

气相色谱法测定蔬菜中甲氰菊酯残留量

GC-202

摘要： 本文使用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030 建立了蔬菜中甲氰菊酯含量的检测方法。在 0.01~1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内，甲氰菊酯线性相关系数大于 0.9999。取浓度为 0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD% 为 1.15%。在加标回收实验中，低、中、高三个加标浓度为 0.02、0.1 和 0.5 mg/kg ，甲氰菊酯在 2 种蔬菜样品中加标回收率分布在 90.5%~124.9% 之间。实验结果表明：该方法前处理操作简单，结果准确，完全满足 SN/T 2233-2020 《出口植物源性食品中甲氰菊酯残留量的测定》第二法要求。

关键词： 气相色谱仪 甲氰菊酯 蔬菜

甲氰菊酯 (Fenprothrin) 又名灭草利，是一种拟除虫菊酯类杀虫剂。甲氰菊酯具有触杀、胃毒和一定的驱避作用，无内吸性，其最大的特点是对多种害虫兼有优良的防治效果。

拟除虫菊酯类农药因其高效、低毒等特点而广泛使用，其中甲氰菊酯在食品中偶尔有检出。美国和日本均对甲氰菊酯在食品中的最大残留限值进行了规定。我国农药残留限量标准 GB 2763-2021 《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》对食品中甲氰菊酯的限量值为 0.01~10 mg/kg 。

目前，甲氰菊酯检测标准 SN/T 2233-2020 《出口植物源性食品中甲氰菊酯残留量的测定》已开始执行，标准中第二法为气相色谱法。

本文利用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030，结合电子捕获检测器 (ECD)，参考 SN/T 2233-2020 第二法，建立了蔬菜中甲氰菊酯残留量检测方法，测定蔬菜中甲氰菊酯含量。本方法简化了样品前处理操作步骤的同时，实验结果准确，完全满足标准检测要求，可为蔬菜中甲氰菊酯含量测定提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

Nexis GC-2030 气相色谱仪 (配 ECD 检测器)

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rxi 5Sil MS (30 $\text{m} \times 0.32 \text{ mm} \times 0.25 \mu\text{m}$)

柱温程序：105°C (1 min)_30°C /min_200°C (0 min)_5°C /min_270°C (0 min)_30°C /min_300°C (6 min)

载气：氮气

进样口温度：280°C

进样方式：不分流进样

进样时间：1 min

进样量：1 μL

载气控制方式：恒线速

柱流量：1.5 mL/min

检测器：ECD

检测器温度：300°C

检测器电流：2 nA

尾吹气流量：25 mL/min

■ 样品前处理

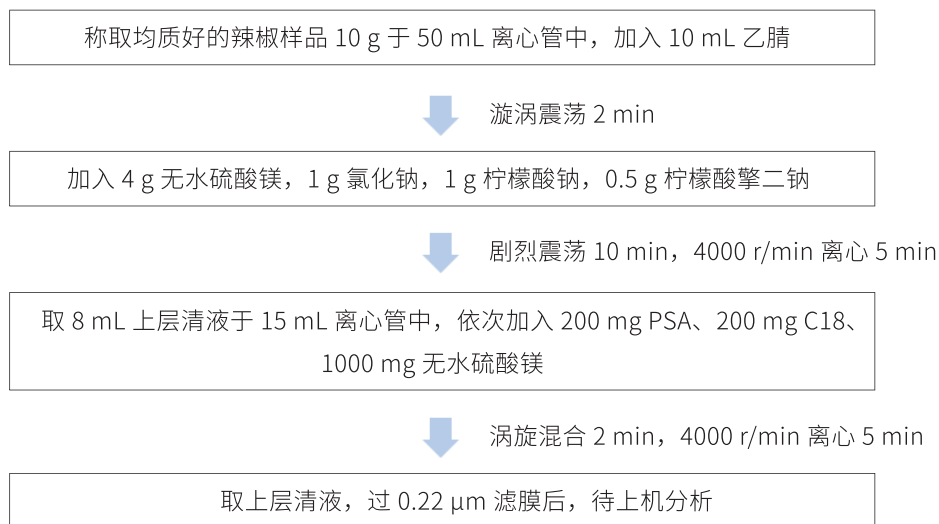


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

取甲氰菊酯标准溶液 1 μL 进样，GC 分析，甲氰菊酯色谱图见图 2，化合物信息见表 1。

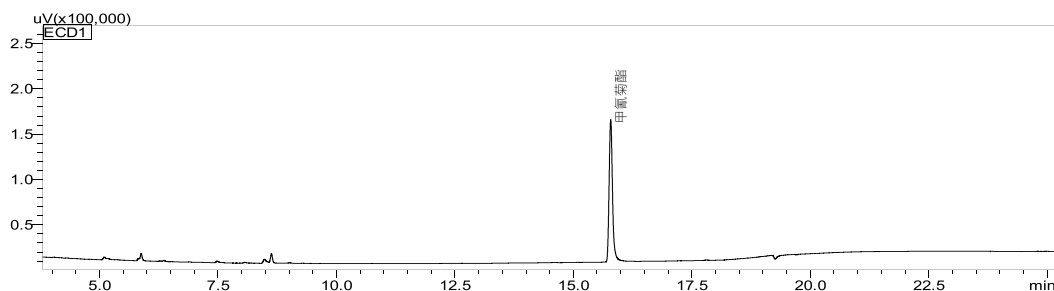


图 2 甲氰菊酯标准溶液色谱图 (0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

表 1 甲氰菊酯化合物信息

化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
甲氰菊酯	Fenpropathrin	39515-41-8	15.776

3.2 标准曲线及质量色谱图

以空白蔬菜（辣椒）提取液为溶剂，配制甲氰菊酯标准溶液，浓度梯度分别为 0.01、0.05、0.1、0.25、0.5、1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，取 1 μL 进样，以浓度值为横坐标，化合物峰面积为纵坐标绘制标准曲线。甲氰菊酯标准曲线如图 3 所示，线性相关系数如表 2。

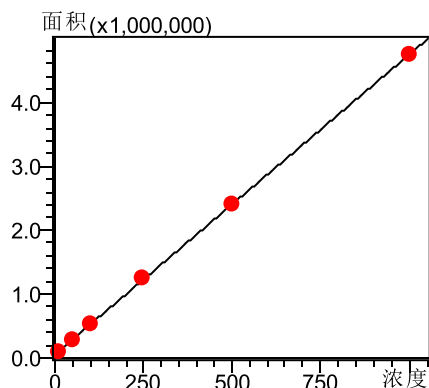


图3 甲氧菊酯标准曲线

表2 甲氧菊酯标准曲线线性相关系数 r、仪器检出限

化合物名称	浓度范围 (μg/mL)	相关系数 (r)	检出限 (μg/mL)
甲氧菊酯	0.01-1	0.9999	0.0028

3.3 检出限及重复性

取浓度为 0.01 μg/mL 标准溶液，连续进样 6 次，考察峰面积重复性，结果见表 3。根据标准溶液数据 3 倍信噪比计算仪器检出限，如表 2 所示。

表3 甲氧菊酯峰面积重复性实验结果 (n=6)

化合物	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	峰面积 5	峰面积 6	RSD (%)
甲氧菊酯	92595	91767	93303	94364	94432	94251	1.15

3.4 加标回收率实验

加标回收率实验中，选取 2 种空白蔬菜样品（辣椒、胡萝卜）添加甲氧菊酯标准溶液，低、中、高 3 个加标水平见表 4，每个浓度加标样品按前述样品处理流程平行处理 3 份，上机分析。甲氧菊酯回收率结果分布在 90.5%~124.9% 之间，加标回收率 RSD% (n=3) 均不高于 5.18%，加标回收率详细结果见表 4，加标样品质谱图如图 4。

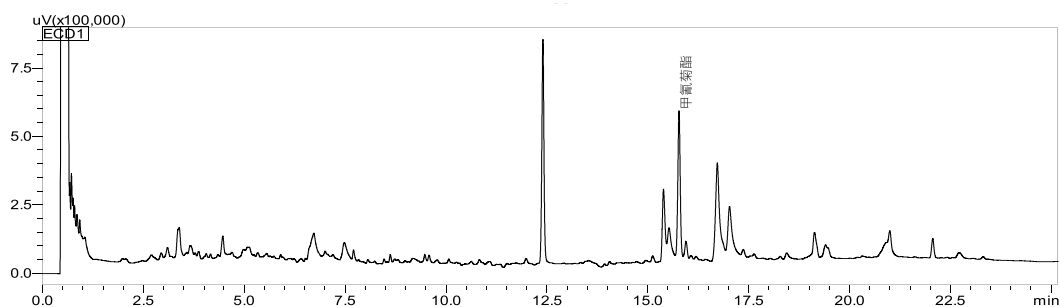


图4 辣椒加标甲氧菊酯样品质量色谱图 (加标浓度 0.5 mg/kg)

表4 蔬菜加标甲氧菊酯回收率结果 (n=3)

样品名称	加标浓度 0.02 mg/kg		加标浓度 0.1 mg/kg		加标浓度 0.5 mg/kg	
	平均回收率	RSD(%)	平均回收率	RSD(%)	平均回收率	RSD(%)
胡萝卜	124.9	5.18	108.2	0.91	101.7	4.12
辣椒	91.8	1.26	93.4	2.00	90.5	2.85

3.5 实际样品分析结果

选取 2 种市售蔬菜样品，按前述样品处理流程进行样品制备，并采用上述仪器条件测定，甲氰菊酯检测结果如表 5 所示。

表 5 蔬菜样品测定结果

No.	样品名称	含量 (mg/kg)
1	胡萝卜	N.D.
2	辣椒	N.D.

注：N.D. 表示未检出

■ 结论

本文使用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030 建立了蔬菜中甲氰菊酯含量检测方法。在 0.01~1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内，甲氰菊酯标准曲线线性相关系数大于 0.9999。取浓度为 0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液连续进样 6 针，甲氰菊酯峰面积 RSD% 为 1.15%。在低、中、高三种加标浓度下，甲氰菊酯在辣椒和胡萝卜样品中加标回收率分布在 90.5%~124.9% 之间，3 份平行加标样品 RSD% 分布在 0.91%~5.18% 之间。实验结果证明：在简化样品前处理操作过程的同时，结果准确可靠，为蔬菜中甲氰菊酯含量测定提供了参考。

岛津应用云

