

## 赛里安 436C / 456C 气相色谱仪 在食品中有机磷农药残留测定

### 前言：

农残检测主要集中在蔬菜，水果，肉类、茶叶、饮用水等与老百姓生活息息相关的领域。检测最多的农药指标按大类分为有机氯、有机磷、拟除虫菊酯类。由于我国在农药的使用品种、施药时间、施药方式、采收间隔等方面千变万化，造成农药残留的情况极其复杂。

农残检测的国标以气相色谱为主，本文参考 GB 23200.91-2016 对机磷类农药甲基对硫磷、马拉硫磷、对硫磷、啶硫磷、杀扑磷和三唑磷进行了分析测定。

### 仪器配置：

仪器配置及主要部件名称	数量
赛里安 456C	1 台
毛细分流/不分流进样口(S/SL)	1 套
火焰光度检测器(FPD)	1 套
专用色谱柱	1 根

### 分析条件：

项目	条件
色谱柱	SCION-1701 30m×0.32mm×0.25μm
载气	氮气
气化室温度	250℃
柱温	起始 160℃，保持 5min，8℃/min 升温至 260℃，保持 2min
分流比	不分流进样
FPD-P 模式温度	300℃
柱流速	2 mL/min
空气 1 流量	17 mL/min

天美(中国)科学仪器有限公司  
北京市朝阳区天畅园7号楼(100107)

t 010-64010651  
f 010-64060202  
e techcomp@techcomp.cn  
w www.techcomp.cn

项目	条件
氢气流量	13 mL/min
空气 2 流量	10 mL/min
进样体积	1 $\mu$ L

谱图：

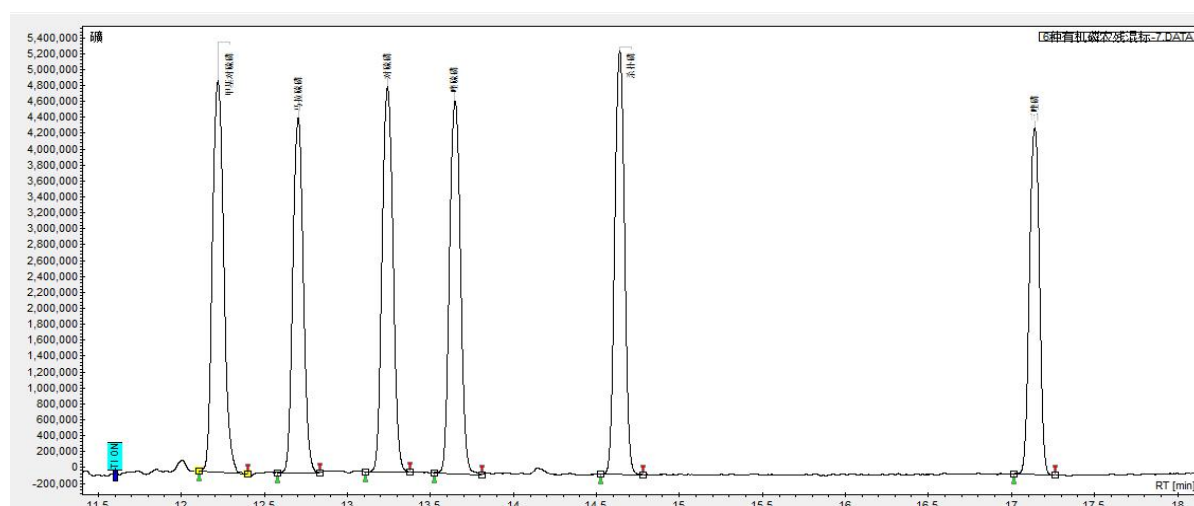


图 1 6 种有机磷混标色谱图

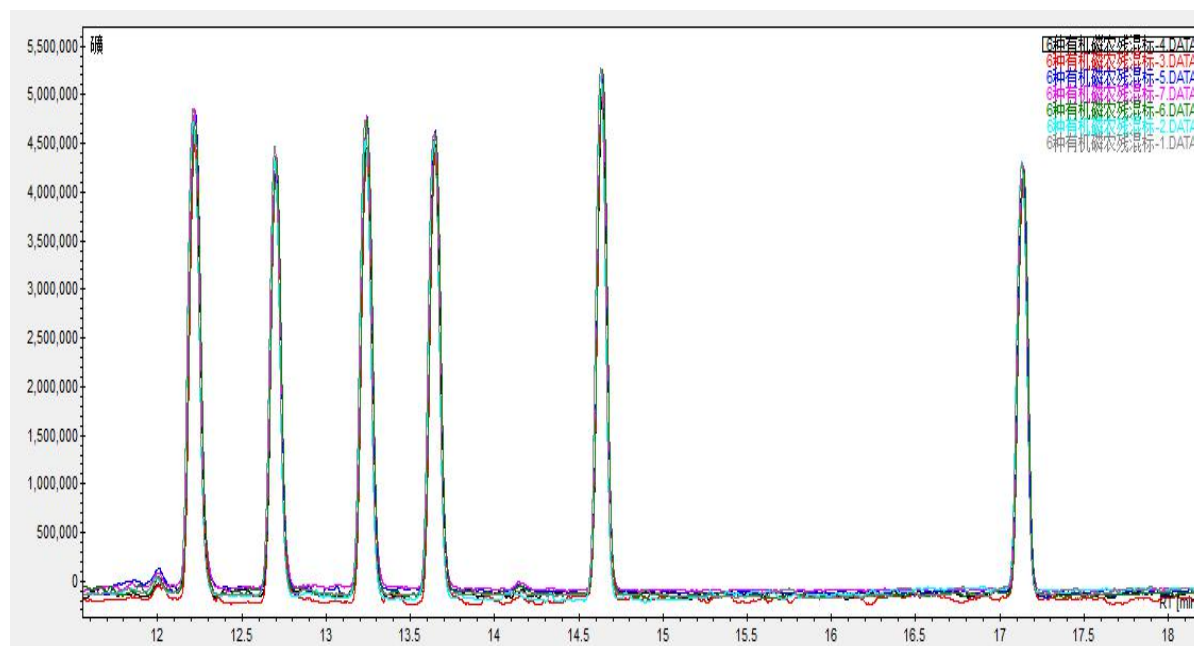


图 2 6 种有机磷混标重复性谱图

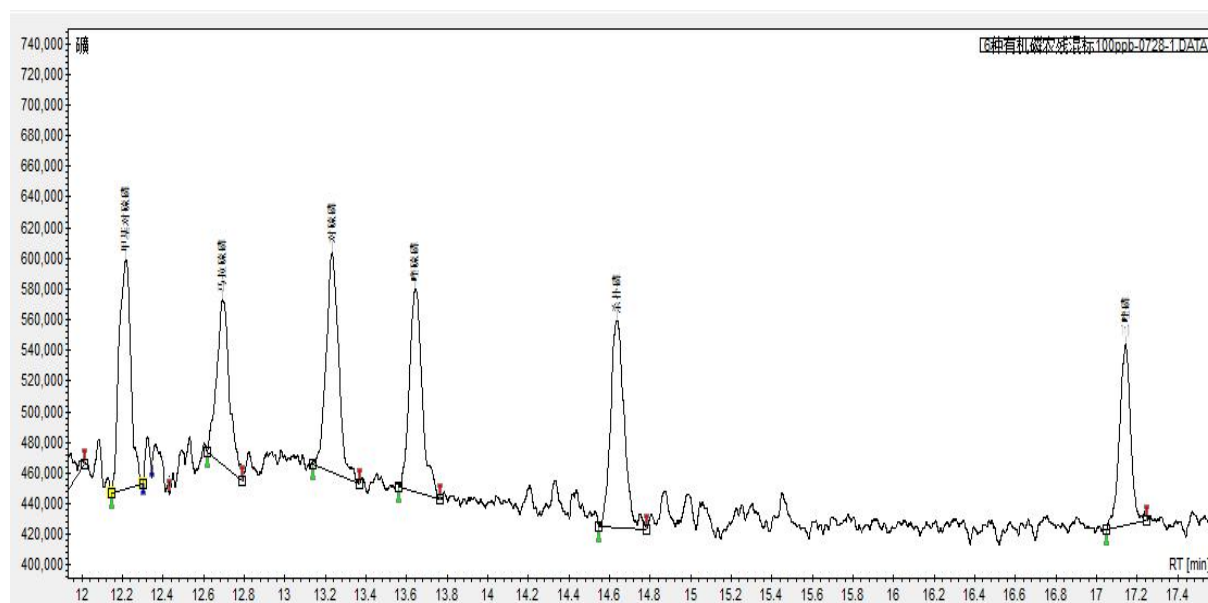
### 重复性指标分析：

	Area/甲基对硫磷	Area/马拉硫磷	Area/对硫磷	Area/啉硫磷
#1	385290.9	309399.5	365958.3	355240.0
#2	393939.3	313639.7	373137.8	357429.1
#3	387111.2	323988.6	369130.0	358279.5
#4	365181.8	309361.9	350596.4	345863.1
#5	392401.6	332838.7	374059.4	363862.0
#6	381728.4	317506.5	353078.1	352805.8
#7	370153.4	317541.9	351727.2	354107.3
Mean	382258.1	317753.8	362526.7	355369.5
Std Dev (n)	10074.7	7779.8	9630.4	5118.4
Rsd %	2.64	2.45	2.66	1.44

	Area/杀扑磷	Area/三唑磷	Time/甲基对硫磷	Time/马拉硫磷
#1	362059.4	300341.7	12.22	12.70
#2	373386.5	303585.8	12.22	12.70
#3	363767.3	305467.1	12.22	12.70
#4	345648.7	287373.8	12.22	12.70
#5	374200.8	304187.2	12.21	12.70
#6	362505.1	306997.6	12.21	12.69
#7	357961.7	294253.1	12.22	12.70
Mean	362789.9	300315.2	12.22	12.70
Std Dev (n)	8953.8	6558.7	0.01	0.00
Rsd %	2.47	2.18	0.04	0.03

	Time/对硫磷	Time/啉硫磷	Time/杀扑磷	Time/三唑磷
#1	13.24	13.65	14.64	17.14
#2	13.24	13.65	14.64	17.14
#3	13.24	13.65	14.64	17.14
#4	13.24	13.65	14.64	17.14
#5	13.23	13.64	14.63	17.13
#6	13.23	13.64	14.63	17.13
#7	13.24	13.65	14.64	17.14
Mean	13.24	13.65	14.64	17.14
Std Dev (n)	0.01	0.00	0.00	0.00
Rsd %	0.04	0.03	0.03	0.03

根据所配置的混标样品逐级稀释混标浓度至 100ng/mL，进样 1 $\mu$ L，根据信噪比结果（检测限 SNR $\geq$ 3，定量限 SNR $\geq$ 10）计算各有机磷化合物的检出限和定量限，结果如下：



项目	甲基对硫磷	马拉硫磷	对硫磷	啶硫磷	杀扑磷	三唑磷
SNR	16.77	11.81	15.82	14.56	14.85	12.95
检出限(ng/mL)	17.89	25.40	18.96	20.60	20.20	23.17
定量限(ng/mL)	59.63	84.67	63.21	68.68	67.34	77.22

## 结论：

本实验采用天美公司赛里安 456C气相色谱仪，配置火焰光度检测器（FPD），在P模式下对甲基对硫磷、马拉硫磷、对硫磷、啶硫磷、杀扑磷和三唑磷六种有机磷类农药进行检测，在定性、定量重复性上优于国标方法，具有较高的检测灵敏度。