

辣椒粉中农药残留的 GCMS 检测

GCMS-116

摘要：本文建立了 GCMS 法测定辣椒粉中毒死蜃农药残留的方法。样品用乙腈匀浆提取，盐析离心后，取上清液，经固相萃取柱净化，用乙腈 + 甲苯（3+1）洗脱，溶剂交换后用 GCMS 检测。

关键词：辣椒粉 毒死蜃 气相色谱质谱联用仪

辣椒粉中残留农药的检测是食品安全领域中的重要一项。目前，农业生产中广泛存在农药滥用，过量使用、使用违禁农药等现象。本文建立了日常例行监测的辣椒粉中毒死蜃农药残留的 GCMS 检测方法。

实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2010 Ultra

1.2 分析条件

进样口：240℃

柱温：95℃（1.5 min）_20℃/min_190℃
_5℃/min_230℃_30℃/min_290℃

进样方式：不分流 进样量：1 μL

载气：氦气

色谱柱：Rtx-5 ms (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)

恒线速度：40.0 cm/sec 离子源：230℃

接口：280℃ SIM 扫描方式：197, 199, 314 m/z

1.3 样品前处理

1.3.1 提取

称取 1 g 样品于 80 mL 离心管中，加入 40 mL 乙腈，用均质器在 15000 r/min 匀浆提取 1 min，加入 5 g 氯化钠，再匀浆提取 1 min，将离心管放入离心机，在 3000 r/min 离心 5 min，取上清液待净化。

1.3.2 净化

将 Envi-18 柱放入固定架上，加样前先用 10 mL 乙腈预洗柱，下接鸡心瓶，移入上述提取液（1.3.1）并用 15 mL 乙腈洗涤柱，将收集的提取液和洗涤液在 40℃ 水浴中旋转浓缩至约 1 mL，备用。在 Envi-Carb 柱中加入约 2 cm 高无水硫酸钠，将该柱连接在 Sep-Pak 氨丙基柱顶部，将串联柱下接鸡心瓶放在固定架上。加样前先用 4 mL 乙腈 + 甲苯（3+1）预洗柱，当液面到达硫酸钠的顶部时，迅速将上述样品浓缩液转移到净化柱上，再每次用 2 mL 乙腈 + 甲苯（3+1）三次洗涤样液

瓶，并将洗涤液移入柱中。在串联柱上加上 50 mL 贮液器，用 25 mL 乙腈 + 甲苯（3+1）洗涤串联柱，收集所有流出物于鸡心瓶中，并在 40℃ 水浴中旋转浓缩至约 0.5 mL。每次加入 5 mL 正己烷在 40℃ 水浴中旋转蒸发，进行溶剂交换二次，最后使样液体积为 1 mL，用 GCMS 检测。

结果与讨论

2.1 谱图

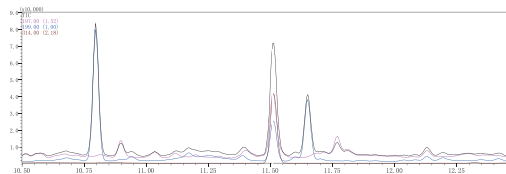


图 1. 空白基质中添加毒死蜃的分析谱图
(RT=11.511 min)

2.2 标准曲线

在空白基质中添加毒死蜃 120 ppb, 150 ppb, 180 ppb 做校准曲线，相关系数 $r=0.9992$ ，线性良好。

2.3 重复性及回收率实验

120 ppb 毒死蜃标样重复进样五次，考察峰面积的重复性，RSD 值小于 3.4%，重复性良好。在空白基质中添加毒死蜃进行回收率实验，回收率介于 93.7%–106.1%。

2.4 实际辣椒粉样品分析

依据校准曲线计算毒死蜃定量结果为 170.20 ppb，折算为辣椒粉中含量为 170.20 μg/kg。

结论

本文建立了 GCMS 法测定辣椒粉中毒死蜃农药残留的方法。样品用乙腈提取，盐析离心后，取上清液，经固相萃取柱净化，用乙腈 + 甲苯（3+1）洗脱，溶剂交换后用 GCMS 检测。该方法重复性良好，回收率介于 93.7%–106.1%。