

气相色谱法测定蔬菜和水果中毒死蜃残留量

GC-237

摘要：本文利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪搭配 FPD 检测器，参考现行标准 NY/T 761-2008《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》，建立了蔬菜和水果中毒死蜃残留量的检测方法。实验结果显示：20~500 ng/mL 浓度范围，毒死蜃线性关系良好，相关系数 R 为 0.9997。取浓度为 20 ng/mL 的毒死蜃标准溶液，重复进样 6 次，峰面积的 RSD% 小于 3%，仪器精密度良好。加标回收率实验中，毒死蜃的平均加标回收率在 98.0-102.0% 之间。该方法简单方便，能够有效的检测蔬菜和水果中毒死蜃的含量。

关键词：气相色谱法 水果 蔬菜 毒死蜃

有机磷农药，主要用于防治植物病、虫、草害。实际应用中应选择高效低毒及低残留品种。其在农业生产中的广泛使用，导致农作物中发生不同程度的残留。有机磷农药对人体的危害以急性毒性为主，多发生于大剂量或反复接触之后，会出现一系列神经中毒症状。因此，在农产品质量管控中，有效监测有机磷农药的含量是十分必要的。测量有机磷农药的含量是十分必要的。

毒死蜃是一种广谱性有机磷杀虫杀螨剂，能较好

地防治多种作物的地上和地下害虫，是取代高毒有机磷杀虫剂的理想品种，随着毒死蜃使用量的逐年增加，其残留已引起越来越多的关注。

本文参考 NY/T 761-2008《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》中第一部分方法二，采用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro 搭配 FPD 检测器进行分析，该方法灵敏度高、重复性好，可用于蔬菜水果中毒死蜃残留量的测定，为农产品质量保证提供借鉴。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱仪：GC-2010 Pro

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rtx-1701, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：150°C (2 min)_8°C /min_250°C (5 min)

载气：氮气

载气控制模式：恒线速度

线速度：40 cm/sec

进样口温度：220°C

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

检测器：FPD 检测器

检测器温度：250°C

空气流量：100 mL/min

氢气流量：75 mL/min

■ 样品前处理

按照 NY/T 761-2008《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》中第一部分方法二标准中的样品前处理步骤进行处理，如图 1 所示。

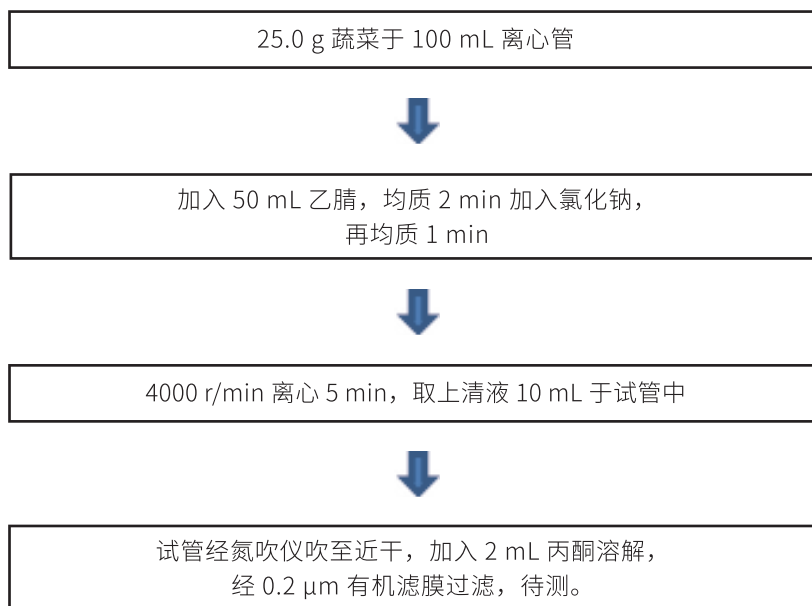


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与结论

3.1 标准品色谱图

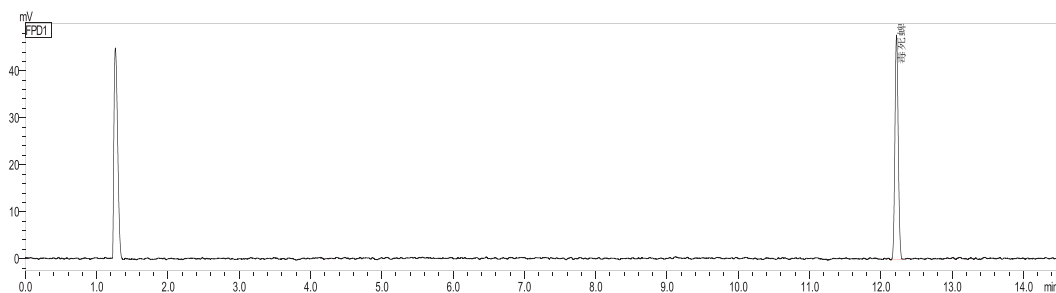


图 2 毒死蜱标准品色谱图

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	毒死蜱	Chlorpyrifos	2921-88-2	12.221

3.2 标准曲线及检出限

分别配制 20、50、100、200、500 ng/mL 的毒死蜱标准溶液，取 1 μ L 进样，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标做标准曲线，如图 3 所示。根据标准曲线最低浓度点数据，以 3 倍信噪比计算仪器检出限。毒死蜱线性相关系数以及检出限见表 2。

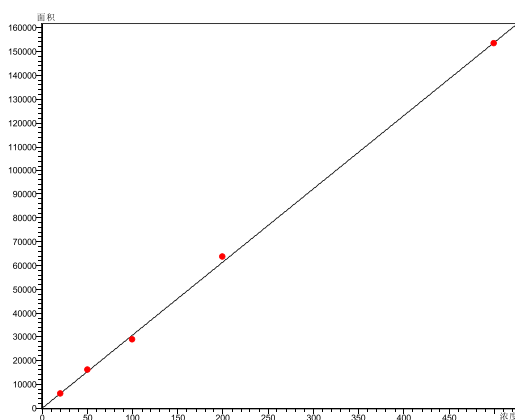


图 3 毒死蜱标准曲线

表 2 标准曲线信息、重复性结果及仪器检出限

No.	化合物名称	相关系数 R	准确度 (%)	检出限 (ng/mL)
1	毒死蜱	0.9997	93.9-103.8	0.015

3.3 重复性测试

取浓度为 20 ng/mL 毒死蜱标准溶液，重复进样 6 次，考察重复性，测定结果见表 3。

表 3 峰面积重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD(%)
		1	2	3	4	5	6	
1	毒死蜱	5116	5402	5234	5274	4994	5131	2.8

3.4 样品检测

取土豆、苹果样品，按前述样品前处理步骤进行处理，上机检测。两样品均未检出毒死蜱。其中土豆样品色谱图如下图 4 所示。

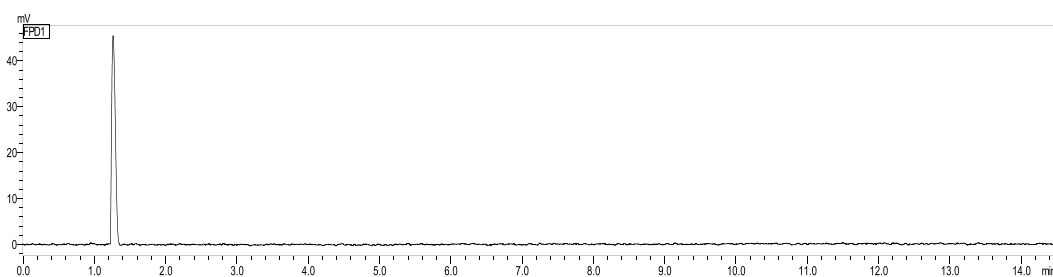


图 4 土豆样品色谱图

3.5 样品检测

取 25.0 g 上述土豆样品，进行三种不同浓度的加标实验，加标浓度分别为 0.02 mg/kg，0.04 mg/kg 和 0.08 mg/kg。每个浓度平行制样 3 份，加标回收结果见表 4。

表 4 加标回收测试结果

No.	化合物名称	加标量 (mg/kg)	测定含量 (mg/kg)			RSD (%)	平均回收率 (%)
			1	2	3		
1	毒死蜱	0.02	0.01943	0.01978	0.01934	1.2	98.0
		0.04	0.04079	0.04080	0.04049	0.4	102.0
		0.08	0.08106	0.07889	0.08227	2.1	100.0

■ 结论

本文采用岛津 GC-2010Pro 气相色谱仪，参考现行标准 NY/T 761-2008《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》建立了蔬菜和水果中毒死蜱残留量的检测方法。20~500 ng/mL 浓度范围，毒死蜱线性关系良好，相关系数 R 为 0.9997。取浓度为 20 ng/mL 的毒死蜱标准溶液，重复进样 6 次，峰面积的 RSD% 小于 3%，重复性良好。加标回收率实验中，毒死蜱的平均加标回收率在 98.0-102.0% 之间。该方法操作简单、灵敏度高、重复性好，可用于蔬菜和水果中毒死蜱残留量的测定。

岛津应用云

