



应用GPC-GCMS(Prep-Q)快速测定农产品中的农药残留

No.GCMS-001

摘要： GPC-GCMS是GPC提纯系统与GC/MS在线连接而成的装置。从试样的提纯到农药的分析完全自动化。本系统是应用食品中残留农药快速筛选的“食品中残留农药快速分析法”（1997年，厚生省通知）开发的装置。更进一步加快了分析速度，简化了操作，实现了农药残留的多组分的同时分析。

关键词 GPC-GCMS 快速测定 农产品 农药残留

原理

食品提取试样中大多数都含有大量的油脂、色素成分，会妨碍微量农药的分析。食品提取试样使用GPC柱，根据分子量的不同，将油脂、色素成分与农药分离，通过切换阀排出GPC柱洗脱时间快的油脂、色素成分，将分析对象农药导入试样捕集环路，导入捕集环路的农药注入GC部，用GC柱分离后，进入MS部检测。

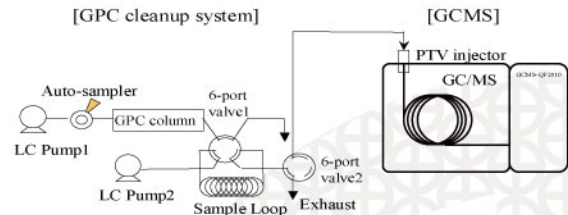


图1 GPC-GCMS装置图

分析条件

GPC

Column	: Shodex CLNpak EV-200AC
Column size	: 2 φ × 150 mm
Oven temperature	: 40 °C
Injection volume	: 20 μL
Mobile phase	: acetone / cyclohexane (3 / 7 by volume)
Flow rate	: 0.1 mL/min

GC(GC-2010)

Column	: deactivated silica tubing [0.53 mm i.d. × 5 m] + DB-5ms [0.25 mm i.d. × 30 m、thickness 0.25 μm]
PTV (Inj)	: 120 °C(5 min) → (100 °C/min) → 250 °C(31.7 min)
Temperature program (Col)	: 82 °C(5 min) → (8 °C/min) → 300 °C(5.75 min)
Carrier gas pressure	: 180 kPa(5 min) → (-50 kPa/min) → 120 kPa(31.8 min)

MS(GCMS-QP2010)

Ion source temperature	: 200 °C
Interface temperature	: 250 °C

SCAN

Start time	: 10.2 min
End time	: 37 min
Mass range	: m/z 86 ~ 450

样品分析

农药标样:

(1) 有机氯类: 六六六, 滴滴涕

(2) 有机磷类: 乙酰甲胺磷, 氧化乐果, 甲

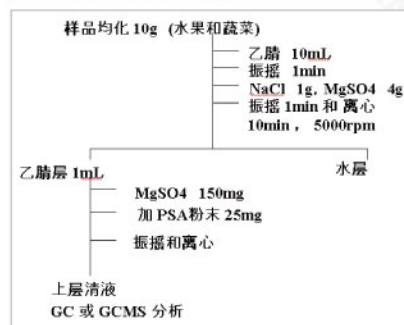
拌磷, 乐果, 二嗪农, 氧嘧啶磷, 甲基对硫磷, 虫螨磷, 马

拉硫磷, 毒死蜱, 对硫磷

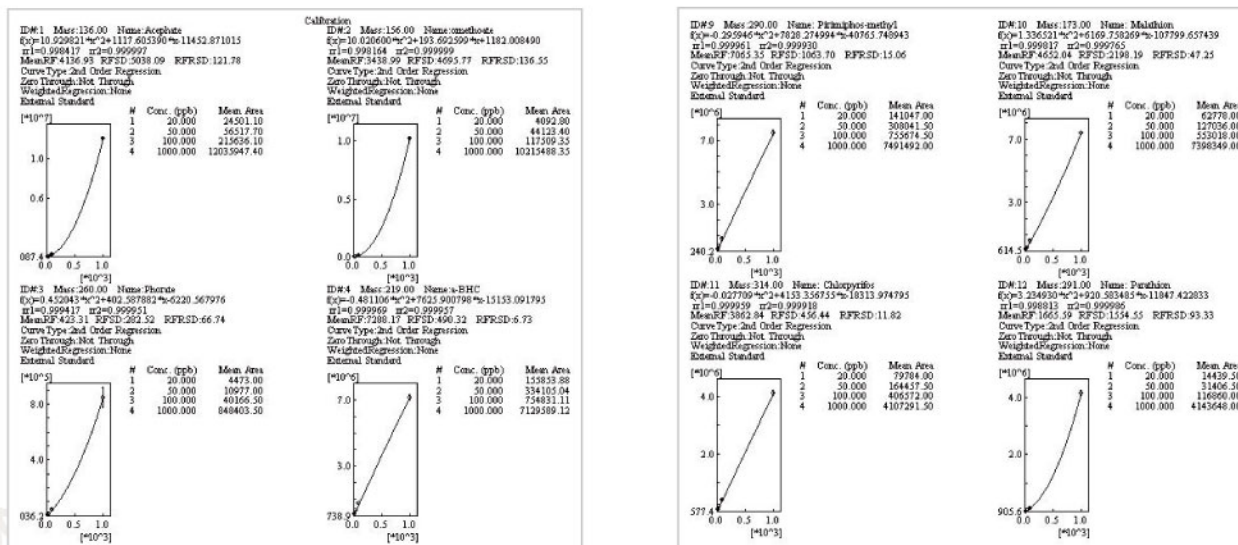
(3) 除虫菊酯类: 甲氰菊酯, 氯氰菊酯

实际样品: 菠菜、胡萝卜

样品前处理: QuEChERS 法



3.2 部分标样的标准曲线



实验结果

菠菜的回收率

pesticides	BC-1	BC-2	BC-3	BC-4	Average	SD	RSD
乙酰甲胺磷	105.99	112.37	116.71	117.00	113.02	5.14	4.55%
氧化乐果	81.32	77.11	97.10	97.39	88.23	10.55	11.96%
甲拌磷	163.08	165.78	149.46	154.64	158.24	7.53	4.76%
六六六	64.33	66.39	78.05	77.79	71.64	7.30	10.19%
乐果	115.69	99.84	115.16	114.47	111.29	7.65	6.87%
二嗪农	76.21	79.63	90.24	94.45	85.13	8.62	10.12%
氧嘧啶磷	80.15	83.24	95.08	98.28	89.19	8.84	9.91%
甲基对硫磷	109.39	87.33	96.49	93.30	96.63	9.32	9.64%
虫螨磷	76.75	81.10	91.21	94.14	85.80	8.22	9.58%
马拉硫磷	98.54	99.83	115.42	115.87	107.42	9.52	8.86%
毒死蜱	69.78	72.19	84.10	85.48	77.89	8.05	10.34%
对硫磷	113.47	119.94	109.56	116.77	114.94	4.45	3.87%
滴滴涕	97.82	100.05	118.27	120.57	109.18	11.90	10.90%
甲氧菊酯	116.99	111.00	107.89	111.65	111.88	3.78	3.38%
氯氰菊酯-1	113.33	118.02	122.14	121.60	118.77	4.06	3.42%
氯氰菊酯-2	117.48	124.57	117.62	104.78	116.11	8.25	7.10%

胡萝卜的回收率

pesticides	C-1	C-2	C-3	Average	SD	RSD
乙酰甲胺磷	113.7	123.1	116.7	117.8	4.82	4.09%
氧化乐果	92.8	100.4	101.3	98.1	4.69	4.78%
甲拌磷	108.9	121.2	118.6	116.2	6.48	5.57%
六六六	69.9	75.6	73.7	73.0	2.88	3.94%
乐果	116.1	123.9	121.2	120.4	3.95	3.28%
二嗪农	60.0	83.8	80.8	74.9	12.95	17.30%
氧嘧啶磷	72.1	89.0	86.8	82.6	9.16	11.08%
甲基对硫磷	117.0	123.5	100.9	113.8	11.63	10.22%
虫螨磷	68.5	85.6	83.0	79.0	9.20	11.64%
马拉硫磷	88.6	108.7	106.2	101.2	10.96	10.83%
毒死蜱	68.9	82.3	79.4	76.9	7.04	9.16%
对硫磷	110.1	119.9	111.9	113.9	5.21	4.57%
滴滴涕	101.9	114.4	99.7	105.3	7.95	7.55%
甲氧菊酯	80.1	104.1	105.9	96.7	14.40	14.90%
氯氰菊酯-1	89.9	109.5	105.4	101.6	10.33	10.17%
氯氰菊酯-2	86.7	90.9	90.6	89.4	2.36	2.64%

应用GPC-GCMS系统, 可在50分钟内完成从GPC提纯到GCMS分析的过程。添加的15种农药, 回收率在70%到120%的范围内, 结果良好。采用快速样品前处理-QuEChERS法, 只需30分钟即可完成样品的前处理。快速、简便、价格便宜, 效果好, 溶剂消耗量只有10ml, 是常规样品前处理的几十分之一。采用QuEChERS法+GPC-GCMS, 可快速分析蔬菜中的农药残留, 从样品前处理到GCMS分析, 仅用1.5小时左右便可完成。

<http://www.shimadzu.com.cn>