

GC 法测定植物源性食品中有机磷类农药及其代谢物残留量

GC-149

摘要：本文建立了使用 Nexis GC-2030 气相色谱仪测定植物源性食品中有机磷类农药及其代谢物残留量的方法。参考 GB 23200.116-2019《食品安全国家标准 植物源性食品中 90 种有机磷类农药及其代谢物残留量的测定》中的前处理方法，对样品进行前处理，以 Nexis GC-2030 进行检测，外标法定量。检测结果表明：在 5~100 ng/mL 浓度范围内标准曲线线性关系良好，相关系数均大于 0.999；加标浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时，各组分加标回收率范围在 78.45%~113.0%。本方法结果可靠，样品制备方法较为简便，可以为植物源性食品中有机磷类农药及其代谢物残留量的测定提供参考。

关键词：Nexis GC-2030 气相色谱仪 有机磷农药

有机磷农药因其具有药效高、作用迅速、残留期短等特点而成为我国使用最广、用量最大的一类农药。其在农业生产中的广泛使用，导致在农作物中发生不同程度的残留，人们食用含有有机磷农药残留的食物后，甚至会出现食物中毒的现象。我国生产的有机磷农药大部分为杀虫剂，常用的农药有氧乐果、甲拌磷以及丙溴磷等，其结构多为磷酸酯类或硫代磷酸酯类。

本文参照 GB 23200.116-2019《食品安全国家标

准植物源性食品中 90 种有机磷类农药及其代谢物残留量的测定》，以标准中第二组有机磷农药（共 17 种）为例，建立了使用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030 检测食品中有机磷类农药及其代谢物残留量的分析方法。实验结果表明，该方法适合食品中有机磷类农药及其代谢物残留量的定量分析，检测方法较为简单，结果准确。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030

1.2 分析条件

GC 参数：

色谱柱：Rtx-1, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm
柱温程序：150 $^{\circ}\text{C}$ _5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _210 $^{\circ}\text{C}$ _20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _250 $^{\circ}\text{C}$ (10 min)
进样口温度：250 $^{\circ}\text{C}$
进样方式：不分流
进样量：1 μL

载气：氮气
载气控制方式：恒线速度 (34cm/s)
检测器：FPD
检测器温度：300 $^{\circ}\text{C}$
空气流量：90 mL/min
氢气流量：62.5 mL/min

1.3 样品制备

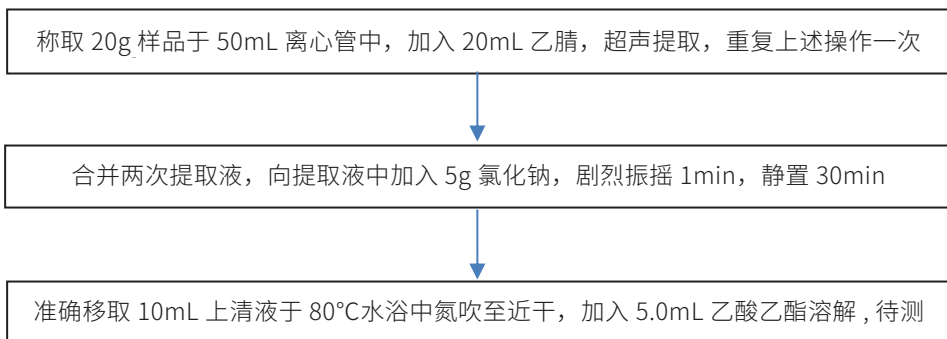


图 1 样品处理流程图

■ 结果与讨论

2.1 标准品谱图

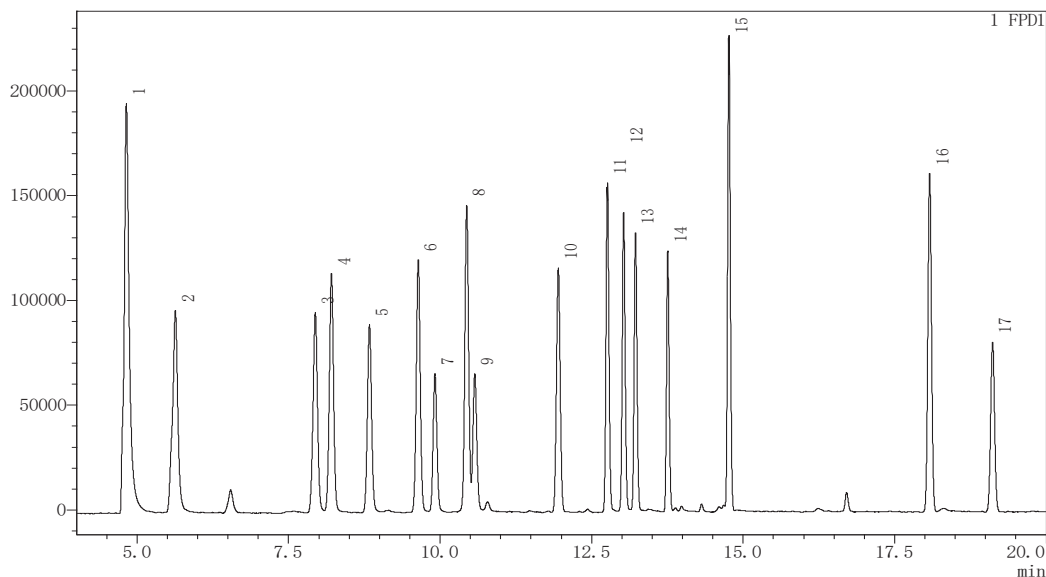


图 2 100ng/mL 标准溶液色谱图

表 1 有机磷农药化合物信息表

峰号	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	氧乐果	Omethoate	1113-02-6	4.864
2	灭线磷	Ethoprophos	13194-48-4	5.634
3	甲拌磷	phorate	298-02-2	7.944
4	地虫硫磷	fonofos	944-22-9	8.208
5	二嗪磷	diazinon	333-41-5	8.834
6	异稻瘟净	lprobenfos	26087-47-8	9.642
7	甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-methyl	5598-13-0	9.916
8	对氧磷	paraoxon	311-45-5	10.44

9	杀螟硫磷	fenitrothion	122-14-5	10.58
10	溴硫磷	bromophos	2104-96-3	11.95
11	巴毒磷	crotoxyphos	7700-17-6	12.76
12	乙拌磷砒	Disulfoton sulfone	2497-06-5	13.02
13	乙基溴硫磷	Bromophos-ethyl	4824-78-6	13.22
14	丙溴磷	profenofos	41198-08-7	13.75
15	乙硫磷	ethion	563-12-2	14.91
16	溴苯磷	leptophos	21609-90-5	18.08
17	吡菌磷	pyrazophos	13457-18-6	19.12

2.2 标准曲线与定量限

将 20 mg/L 的混标储备液用乙酸乙酯逐级稀释为浓度是 5、10、20、30、50 和 100 ng/mL 的混标溶液进行测定，以峰面积对浓度绘制标准曲线。根据 5ng/mL 标样数据，以 10 倍信噪比计算各化合物定量限，线性方程、相关系数以及定量限见表 2。

表 2 线性方程及相关系数及定量限

No.	农药名称	线性回归方程	相关系数 R	定量限 (ng/mL)
1	氧乐果	Y=5793.19x-15519.6	0.9997	2.306
2	灭线磷	Y=5905.51x-2538.13	0.9995	2.893
3	甲拌磷	Y=4863.64x-2287.88	0.9997	3.405
4	地虫硫磷	Y=5469.53x-26.7254	0.9996	2.434
5	二嗪磷	Y=4240.06x-689.499	0.9998	3.140
6	异稻瘟净	Y=5485.79x-2640.93	0.9997	2.364
7	甲基毒死蜱	Y=2918.64x-2569.22	0.9994	4.752
8	对氧磷	Y=6934.50x-6877.87	0.9992	2.035
9	杀螟硫磷	Y=2962.19x-4080.49	0.9995	4.743
10	溴硫磷	Y=4967.40x-901.595	0.9997	2.547
11	巴毒磷	Y=2676.35x-5854.21	0.9996	2.284
12	乙拌磷砒	Y=4857.98x-12785.9	0.9991	3.162
13	乙基溴硫磷	Y=4419.01x-2751.51	0.9993	2.126
14	丙溴磷	Y=3677.03x-2041.00	0.9997	2.505
15	乙硫磷	Y=7024.71x-6352.75	0.9995	1.307
16	溴苯磷	Y=3400.54x-8150.51	0.9999	2.339
17	吡菌磷	Y=3670.94x-1990.14	0.9995	3.711

2.3 精密度实验

取 10 ng/mL 混合标准溶液 1 μ L 进气相色谱仪，连续进样 6 次，以峰面积 RSD 考察重复性，结果如表 3。

表 3 峰面积重复性结果 (RSD%, n=6)

No.	组份	面积 1	面积 2	面积 3	面积 4	面积 5	面积 6	平均值	RSD (%)
1	氧乐果	86399	86868	88875	81973	80959	80182	84209	4.29
2	灭线磷	60370	61541	63303	62855	62813	67319	63034	3.74
3	甲拌磷	47222	46639	46967	45946	48675	48546	47332	2.28
4	地虫硫磷	58474	56708	58456	58564	61196	61834	59205	3.25
5	二嗪磷	44349	44642	44975	45227	47473	47628	45716	3.17
6	异稻瘟净	56552	53742	58175	58342	59282	58596	57448	3.52
7	甲基毒死蜱	28738	29739	29721	27523	29172	28467	28893	2.92
8	对氧磷	63272	64561	68294	67716	70190	68907	67156	3.97
9	杀螟硫磷	28822	27376	30285	29287	28181	28007	28660	3.61
10	溴硫磷	50147	51029	52766	51067	52394	52836	51706	2.14
11	巴毒磷	49134	47961	49544	46894	45092	45948	47429	3.72
12	乙拌磷砒	38260	37761	37097	34379	36112	34925	36422	4.27
13	乙基溴硫磷	46509	46435	48432	46465	49923	48720	47747	3.11
14	丙溴磷	36594	37200	39607	38805	37886	40328	38403	3.73
15	乙硫磷	68129	71246	72755	72691	72835	77047	72451	3.97
16	溴苯磷	58910	59078	61381	58742	59277	61687	59846	2.21
17	吡菌磷	36440	37352	39580	37367	38601	40067	38235	3.70

2.4 回收率

将农残混标溶液添加到空白样品中, 样品加标浓度分别为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (混标溶液中部分化合物为 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$), 按照样品前处理方法制备, 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 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)

No.	化合物名称	加标浓度 (10 $\mu\text{g}/\text{kg}$)	
		加标回收率 %	RSD%
1	氧乐果	78.45	1.99
2	灭线磷	91.06	3.00
3	甲拌磷	98.20	3.41
4	地虫硫磷	105.6	0.52
5	二嗪磷	105.3	1.45
6	异稻瘟净	100.6	3.19
7	甲基毒死蜱	110.7	2.09
8	对氧磷	105.7	3.90
9	杀螟硫磷	92.80	0.53
10	溴硫磷	101.2	0.38
11	巴毒磷	103.8	2.39
12	乙拌磷砒	108.0	2.98
13	乙基溴硫磷	103.8	3.64

14	丙溴磷	104.2	3.79
15	乙硫磷	107.2	3.74
16	溴苯磷	113.0	2.12
17	吡菌磷	112.9	2.70

■ 结论

本文建立了测定植物源性食品中有机磷类农药及其代谢物残留量的方法。检测结果表明，本文中在 5~100 ng/mL 的浓度范围内建立的标准曲线，线性关系良好，线性相关系数均 ≥ 0.999 ，加标浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时，测定回收率，各组分加标回收率范围在 78.45%~113.0%。数据分析表明，此方法结果可靠，样品制备方法简便，适合于植物源性食品中有机磷类农药及其代谢物残留量的测定。

岛津应用云

