

# 气相色谱技术在食品农药残留检验中的应用与优化

吕威\*, 樊琳琳

(桓仁满族自治县市场监管事务服务中心, 本溪 117200)

**摘要:** 气相色谱技术是食品农药残留检测中一种重要的分析手段, 它通过分离和检测样品中的农药成分, 为食品安全提供了可靠的技术支持。然而, 该技术在应用过程中面临着样品前处理复杂、检测灵敏度和选择性不足、结果准确性和重现性差等难题。为了解决这些问题, 本文描述了气相色谱技术在食品农药残留检验中的应用与优化策略, 包括优化样品前处理方法以提高检测效率、提升检测灵敏度与选择性的技术改进以及保证检测结果准确性和重现性的质量控制措施。通过这些优化策略, 可以显著提高气相色谱技术在食品农药残留检测中的应用效果, 为保障食品安全提供更强有力的技术支撑。

**关键词:** 气相色谱技术; 食品农药残留; 样品前处理

## Application and optimization of gas chromatography technology in the testing of pesticide residues in food

LYU Wei\*, FAN Lin-Lin

(Huanren Manchu Autonomous County Market Supervision Affairs Service Center, Benxi 117200, China)

**ABSTRACT:** Gas chromatography technology is an important analytical method in the detection of pesticide residues in food. It provides reliable technical support for food safety by separating and detecting pesticide components in samples. However, the technology faces challenges during its application, such as complex sample pretreatment, insufficient detection sensitivity and selectivity, and poor accuracy and reproducibility of results. To address these issues, this paper describes the application and optimization strategies of gas chromatography technology in the inspection of pesticide residues in food. These include optimizing sample pretreatment methods to improve detection efficiency, technological improvements to enhance detection sensitivity and selectivity, and quality control measures to ensure the accuracy and reproducibility of test results. Through these optimization strategies, the application effect of gas chromatography technology in the detection of pesticide residues in food can be significantly improved, providing stronger technical support for ensuring food safety.

**KEY WORDS:** gas chromatography technology; pesticide residues in food; sample pretreatment

## 0 引言

在食品安全问题日益凸显的今天, 农药残留检测已成为维护公众健康至关重要的一环。气相色谱技术由于具有高分辨率、高灵敏度等特点而在食品农药残留检测方面发挥着重要的作用。但由于样品前处理复杂, 检测灵敏度和选择性不足, 检测结果不准确且重现性差等因素制约着这一技术的实际应用。为此, 文章旨在对食品农药残留检验过程中气相色谱技术存在的难点问题探究, 并且提出相关优化策略以提升检测效率与检测结果可靠性。

## 1 气相色谱技术在农药残留检测中的作用

在食品农药残留的检测过程中, 气相色谱 (Gas Chromatography, GC) 技术起到了至关重要的角色。由于具有高分辨率, 高灵敏度及较好的分离能力等特点, 可对多种农药残留物进行有效的鉴定与定量分析。本技术将样品气化后在色谱柱和载气作用下分离, 然后用检测器定量。气相色谱可以对复杂混合物进行分离并准确检测农药残留类型及浓度, 对保障食品安全具有重要意义<sup>[1]</sup>。另外 GC 技术重复性好、可靠性强, 可对各种食品基质农药残留进行治理, 可为监管机构的监管提供科学依据, 有

\* 通信作者: 吕威, 工程师, 研究方向为食品。E-mail: lvwei19890603@163.com

\* Corresponding author: LYU Wei, Engineer, Huanren Manchu Autonomous County Market Supervision Affairs Service Center, Benxi 117200, China. E-mail: lvwei19890603@163.com

助于对食品有害物质进行风险评估,保障消费者身体健康。

## 2 气相色谱技术在食品农药残留检验中的应用难题

### 2.1 样品前处理的复杂性与耗时问题

食品样品中一般含有较多基质干扰物质,对气相色谱分析精度有一定影响。所以在做气相色谱分析前,样品须经过提取、净化及浓缩等穷尽前处理。这几个环节既费时又繁杂,且易引入误差<sup>[2]</sup>。样品提取时,通常采用液-液萃取,固相萃取及基质固相微萃取。这类方法通常要用到很多有机溶剂,而且操作过程烦琐,所需时间与精力也比较长。另外,在样品净化时还要用许多不同固相提取材料来除去样品中干扰物质,这就进一步加大了处理过程的复杂程度<sup>[3]</sup>。不同食品基质在性质上的差异,也给标准化,自动化样品前处理环节带来了一定难度。

### 2.2 检测灵敏度与选择性不足的问题

对于农药残留的检测,尽管气相色谱技术以高分辨率著称于世,但是实际应用特别是微量农药残留的检测灵敏度及选择性通常很难达到理想的水平。农药残留物浓度通常很低,可达 ppb 级,对检测设备灵敏度要求很高<sup>[4]</sup>。食品样品中除目标农药残留物之外还有许多复杂干扰物质,其在气相色谱柱中的表现可能类似于目标物质而干扰分析结果。尽管现代气相色谱设备配备了多种检测器,如电子捕获检测器(Electron Capture Detector, ECD)、氢火焰检测器(Flame Ionization Detector, FID)等,但面对复杂样品时,选择性的不足仍然是一个不容忽视的问题。实际工作中由于检测灵敏度不够高,将导致低浓度农药残留物不能被准确检出,不仅会影响食品安全评价,而且还会给消费者身体健康带来潜在威胁。另外,由于选择性存在缺陷,分析时很难将目标农药残留物和干扰物质区分开来,影响结果准确性<sup>[5]</sup>。在此条件下,甚至在检出某物质时,仍不能判断该物质是农药残留还是不能精确地定量。另外由于食品样品复杂,即便是采用高灵敏度、高选择性检测器也会遇到其他难题。比如一些农药残留物在样品处理过程中会出现降解或者转化等现象,使得检测结果并不能如实地反映出样品的真实含量。

### 2.3 检测结果的准确性和重现性问题

准确性是测定结果是否接近真实值,重现性涉及在同等条件下反复测定结果是否一致。尽管气相色谱技术具有较高的分辨率,

但在实际应用中,确保每次检测结果的准确性和重现性仍然面临困难。准确性方面的挑战则主要来自样品预处理过程可能会引入误差和仪器运行稳定性。在试样前处理环节,任何一个细微的误差,都会造成最后检测结果不精确。另外,气相色谱仪器长时间运行时,会因色谱柱老化,检测器漂移而降低仪器灵敏度及准确性。该装置的改变可能引起测量结果波动而影响检测精度。样品的非均质性、操作人员之间的操作差异以及仪器的常规维护状态等都可能是导致重现性问题的原因<sup>[6]</sup>。如不同批样本在加工时可能会呈现不同行为而使检测结果发生突变。

## 3 气相色谱技术在食品农药残留检验中的应用与优化策略

### 3.1 优化样品前处理方法以提高检测效率

目前分析检测领域中样品前处理方法是否高效准确非常关键。尽管传统的液-液萃取(Liquid-Liquid Extraction, LLE)、固相萃取(Solid Phase Extraction, SPE)和基质固相微萃取(Solid Phase Microextraction, SPME)是常用的方法,但它们的操作过程往往比较复杂、费时费力的问题促使人们去寻找更有效的前处理技术。基于这一背景,自动化样品前处理系统的提出被认为是一个可能的优化策略。该类系统具有降低人为操作变异性、增加样品处理稳定性与重复性等优点<sup>[7]</sup>。借助自动化设备可以实现更加有效地提取与净化过程,极大地缩短了处理时间以提高整体检测效率。除自动化技术外,还存在其他值得我们重视的新技术,例如微波辅助提取(Microwave-Assisted Extraction, MAE)和超声波辅助提取(Ultrasonic-Assisted Extraction, UAE)。应用上述技术可显著提高样品提取效率和降低溶剂用量并同时减少处理时间。通过采用微波或者超声波作用可以使样品和溶剂接触面积增大,有利于加快目标化合物释放速度,使前处理效率进一步提高。在样品净化环节,选用适当的固相提取材料同样是关键。近几年,新型固相提取材料如分子印迹聚合物(Molecularly Imprinted Polymers, MIP)和纳米材料受到了广泛的关注<sup>[8]</sup>。这类物质选择性高,可有效地除去基质中干扰物质并增加目标农药残留选择性及回收率。利用这些新材料可以促进检测准确高效地进行,保证最终结果更可靠。如图1。

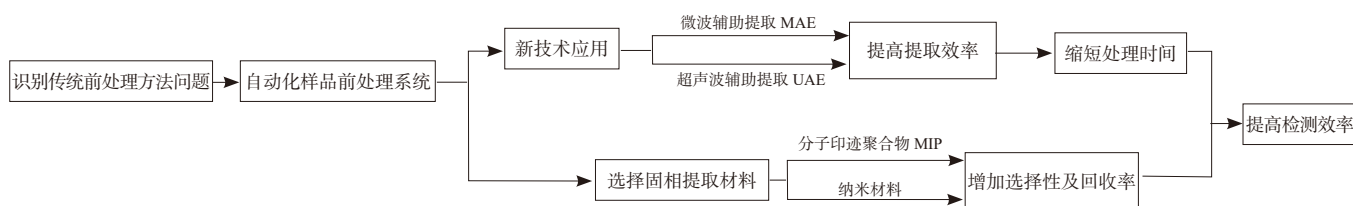


图1 优化样品前处理方法以提高检测效率的流程图

Fig.1 Flowchart for optimizing sample pretreatment methods to improve detection efficiency

### 3.2 提升检测灵敏度与选择性的技术改进

为促进气相色谱技术对食品农药残留检测灵敏度和选择性的提高,有必要引进系列技术改进。对气相色谱仪器中检测器进行改进,是一种有效地提高灵敏度方法。比如说,像电子捕获检测器(ECD)和氢火焰检测器(FID)这样的传统探测器,在其灵敏度和选择性上都存在一定的不足<sup>[9-12]</sup>。在最近的几年中,结合质谱(MS)和气相色谱(GC)的气相色谱-质谱(GC-MS)技术已经变成了提高检测的灵敏度和选择性的核心方法。GC-MS技术由于质谱有很好的分子识别能力能有效地区分目标农药和基质干扰物质,所以能提供较高选择性。另外,采用高分辨率质谱仪(High-Resolution Mass Spectrometer, HRMS)能够进一步增强对复杂样本中低浓度目标化合物的检测敏感性。除此之外,气相

色谱仪的优化还涉及使用新型的色谱柱,例如涂层优化色谱柱和毛细管色谱柱,这些新的柱材料能够提供更高的分离效率和选择性。在分析技术方面,通过开发和应用如多反应监测(Multiple Reaction Monitoring, MRM)和选择反应监测(Selected Reaction Monitoring, SRM)等新型检测模式,能够显著提升对特定农药残留物检测的灵敏度<sup>[13-15]</sup>。对目标离子进行选择性检测可显著降低干扰信号和分析结果精度。这些技术改进在促进检测灵敏度的同时,也提高了复杂食品基质目标化合物检测的选择性以适应更高层次的分析需求。例如:以检测草莓中的农药残留为例,在使用传统的气相色谱检测方法时,对某种特定的农药(如氯氰菊酯)的检测限仅能达到0.05 mg/kg,且由于草莓基质的复杂性,误检率高达10%。然而,当引入气相色谱-质谱(Gas

Chromatography -Mass Spectrometry, GC-MS) 技术, 并采用高分辨率质谱仪 (HRMS) 后, 检测限大幅降低至 0.005 mg/kg, 误检率也降低至 2% 以下。同时, 使用新型的涂层改进型色谱柱, 对草莓中其他多种常见农药 (如敌敌畏、乐果等) 的分离度从原来

的 1.2 提升至 1.8 以上<sup>[16]</sup>。在分析方法上, 应用多反应监测 (MRM) 模式, 对目标农药残留物的检测灵敏度提高了 5 倍, 显著减少了干扰信号, 使得检测结果的准确性得到了极大提升, 从而更好地保障了食品安全, 如表 1 所示。

表 1 农药残留检测技术性能对比表

Table 1 Comparison of pesticide residue detection technology performance

检测技术	检测限 (mg/kg)	误检率 (%)	分离度	灵敏度提升
传统气相色谱	0.05	10	1.2	—
GC-MS + HRMS	0.005	<2	1.8+	5 倍
涂层改进型色谱柱	—	—	1.8+	—
多反应监测 (MRM)	—	—	—	5 倍

### 3.3 保证检测结果准确性和重现性的质量控制措施

确保检测结果的准确性和重现性是任何实验室工作中的关键目标。为实现这一目的, 制定严格的质量控制措施非常关键。其中, 制订一套详尽的标准操作流程 (Standard Operating Procedure, SOP) 构成了确保输出结果具有高度准确性和可重复性的关键基础<sup>[17]</sup>。SOP 应明确指定样品前处理, 仪器操作和数据处理各环节的操作流程, 从而降低人为操作不同对检测结果造成的影响。通过遵守 SOP 可以使实验人员在运行过程中始终保持一致性以增加结果可靠性。气相色谱仪器的定期维护与校准, 是保证检测结果正确性的关键环节。应通过测试标准物质对仪器性能进行检定, 并作必要修正与调整才能保证其准确与稳定。该定期维护与校准能有效避免仪器性能改变而影响检测结果。此外, 介绍质量控制样品 (QC 样品) 及盲样的测试也是监测测试过程准确性及重现性的一种有效手段。通过对 QC 样品及盲样的定期操作, 可发现可能存在的误差及偏差, 保证结果一致可靠。这类样本的应用有利于在任何试验中发现问题和及时采取措施进行修正, 使试验结果更加精确。在数据处理中, 利用统计分析方法来评价与验证检测结果, 也是保证结果准确性的一个重要环节。通过计算重复测量的标准偏差 (SD) 和相对标准偏差 (RSD), 我们能够评估检测结果的重复性, 并识别出任何可能存在的问题。该统计分析方法有助于实验室深入了解数据, 保证了研究结果的可靠性<sup>[18-20]</sup>。另外, 构建良好的质量管理体系是检测质量得以提升的关键所在。其中包括人员培训, 设备的有效管理, 数据的记录。通过对工作人员进行培训, 保证对设备进行很好的管理和对数据进行精确地记录, 实验室能够促进整体检测质量的提高, 进而保证气相色谱技术能够有效地运用到食品农药残留检验当中。

## 4 结束语

气相色谱技术在食品农药残留检测领域的应用, 不仅标志着分析技术的一大进步, 更是食品安全保障体系中不可或缺的一环。通过精心设计的样本预处理流程, 我们能够有效地去除干扰物质, 确保检测结果的纯净性与可靠性。同时, 通过不断优化检测方法, 提高仪器的灵敏度和选择性, 我们能够检测到极低浓度的农药残留, 这对于保护消费者免受潜在健康风险至关重要。此外, 实施严格的质量控制措施, 如定期校准仪器、使用标准物质进行质量控制以及参与实验室间的比对实验, 确保了检测数据的准确性和可比性。这些措施不仅提升了实验室内部的质量管理水平, 也增强了公众对食品安全检测结果的信任。随着技术的不断进步和法规的日益完善, 气相色谱技术在食品农药残留检测中的应用将更加广泛和深入。未来, 我们期待通过跨学科合作和技术创新, 进一步提高检测效率, 降低检测成本, 为食品安全监管提供更强有力的技术支撑, 从而更好地服务于公众健康和食品安全的长远目标。

### 参考文献

- [1] 徐蕊. 食品检验中常见污染物的检测方法 [J]. 食品安全导刊, 2024, (29): 125-127.
- [2] 李丽梅. 高效液相色谱在食品检验检测中的应用 [J]. 食品安全导刊, 2024, (27): 163-166.
- [3] 刘怡熙. 现代食品检测中农药残留检测技术的质量控制举措 [J]. 食品安全导刊, 2024, (27): 186-189.
- [4] 申玲. 气相色谱法在食品质量检验中的应用研究 [J]. 中国质量监管, 2024, (08): 78-79.
- [5] 刘杉杉, 王杨杨. 农药残留检测技术在食品质量检验中的应用 [J]. 现代食品, 2024, 30(14): 167-169.
- [6] 刘阳, 安迈瑞, 梅真, 等. 气质联用技术在食品农药残留检验中的应用 [J]. 中国食品工业, 2024, (14): 81-82.
- [7] 许晓辉, 王小乔, 李坚, 等. 动物源性食品中农药残留监控现状与建议 [J]. 中国食品药品监管, 2024, (07): 94-99.
- [8] 张寅, 栾君, 刘琳. 食品检验检测中残留农药快速检测方法研究 [J]. 中外食品工业, 2024, (13): 75-77.
- [9] 赵浩. 生物检测技术在食品检验中的应用分析 [J]. 食品安全导刊, 2024, (19): 165-167, 171.
- [10] 杨凤梅. 气相色谱质谱联用在食品检验中的应用价值分析 [J]. 中外食品工业, 2024, (12): 64-66.
- [11] 杨二林. 农药残留检测技术及农产品质量安全控制措施 [J]. 农村科学实验, 2024, (12): 79-81.
- [12] 李婷. 食品检测中农药残留检测技术研讨 [J]. 中国食品工业, 2024, (11): 128-130.
- [13] 严晓贤. 西藏特色食品中农药残留和真菌毒素检测技术研究及应用 [D]. 保定: 河北大学, 2024.
- [14] 孙宇航. 基于静默区分子的SERS分析方法的建立及其在农药残留检测中的应用 [D]. 济南: 齐鲁工业大学, 2024.
- [15] 孙亚婷, 冯平, 边丽娜, 等. 农药残留检测技术在食品质量检验中的应用 [J]. 中外食品工业, 2024, (10): 75-77.
- [16] 夏飞飞, 赵悦. 农产品农药残留检测中食品安全检测技术的应用 [J]. 中外食品工业, 2024, (09): 80-82.
- [17] 许岩. 食品中的农药残留检测技术分析 [J]. 现代食品, 2024, 30(08): 169-171.
- [18] 闫波. 食品检测中农药残留检测技术的研究 [J]. 中外食品工业, 2024, (07): 50-52.
- [19] 樊启明, 叶玉华, 杨春艳. 农药残留检测技术在食品质量检验中的应用 [J]. 食品安全导刊, 2024, (10): 158-160.
- [20] 王昕泽. 基于气相色谱技术的食品中农药残留检测及其质量控制研究 [J]. 中外食品工业, 2024, (06): 68-70.

### 作者简介

吕威, 工程师, 研究方向为食品。