

色谱技术在农药残留检测中的应用综述

付晓平

(郑州兰博尔科技有限公司, 郑州 450000)

摘要: 农药残留检测分析方法主要包括了酶联免疫法、传统化学分析法和色谱分析技术, 而其中使用比例最大的是色谱技术。该技术首次进入人们的视线是在二十世纪初, 但真正受到认可和关注是在上世纪五十年代中期, 其通过气相色谱法获得了当届的诺贝尔化学家, 而随着后期产生的高效液相色谱技术和毛细管电泳技术等, 让色谱技术的应用范围越来越广。本文对色谱技术的几个主要分析方法在农药残留检测中的应用进行探讨。

关键词: 色谱技术; 农药残留检测; 应用

DOI: 10.16640/j.cnki.37-1222/t.2017.20.244

色谱技术主要分为几种方法, 第一是气相色谱; 第二是液相色谱; 第三是毛细管电泳, 而不同的分析方法在实际应用过程中存在很大不同。目前, 色谱分析已经通过成熟的技术广泛应用在农残检测、药物和环保等相关领域, 并取得了显著的成效。

1 气相色谱技术方面

在农药残留检测中, 气相色谱的分析重点主要在两个方面, 第一是样品前期处理; 第二是测量。火焰光度法属于气相色谱中的其中一样技术, 如果将其用于测定土壤中的多种有机磷农药残留物, 方法在 0.200 ~ 1.00mg/L 范围内线性效果较好, 当取样量为 8g 时, 方法检出限为 1.1 ~ 2.1 μ g/kg。同时, 继续测定有机磷的有证标准溶液, 最终 RSD 为 2.5% ~ 6.5% 之间。实际测定土壤样品中共计 15 种, 其中 14 种有机磷农药加标回收率达到 56.8% ~ 132%, 而敌百虫为 0。由此可以初步判定, 在测定过程中, 该目标物被降解, 继而说明该方法不利于测定敌百虫。

氮磷火焰光度检测器是气相色谱法中较为常见的, 为了对其应用加以分析, 将其用于检测蔬菜的农药残留, 蔬菜总共选取了十种, 包括了茄子和白菜等, 需要检测的农药包括敌敌畏等其它 6 种常见农药。首先确定农药的标准曲线, 为 0.08 ~ 9.80 μ g/ml 的混合液浓度内线性关系最好, 其它线性指数都未低于 0.95, 最低检出浓度为 0.03 ~ 0.05 μ g/ml 左右, 最低检出含量为 0.013 ~ 0.025mg/kg。经过测试可以发现, 此处检测的十种蔬菜残留农药都符合国家标准要求, 未发现超标行为。

2 液相色谱技术方面

液相色谱主要分为三种, 第一是柱色谱; 第二是薄层色谱; 第三是纸色谱, 而高效液相色谱就是在原有气相色谱和液相色谱中创新而来, 属于一种通过现代化技术自动分离形成的新技术。除了分析样品以外, 液相色谱还能有效分离样品, 属于现阶段常见的分离方法。相比于气相色谱, 液相色谱的优势在于能够在常温下实现分离分析技术, 如果在低温条件下进行还能进一步提高分离效率。目前, 液相色谱最大的优势便是对挥发性不足, 以及热稳定性不足的农药进行检测, 但基于一些天然性荧光农药的存在, 检测器的灵敏性还需提高。比如对韭菜和豇豆中的多菌灵等几种农药残留进行检测, 采用乙腈提取样品, 并使用 40 $^{\circ}$ 柱温作为色谱条件, 选择 20 μ l 为进样量, 通过紫外检测器进行检测。为了对波长进行检测, 选择了 300 ~ 500nm 之间选择最高的吸收峰, 实施外标法定量, 最后的检出限为 0.007 ~ 0.048mg/kg 之间, 相关线性系数为 0.95, 并测量 4 个添加水平, 而平均回收率为 80% ~ 107% 之间, 相对标准偏差为 0.72% ~ 6.08% 之间, 说明该方法能够满足各项技术参数。如果将高效液相色谱法用于检测水中的农药残留, 其不仅操作简单、快捷, 还能快速分析大批量水样。现阶段, 农药残留的很多方面都已经应用到了液相色谱技术, 并在整个检测领

域占据着很高的检测地位。总之, 液相色谱的主要优势在于常温分离, 并操作简单, 不会因为样品挥发性而受到影响, 还能结合电子计算机形成自动化的高度分析仪器。但与此同时, 液相色谱未来还需要进一步提高其检测的精确度, 或者通过质谱联用的方式来避免这一缺陷。

3 色相气相色谱分析啉虫脒农药

啉虫脒属于新型杀虫剂中的一种, 其不仅渗透性较强, 还具有胃毒和触杀的特点。在作用机理上, 啉虫脒不同于普通杀虫剂, 能够对氨基甲酸酯类和有机磷类产生有效的害虫抗性作用。目前, 啉虫脒使用较多的是黄瓜和茄子等作物, 主要通过气相色谱法对其进行检测。但需要注意的是, 不论是气相色谱法, 还是液相色谱法, 都需要结合相关的辅助手段定性, 其在实验室检测中主要通过气相色谱-质谱联仪来进行, 能够定性定量的检测啉虫脒农药残留。在实验过程中, 首先使用色谱纯丙酮将啉虫脒标准品配置成储备液 (100mg/L), 并进行保存, 在使用丙酮之前先将其进行稀释, 并按照工作液的标准配置成各种浓度。其次, 采用食品搅碎机将黄瓜样品粉碎, 称出样品 250g, 并将 50ml 乙腈加入, 捣碎机定时 2 分钟进行高速组织匀浆, 然后在具塞量筒中进行过滤, 接着加入氯化钠 7g, 用力震荡 2 分钟后静置半个小时。当出现乙腈和水相分层时, 在 15ml 的离心管中吸取乙腈 10ml。在净化过程中, 需要采取多种净化方法, 比如活性炭固相萃取和凝胶渗透色谱等, 将洗脱液收集后氮吹到一定程度, 再通过丙酮定容到 6ml, 采用气质联用仪进行检测。在检测样品时能够发现, 标准物质的保留时间和检出色谱基本吻合, 标准物质离子和离子丰度比相也高度一致, 故能够说明, 农药化合物确实存在于该样品中。总之, 采取气相色谱技术分析啉虫脒, 其只需通过一次便能完成定性定量检测, 属于一种很强的实用性检测手段。

4 结束语

总而言之, 自从农药残留分析采用色谱技术以来, 其在精确度和准确率方面都有了很大提升, 并能通过快速便捷的色谱技术提高检测效率。所以, 为了进一步提高色谱技术的应用效果, 相关部门和工作人员, 其还需要在原有技术基础上不断加以升级和创新, 以扩大该技术的应用范围, 为各行业的安全检测工作提供重要检测方法。

参考文献:

- [1] 粟有志, 李芳, 赵光跃等. QuEChERS- 高效液相色谱-串联质谱法测定植物源食品中环磷酰胺残留 [J]. 分析化学, 2017, 45 (01): 118-123.
- [2] 马青青, 张文豪, 许文清等. 中药农药残留检测中气相色谱技术的应用 [J]. 中国科技投资, 2016 (28): 315.
- [3] 林祥群, 卢春霞, 罗小玲等. 气相色谱-质谱法测定枸杞中 28 种农药残留 [J]. 江苏农业科学, 2016, 44 (01): 285-289.