

# GCMS 法测定人造肉中 11 种除草剂残留量

## GCMS-467

**摘要：** 本文使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了人造肉中 11 种除草剂残留量的检测方法。样品粉碎后经溶剂提取、浓缩、SPE 净化后上机测试。实验结果表明：在 0.05-10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内，11 种除草剂组分线性良好，线性相关系数均在 0.997 以上，检出限在 0.18-1.14  $\text{ng}/\text{mL}$  之间。取浓度为 0.05  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准溶液，连续进样 6 次，峰面积相对标准偏差小于 6%，重复性良好。在空白样品中进行 0.01 和 0.1  $\text{mg}/\text{kg}$  两个不同浓度加标实验，回收率在 77.3%-119.0% 之间。该方法灵敏度高，重复性好，适用于人造肉中 11 种除草剂残留量的测定。

**关键词：** 气相色谱质谱联用仪 除草剂 人造肉

人造肉分为两种，一种以动物细胞为基础，在培养皿中复制培育而成；另一种是从植物中提取蛋白、经加工模拟真肉味道和质地的植物蛋白肉，通常由豆类、真菌类、谷物类等原料制成。目前国内的人造肉产品主要为后一种类型。作为一种新型食品，人造肉的食品质量和安全标准一直受到广泛关注。2020 年 12 月，中国食品科学技术学会发布首个关于植物基肉制品的团体标准《T/CIFST 001-2020 植物基肉制品》，对植物基肉制品的原料要求、污染物限量、食品添加剂等做出了明确规定。

乙草胺、甲草胺、异丙甲草胺等为一类常见的酰胺

类除草剂，具有除草活性高、应用范围广、价格低廉等优点，广泛用于大豆、玉米、花生、棉花等旱田农作物上。人造肉的生产环节复杂，其原料的培育过程中也可能存在多种除草剂污染物残留的危险，因此建立和健全人造肉中除草剂残留量的检测方法很有必要。

本文参考 GB 23200.24-2016《食品安全国家标准粮谷和大豆中 11 种除草剂残留量的测定 气相色谱 - 质谱法》，使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了人造肉中 11 种除草剂的检测方法。该方法灵敏度高，稳定性好，可供相关检测人员参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX

### 1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rxi-5 Sil MS, 30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$

柱温程序：100 $^{\circ}\text{C}$  (1 min)<sub>15 $^{\circ}\text{C}$  /min</sub> 260 $^{\circ}\text{C}$  (15 min)

进样口温度：260 $^{\circ}\text{C}$

色谱柱流量：1.0 mL/min

进样方式：不分流进样

进样量：1  $\mu\text{L}$

离子化方式：EI

接口温度：280 $^{\circ}\text{C}$

离子源温度：200 $^{\circ}\text{C}$

检测器电压：调谐电压 +0.1 kV

采集方式：SIM，化合物信息见表 1

### 1.3 样品前处理

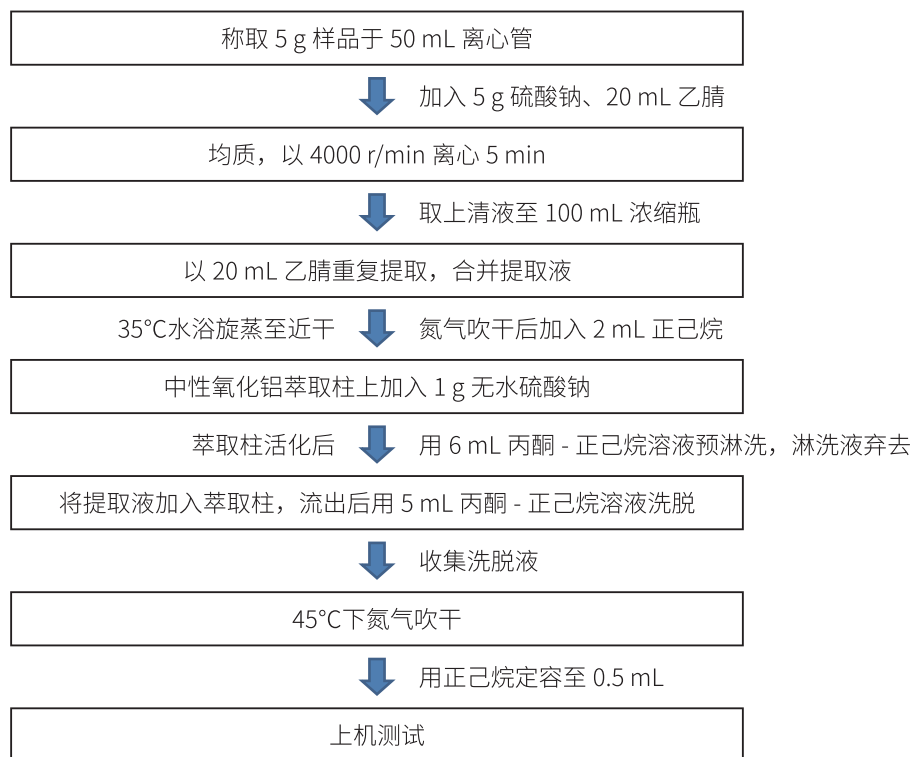


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准品溶液色谱图

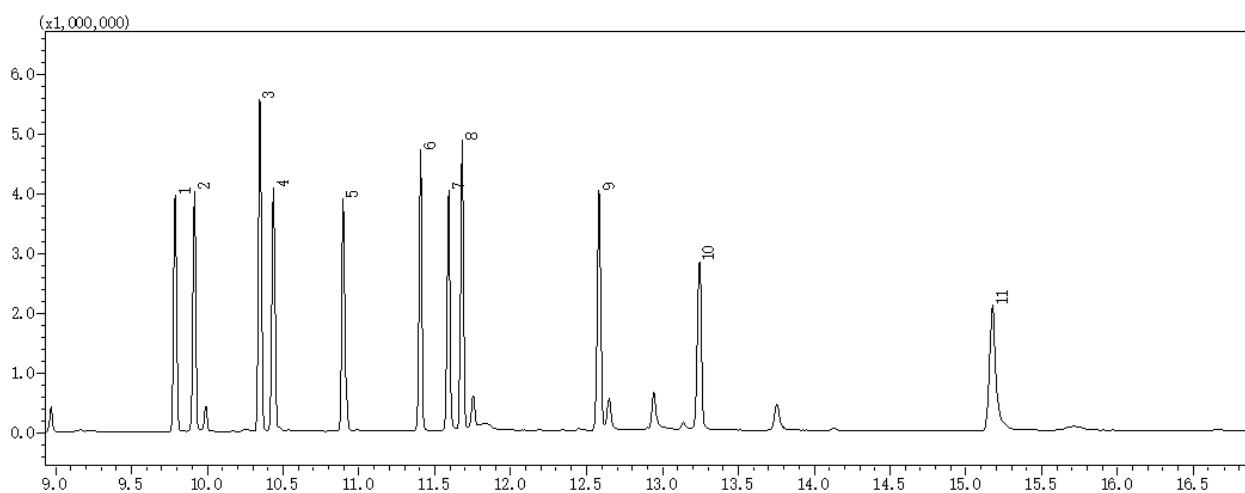


图 2 11 种除草剂标准溶液色谱图 (10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

表 1 11 种除草剂组分信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS No.	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	乙草胺	Acetochlor	34256-82-1	9.79	223	146, 162, 269
2	甲草胺	Alachlor	15972-60-8	9.91	160	188, 237, 269
3	戊草丹	Esprocarb	85785-20-2	10.35	222	162, 151, 265
4	异丙甲草胺	Metolachlor	51218-45-2	10.43	162	238, 240, 146
5	二甲戊灵	Pendimethalin	40487-42-1	10.90	252	162, 253, 281
6	丁草胺	Butachlor	23184-66-9	11.40	176	311, 237, 160
7	氟酰胺	Flutolanil	66332-96-5	11.59	173	145, 281, 323
8	丙草胺	Pretilachlor	51218-49-6	11.68	262	162, 176, 238
9	灭锈胺	Mepronil	55814-41-0	12.58	119	91, 269, 120
10	吡氟酰草胺	Diflufenican	83164-33-4	13.25	266	394, 267, 245
11	苯噻酰草胺	Mefenacet	73250-68-7	15.18	192	136, 148, 298

## 2.2 标准曲线

使用正己烷为溶剂，配制浓度分别为 0.05、0.1、0.5、1、5、10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的混合标准工作溶液。以各化合物的质量浓度为横坐标、峰面积为纵坐标绘制外标法标准曲线，各化合物标准曲线如图 3 所示。根据 0.05  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准溶液数据，以 3 倍信噪比 (S/N) 计算各目标物的仪器检出限，检出限以及线性相关系数如表 2 所示。

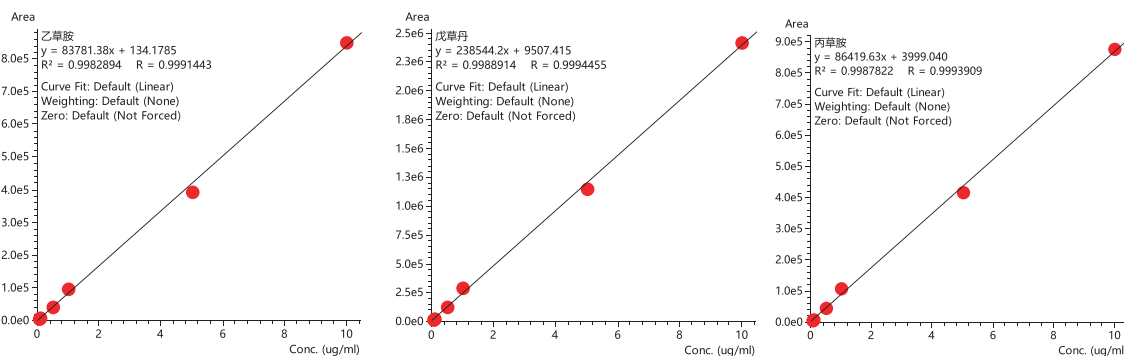


图 3 部分化合物标准曲线

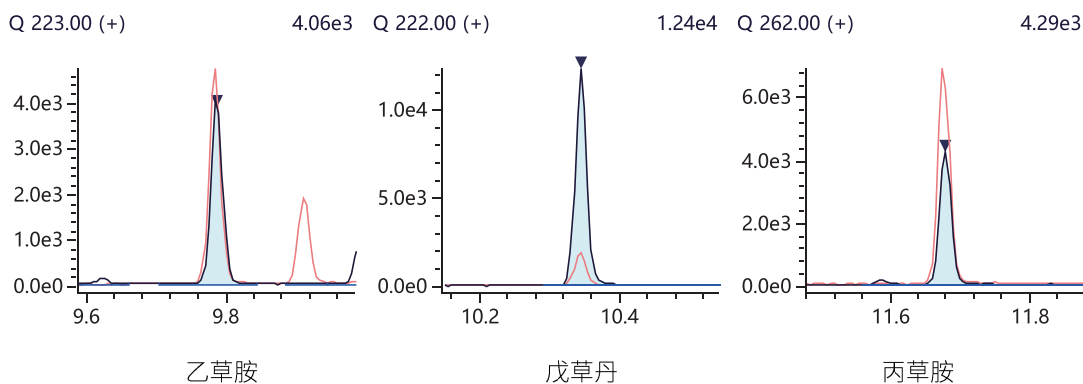
图 4 部分化合物质量色谱图 (0.05  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

表 2 11 种除草剂标准曲线相关系数、仪器检出限 (ng/mL) 和重复性结果

No.	化合物名称	相关系数 R	仪器检出限	峰面积 RSD%
1	乙草胺	0.9991	0.53	4.8
2	甲草胺	0.9991	0.39	5.0
3	戊草丹	0.9994	0.21	5.2
4	异丙甲草胺	0.998	0.39	5.4
5	二甲戊灵	0.998	0.40	5.4
6	丁草胺	0.998	0.36	5.5
7	氟酰胺	0.998	0.18	5.4
8	丙草胺	0.9993	0.75	5.9
9	灭锈胺	0.997	0.19	5.8
10	吡氟酰草胺	0.998	0.53	5.7
11	苯噻酰草胺	0.997	1.14	4.9

### 2.3 重复性测试

取浓度为 0.05  $\mu\text{g/mL}$  混合标准溶液, 连续进样 6 次, 考察峰面积重复性, 结果如上表 2 所示。峰面积的相对标准偏差 (RSD%) 小于 6%, 重复性良好。

### 2.4 回收率测试

按照 1.3 所述样品前处理方法, 利用空白样品进行 0.01 和 0.1  $\text{mg/kg}$  两个浓度水平的样品加标, 考察回收率, 每个浓度平行制备三份样品。回收率结果见表 3。

表 3 不同浓度水平加标回收率计算结果

No.	化合物名称	加标浓度 0.01 $\text{mg/kg}$				加标浓度 0.1 $\text{mg/kg}$			
		1#	2#	3#	回收率 (%)	1#	2#	3#	回收率 (%)
1	乙草胺	0.009	0.010	0.009	91.7	0.095	0.105	0.118	106.0
2	甲草胺	0.008	0.010	0.009	91.3	0.093	0.104	0.118	105.0
3	戊草丹	0.009	0.010	0.009	93.0	0.091	0.104	0.116	103.7
4	异丙甲草胺	0.008	0.010	0.009	92.0	0.094	0.107	0.120	107.0
5	二甲戊灵	0.012	0.012	0.013	119.0	0.100	0.113	0.124	112.3
6	丁草胺	0.010	0.012	0.011	106.7	0.096	0.111	0.123	110.0
7	氟酰胺	0.007	0.008	0.008	77.3	0.074	0.075	0.094	81.0
8	丙草胺	0.009	0.011	0.010	98.3	0.092	0.105	0.112	103.0
9	灭锈胺	0.011	0.013	0.012	118.0	0.102	0.117	0.123	114.0
10	吡氟酰草胺	0.010	0.012	0.011	106.3	0.096	0.112	0.117	108.3
11	苯噻酰草胺	0.008	0.011	0.009	92.3	0.079	0.074	0.090	81.0

### 2.5 样品测试

按照 1.3 所述样品前处理方法, 对某人造肉样品进行检测, 未检测出相关化合物。实际样品色谱图如下所示。

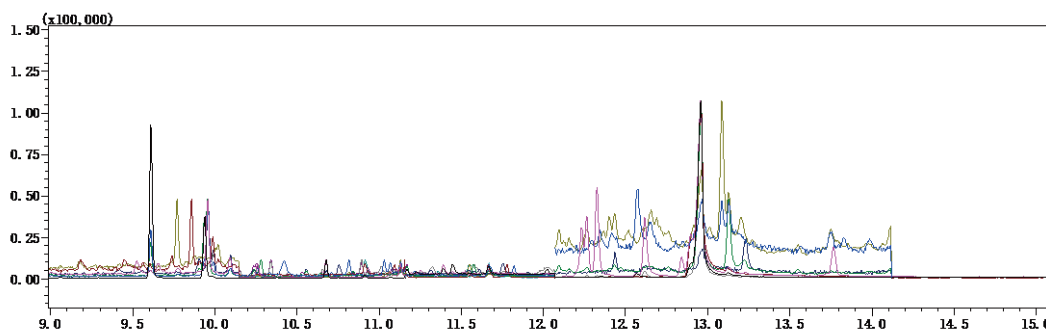


图5 人造肉样品色谱图

## ■ 结论

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了人造肉中 11 种除草剂残留量的检测方法。实验结果表明：在 0.05-10  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内，11 种除草剂组分线性良好，线性相关系数均在 0.997 以上，各化合物检出限在 0.18-1.14  $\text{ng}/\text{mL}$  之间。取浓度为 0.05  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准混合溶液，连续进样 6 次，峰面积相对标准偏差小于 6%。在空白样品中进行 0.01 和 0.1  $\text{mg}/\text{kg}$  两个不同浓度加标实验，回收率在 77.3%-119.0% 之间。该方法简单，稳定，准确，适用于人造肉中 11 种除草剂残留量的测定。

岛津应用云

