

GCMS 法测定人造肉中 10 种有机磷农药残留量

GCMS-465

摘要：本文采用 QuEChERS 前处理方法，利用岛津气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2020 NX，建立了人造肉中 10 种有机磷农药残留量的测定方法。在 10~200 $\mu\text{g/L}$ 范围内建立标准曲线，各组分线性关系良好，相关系数均大于 0.999。取浓度为 20 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准溶液，连续 6 次进样，10 种有机磷组分峰面积 RSD 均小于 2.3%，精密度良好。10 种有机磷农药组分的仪器检出限为 0.041~0.456 $\mu\text{g/L}$ 。对人造肉样品进行 10 $\mu\text{g/kg}$ 的加标实验，平均加标回收率为 70.1~106.9%。结果表明，该方法简单快捷，准确可靠，能够准确分析人造肉中有机磷农药的残留量。

关键词：气相色谱质谱联用法 人造肉 有机磷农药

人造肉通常可分为植物性肉和培养肉两种。植物性肉通常以豌豆、大豆以及其他豆类为原料，由植物蛋白制成，培养肉也称为细胞肉，是指在特定的条件下，利用动物干细胞在培养基中培育出来。目前能够在市场上购买到的人造肉食品基本都是植物性人造肉。随着消费者对食品健康、环保意识的不断提高，植物性肉食品越来越受到消费者的喜欢。

有机磷农药是常用的含磷元素的有机化合物农药，主要用于蔬菜、农作物的虫害处理。有机磷农药进入人体后会引发不同程度的中毒现象，严重的可出现心动过

速、血压升高、呼吸困难、意识不清等现象。因此，非常有必要对人造肉中的有机磷农药残留量进行检测，以保证产品的安全。

本文采用 QuEChERS 前处理方法提取净化人造肉产品中 10 种有机磷类农药，利用岛津气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2020 NX，结合选择离子扫描方式 (SIM)，建立了人造肉中 10 种有机磷农药残留量的测定方法，该方法操作简单方便，能够准确分析人造肉食品中 10 种有机磷农药的残留量。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱质谱联用仪：GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rxi-5Sil MS, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

柱温程序：50 $^{\circ}\text{C}$ (2 min)_30 $^{\circ}\text{C}$ /min_180 $^{\circ}\text{C}$ (5 min) _20 $^{\circ}\text{C}$ /min_230 $^{\circ}\text{C}$ _30 $^{\circ}\text{C}$ /min_300 $^{\circ}\text{C}$ (5 min)

进样口温度：280 $^{\circ}\text{C}$

离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$

载气控制模式：恒线速度

色谱质谱接口温度：300 $^{\circ}\text{C}$

进样方式：不分流进样

检测器电压：调谐电压 +0.3 kV

线速度：39.7 cm/sec

进样量：1 μL

离子化方式：EI

采集模式：SIM，离子信息见表 1

■ 样品前处理

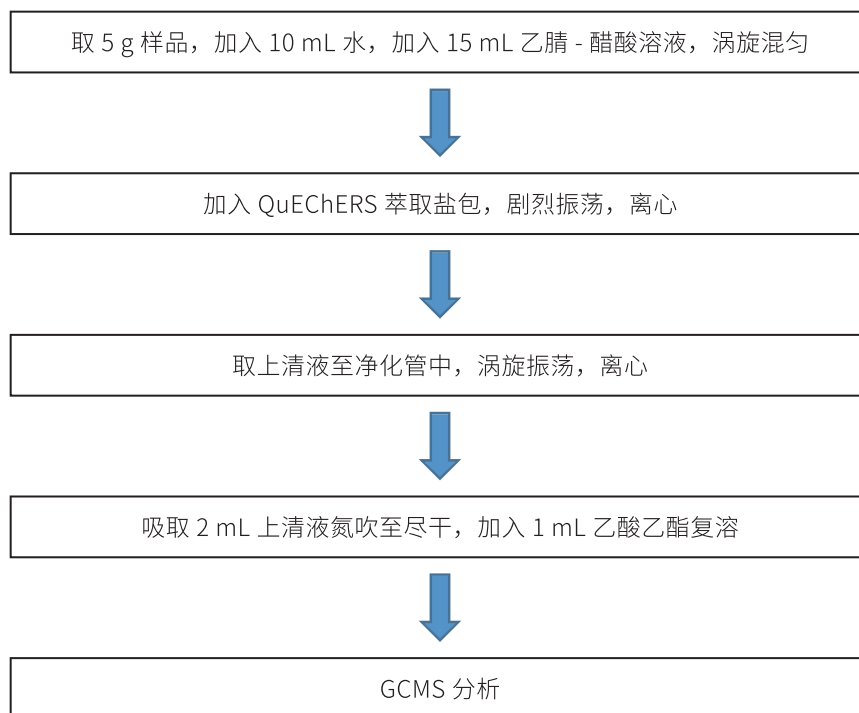


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液谱图

10 种有机磷农药标准品色谱图如图 2 所示，各化合物信息见表 1，部分化合物质量色谱图见图 3。

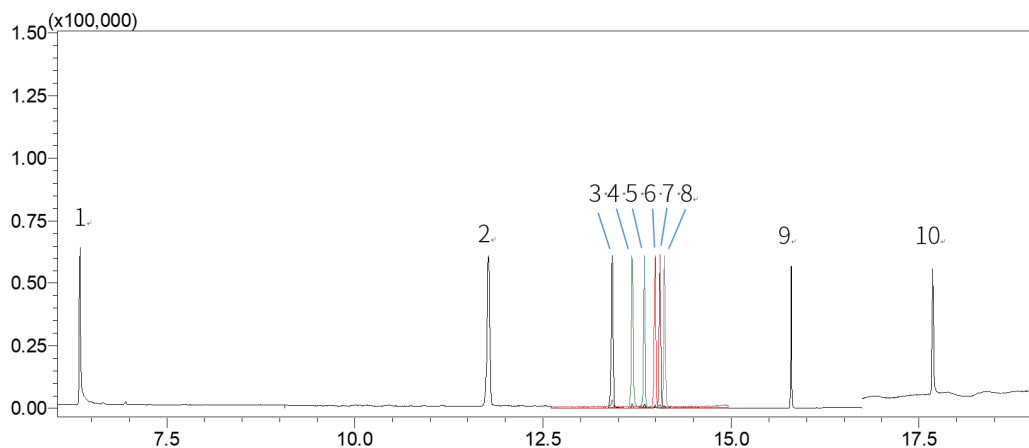


图 2 10 种有机磷标准品色谱图 (100 µg/L)

表 1 10 种有机磷信息表

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	敌敌畏	Dichlorvos	62-73-7	6.346	109	185,145,220
2	二嗪磷	Diazinon	333-41-5	11.784	179	137,199,304
3	皮蝇磷	Fenchlorphos	299-84-3	13.426	285	125,109,270
4	杀螟硫磷	Fenitrothion	122-14-5	13.692	277	260,247,214
5	马拉硫磷	Malathion	121-75-5	13.853	173	127,158,285
6	毒死蜱	Chlorpyrifos	2921-88-2	13.996	197	314,258,286

7	倍硫磷	Fenthion	55-38-9	14.061	278	169,263,245
8	对硫磷	Parathion	56-38-2	14.121	291	109,261,235
9	乙硫磷	Ethion	563-12-2	15.804	231	153,125,384
10	蝇毒磷	Coumaphos	56-72-4	17.686	362	226,210,334

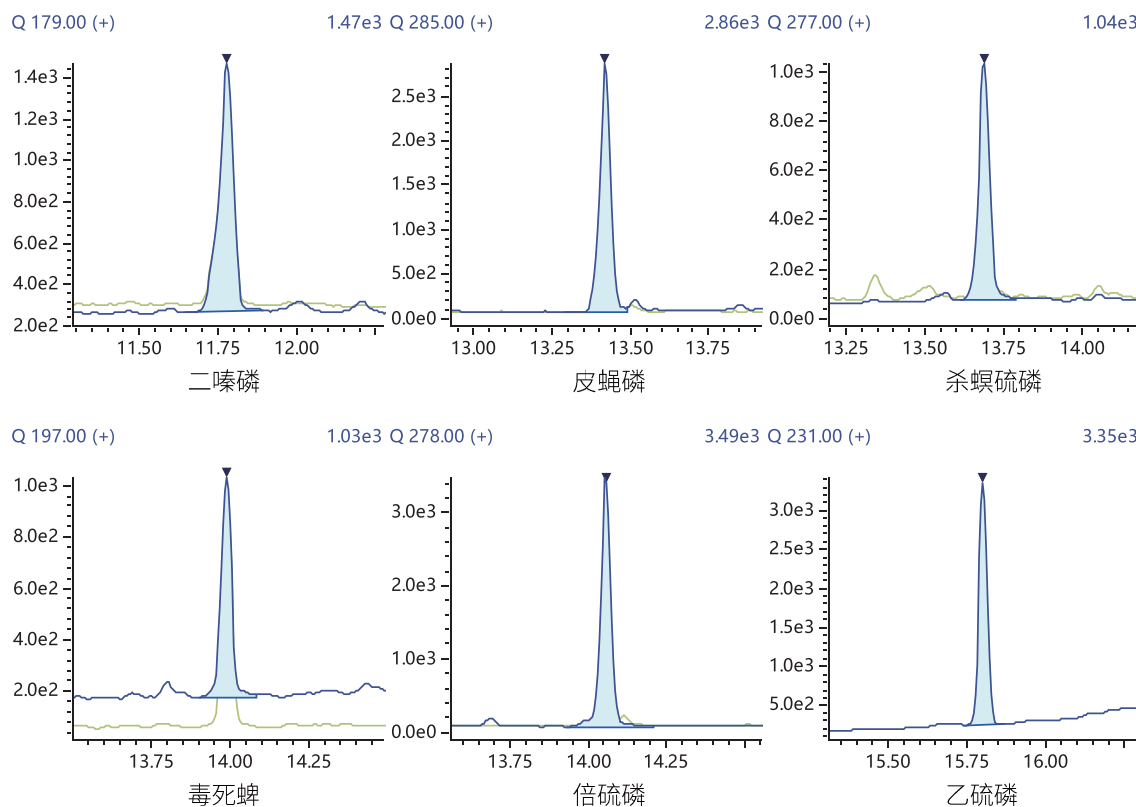
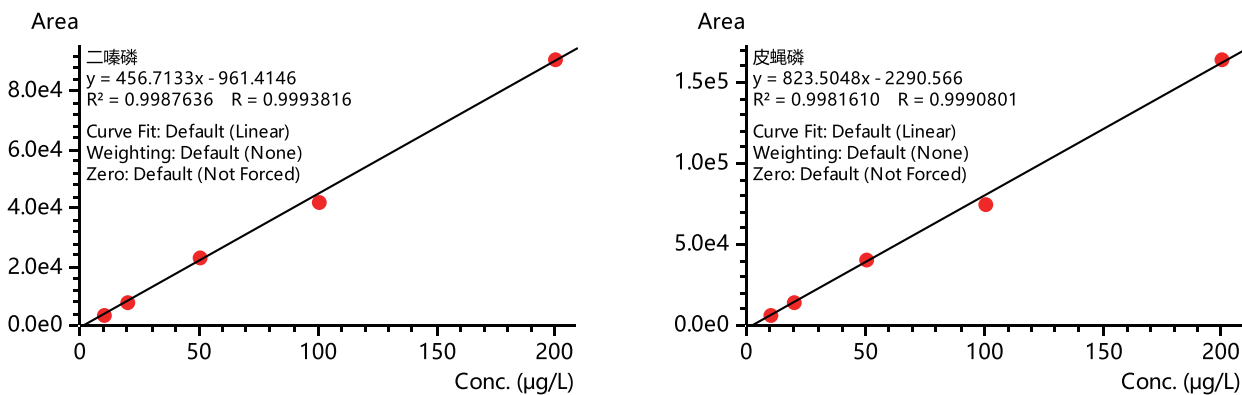


图3 部分有机磷组分质量色谱图 (10 μg/L)

3.2 标准曲线和检出限

分别称取不含目标物的空白样品 5 g, 按 1.3 方法进行样品前处理, 用基质提取液稀释标准溶液, 目标组分浓度分别为 10、20、50、100 和 200 μg/L, 以浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标做标准曲线, 部分化合物标准曲线如图 4 所示。根据 10 μg/L 标准品数据, 以 3 倍信噪比计算 10 种有机磷农药的仪器检出限, 检出限见表 2。



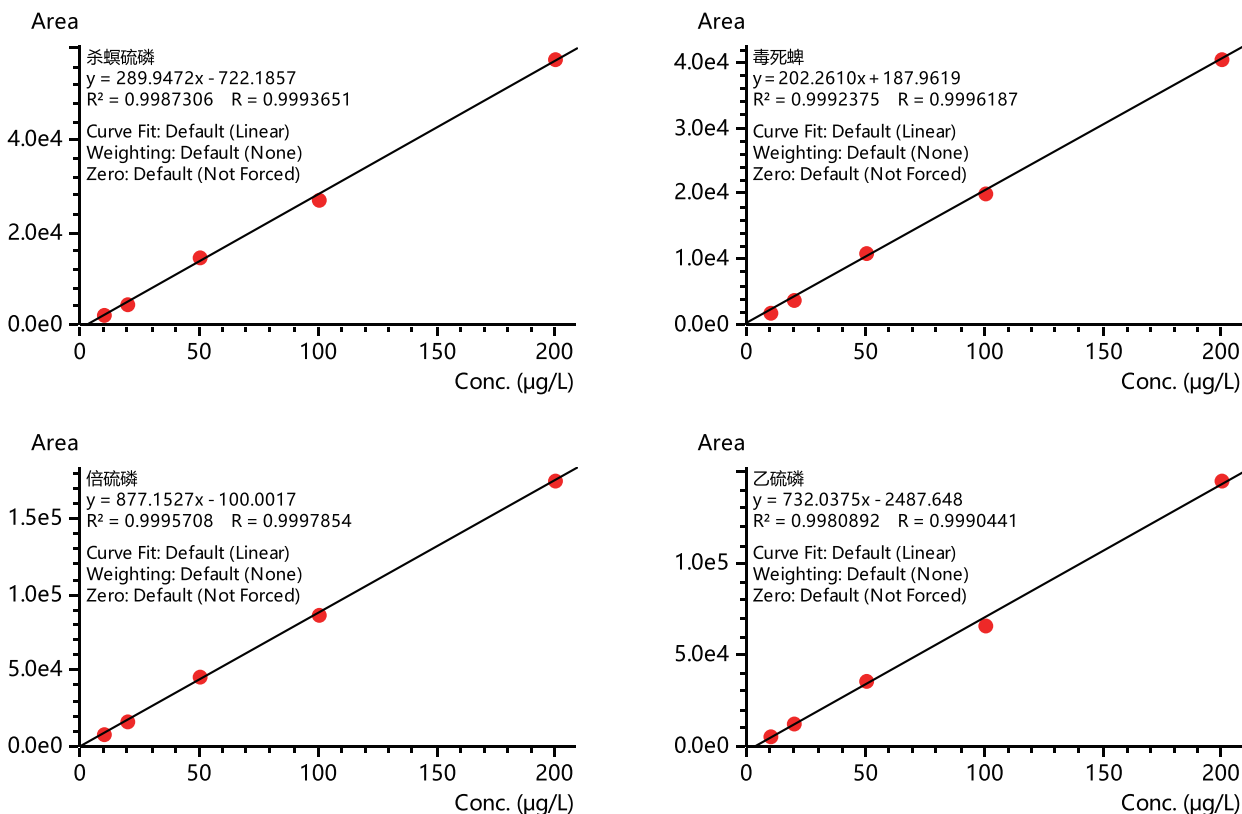


图 4 部分有机磷组分标准曲线

表 2 10 种有机磷农药标准曲线相关系数及仪器检出限

No.	化合物名称	相关系数 (R)	检出限 (µg/L)
1	敌敌畏	0.9995	0.456
2	二嗪磷	0.9993	0.104
3	皮蝇磷	0.9990	0.056
4	杀螟硫磷	0.9993	0.067
5	马拉硫磷	0.9994	0.076
6	毒死蜱	0.9996	0.108
7	倍硫磷	0.9997	0.041
8	对硫磷	0.9991	0.082
9	乙硫磷	0.9990	0.047
10	蝇毒磷	0.9997	0.311

3.3 重复性实验

取浓度为 20 µg/L 的混合标准溶液连续 6 次进样，考察仪器的重复性，测定结果见表 3。

表 3 重复性实验结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD(%)
		1	2	3	4	5	6	
1	敌敌畏	21101	20887	20965	21135	21530	21258	1.1
2	二嗪磷	8614	8687	8461	8727	8960	8573	2.0
3	皮蝇磷	15085	15184	14995	15309	15719	15234	1.7

4	杀螟硫磷	5742	5673	5702	5574	5922	5648	2.1
5	马拉硫磷	9095	8906	8689	8740	8825	9204	2.3
6	毒死蜱	4454	4466	4254	4281	4247	4333	2.3
7	倍硫磷	18421	18317	18027	17486	18592	18484	2.2
8	对硫磷	4483	4348	4293	4305	4483	4473	2.1
9	乙硫磷	14124	13989	14142	14037	14177	14532	1.4
10	蝇毒磷	5055	5208	4924	4963	5206	5174	2.5

3.4 加标回收率

平行取 5.0 g 的空白人造肉样品 3 份，添加 10 种有机磷标准品，加标量为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，按照上述前处理步骤处理上机，样品加标测定结果及加标回收率结果见表 4。

表 4 样品加标回收结果

No.	化合物名称	测定结果 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)			平均回收率 (%)
		1	2	3	
1	敌敌畏	11.9	12.0	8.13	106.9
2	二嗪磷	7.79	8.46	9.51	85.8
3	皮蝇磷	7.05	6.74	7.25	70.1
4	杀螟硫磷	7.72	8.28	9.48	84.9
5	马拉硫磷	8.14	9.75	13.3	104.1
6	毒死蜱	7.94	8.98	9.63	88.5
7	倍硫磷	6.38	6.99	8.06	71.4
8	对硫磷	8.40	8.71	9.76	89.6
9	乙硫磷	8.19	8.48	9.41	86.9
10	蝇毒磷	6.62	6.90	8.54	73.5

3.5 样品测定

取某超市购买的人造肉样品，按照上述前处理步骤处理，得到样品色谱图，如图 5，样品中未检测出 10 种有机磷农药残留。

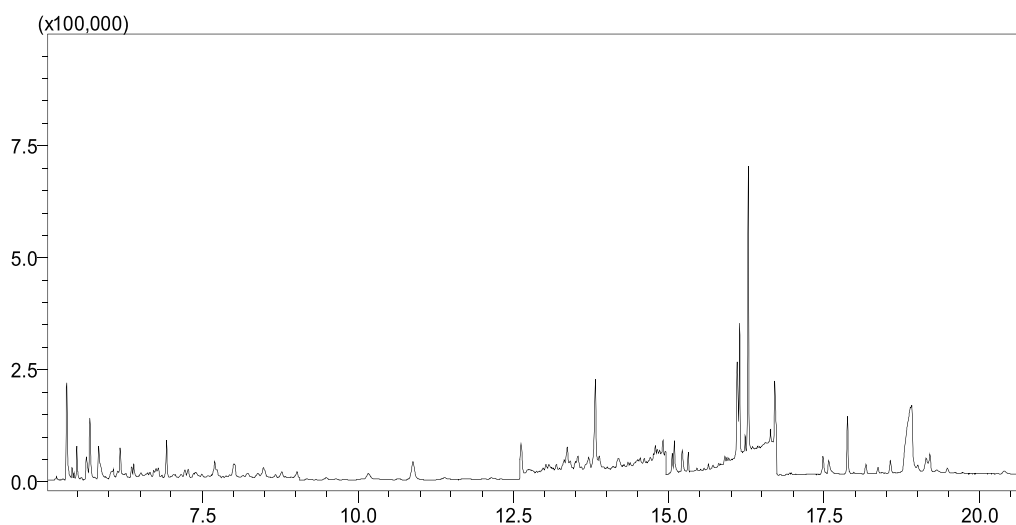


图 5 人造肉样品色谱图

■ 结论

本文采用 QuEChERS 前处理方法，提取净化，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气相色谱质谱联用仪，建立了人造肉中 10 种有机磷农残的测定方法。在 10~200 $\mu\text{g/L}$ 范围内，10 种有机磷组分线性良好，相关系数均大于 0.999。取浓度为 20 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液连续 6 次进样，各组分峰面积 RSD 均小于 2.3 %，仪器重复性良好。对空白人造肉样品进行 10 $\mu\text{g/kg}$ 的加标实验，平均加标回收率为 70.1~106.9 %。该方法操作简单方便，准确可靠，能够用于人造肉样品中有机磷农药残留量的测定。

岛津应用云

