

蔬菜中 9 种有机磷农药残留量的测定

1 前言

农药残留是人们非常关心的问题，它不仅关系人们的身体健康，而且已经成为影响农产品进出口贸易的重要障碍，严重影响了农民的经济利益，给农民造成了巨大损失。在我国农药中，70%为有机磷农药，而在我国生产使用的有机磷农药中 70%为剧毒、高毒类，而且较多是禁止在蔬菜作物上使用的。据农业植保部门调查：四个蔬菜品种——番茄、黄瓜、青椒、豆角中主要使用的农药有氧化乐果、对硫磷、甲拌磷、甲胺磷等。其中甲胺磷是最常用的高毒、广谱的农药，在叶菜上的使用频率高达 50~60%；对硫磷在番茄、豆角、菜椒上的使用频率也在 60%左右。

采用气相色谱法检测挥发性农药，具有高选择性、高分离效能、高灵敏度、快速等特点，是农药残留量检测最常用的方法之一。本实验采用 GC1120 型气相色谱仪对蔬菜中 9 种常用有机磷农药残留进行测定，获得满意的分析结果，仪器最小检测浓度符合国标要求。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

GC1120 气相色谱仪（上海舜宇恒平），配有 FPD 检测器，色谱工作站；9 种有机磷农药标准样品（中国标准物质中心）；3 种绿色蔬菜购自河北省石家庄市；其余试剂均为分析纯。

2.2 样品前处理

参照国标 GB/T 5009.20-2003《食品中有机磷农药残留量的测定》对菠菜、青椒和番茄进行处理。

2.3 色谱条件

色谱柱：农残分析柱 I（30m×0.32mm）

柱温：120℃（保持 5min）——200℃（保持 10min），升温速率 10℃/min

进样器温度：250℃；检测器温度：250℃

载气：高纯氮；分流比：20：1

进样量：1 μL

2.4 结果与讨论

标样中九个组分在该分析条件下得到良好的分离，甲胺磷和乙酰甲胺磷在所
选毛细管柱上分离时峰型极好，FPD 检测器灵敏度高，稳定性好。分析结果见图
1 和表 1。

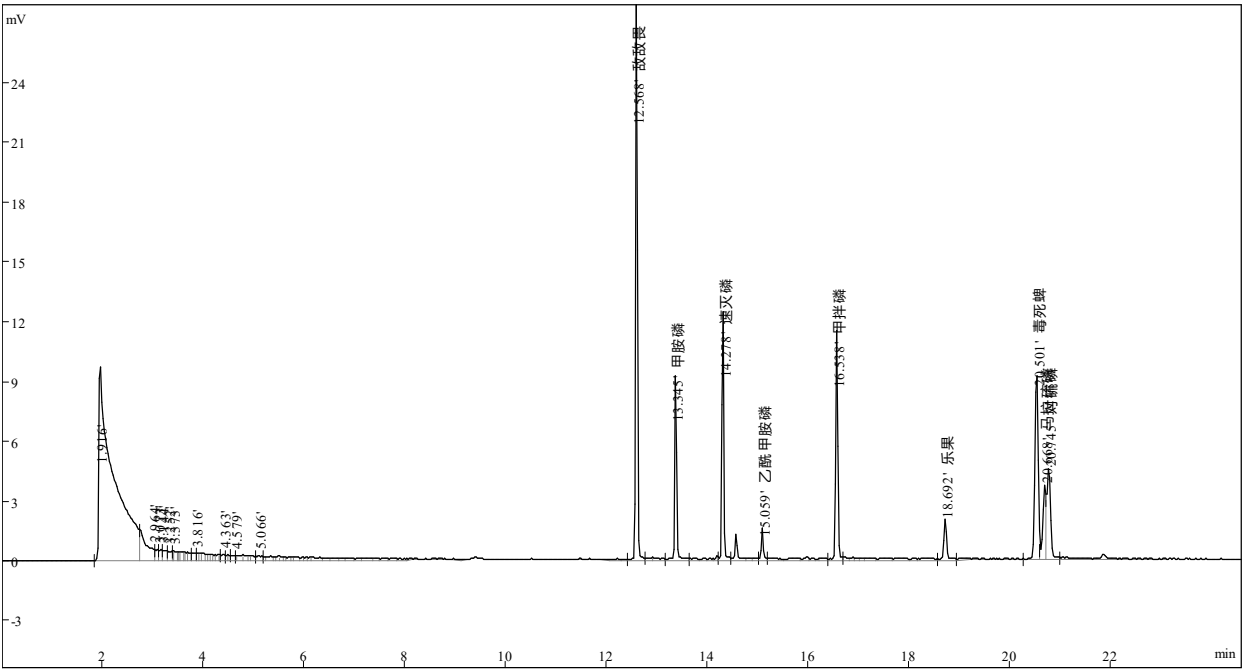


图 1 9 种农药混合标样分析色谱图

表 1 标样浓度和最小检测浓度及国标最高残留限量（mg/kg）

序号	保留时间	名称	浓度	最小检测浓度	最高残留限量
1	12.568	敌敌畏	2	0.008	0.2
2	13.345	甲胺磷	3.5	0.04	0.1
3	14.278	速灭磷	1	0.01	
4	15.059	乙酰甲胺磷	3.5	0.1	0.2
5	16.538	甲拌磷	1	0.005	不得检出
6	18.692	乐果	0.4	0.02	0.2
7	20.501	毒死蜱	2	0.03	1
8	20.668	马拉硫磷	1.2	0.004	不得检出
9	20.745	对硫磷	1.5	0.005	不得检出

三种样品菠菜、青椒和番茄经检测只有青椒中乙酰甲胺磷超标(0.37mg/kg)，
如图 2 所示。其余两种均未检出。

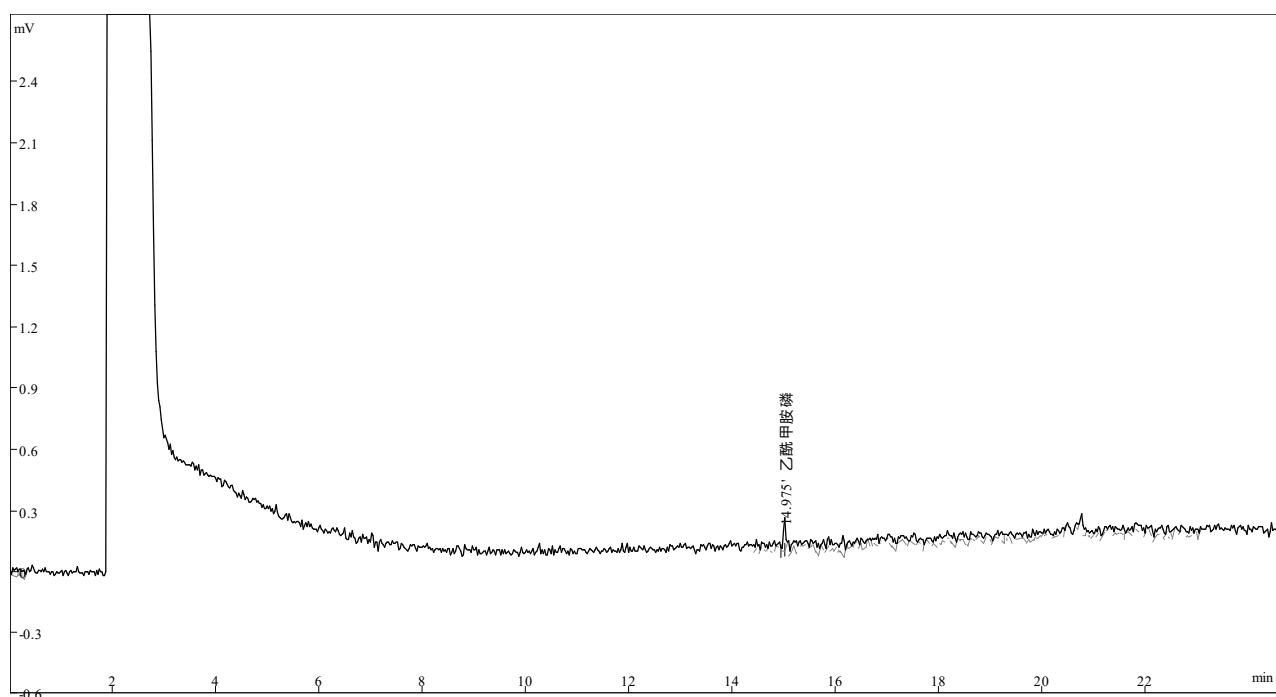


图 2 青椒样品分析色谱图