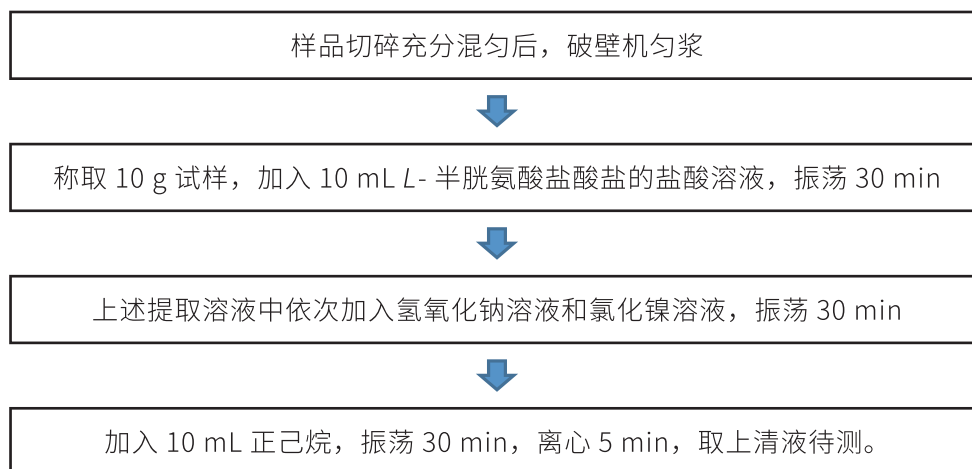


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标样色谱图

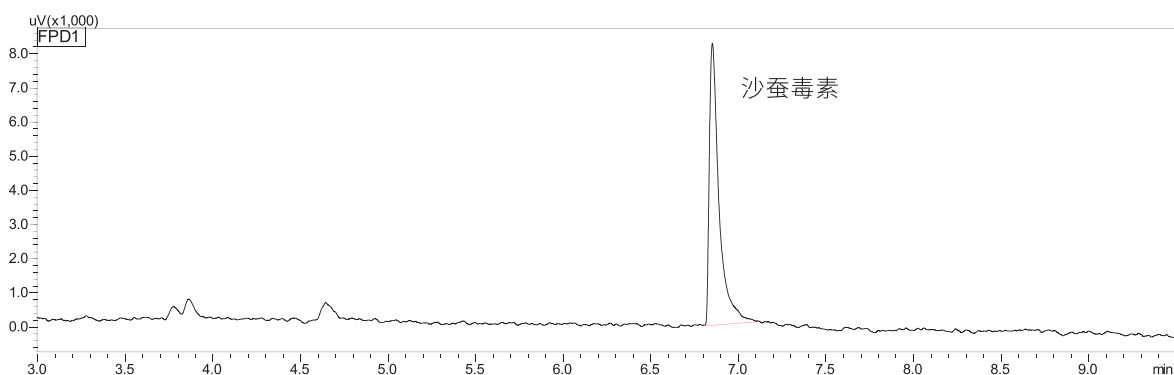


图 2 沙蚕毒素标准品色谱图（浓度：0.05  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）

表 1 化合物信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号
1	沙蚕毒素草酸盐	nereistoxin oxalate	1631-52-3
2	杀虫单	monosultap	29547-00-0
3	杀虫双	thiosultap-disodium	52207-48-4
4	杀虫环草酸盐	thiocyclam oxalate	31895-22-4
5	杀螟丹	cartap hydrochloride	22042-59-7

注：杀虫单、杀虫双、杀虫环和杀螟丹经样品前处理后均转化为沙蚕毒素。

### 3.2 标准曲线和检出限

用丙酮将沙蚕毒素草酸盐溶液逐级稀释得到浓度为 0.02、0.05、0.1、0.5、1 和 5  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准溶液进行测定，以浓度自然对数对峰面积自然对数绘制标准曲线。根据 0.02  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标样数据，以 3 倍信噪比计算仪器检出限，标准曲线见图 3，线性方程、相关系数以及检出限见表 2。

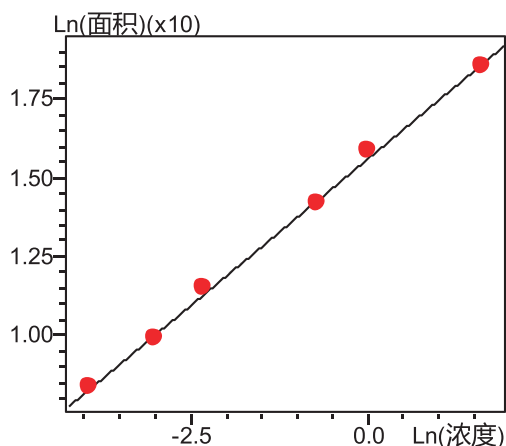


图3 沙蚕毒素标准曲线

注：沙蚕毒素（149.28 g/mol）的浓度通过与沙蚕毒素草酸盐（239.31 g/mol）摩尔质量之间的折算确定

表2 沙蚕毒素线性方程与相关系数及仪器检出限

组分名称	线性方程	相关系数 (R)	检出限 (μg/mL)
沙蚕毒素	$\ln(Y) = \ln(X^{1.85637}) + 15.596$	0.997	0.014

### 3.3 重复性实验

按照 1.2 分析条件，取 0.05 μg/mL 及 0.5 μg/mL 沙蚕毒素标准溶液，各重复进样 6 次，考察仪器重复性，测定结果见表 3。

表3 标样峰面积重复性结果 (n=6)

#	0.05 μg/mL 峰面积	0.5 μg/mL 峰面积
1	29,268	1,908,702
2	31,874	1,801,902
3	31,776	1,796,871
4	29,324	1,743,701
5	30,128	1,764,653
6	30,925	1,703,201
RSD %	3.80	3.92

### 3.4 样品测试结果

取生菜样品，按照上述前处理步骤处理，样品中未检出沙蚕毒素，样品色谱图见图 4。

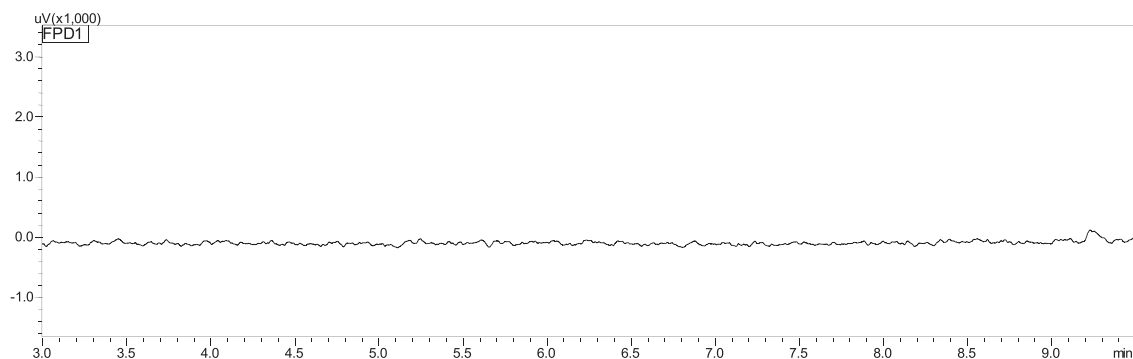


图4 生菜样品色谱图

### 3.5 加标回收测试

将杀虫单、杀虫双、杀虫环和杀螟丹标准溶液分别添加到上述经过前处理的样品中，样品加标浓度为 0.05  $\mu\text{g/g}$ ，分别平行制样 3 次。回收率结果见表 4。

表 4 加标回收率结果 (加标量 0.05  $\mu\text{g/g}$ )

加标组分	空白值 ( $\mu\text{g/g}$ )	回收率 (%)	平均回收率 (%)
杀虫单	N.D.	83.9	84.0
		83.8	
		84.4	
杀虫双	N.D.	81.1	81.2
		81.1	
		81.4	
杀虫环	N.D.	91.0	90.4
		89.7	
		90.6	
杀螟丹	N.D.	82.5	82.4
		82.0	
		82.7	

注：N.D. 表示未检出。

杀虫单 (351.39 g/mol)、杀虫双 (355.4 g/mol)、杀虫环 (271.38 g/mol) 和杀螟丹 (237.34 g/mol) 的称样量通过与沙蚕毒素草酸盐 (239.31 g/mol) 摩尔质量之间的折算确定。

## ■ 结论

本文使用 GC-2010 Pro(FPD) 建立了植物源性食品中沙蚕毒素类农药残留量的分析方法。样品经过衍生、萃取等步骤后上机。结果表明，在 0.02~5  $\mu\text{g/mL}$  的浓度范围内，沙蚕毒素的线性相关系数大于 0.995。以 3 倍信噪比计算检出限，仪器检出限为 0.014  $\mu\text{g/mL}$ 。取浓度为 0.05  $\mu\text{g/mL}$  及 0.5  $\mu\text{g/mL}$  的标准溶液分别重复进样 6 次，峰面积 RSD 均小于 4.0%。向生菜样品中分别加入杀虫单、杀虫双、杀虫环和杀螟丹，并衍生转化为沙蚕毒素，测得各组分加标回收率在 81.1-91.0% 之间。综上，本方法干扰少，重复性好，可为植物源性食品中沙蚕毒素类农药的测定提供参考。

岛津应用云

