

GC 法测定水产品中氟乐灵残留量

GC-140

摘要：本文建立了气相色谱法测定水产品中氟乐灵残留量的分析方法。结果表明：在 0.25~20 $\mu\text{g/L}$ 的浓度范围内，该化合物的线性相关系数 R 在 0.999 以上，线性关系良好。5.0 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液重复进样 6 次，峰面积的相对标准偏差（RSD%）为 0.69%，精密度良好。实际样品在含量为 5 $\mu\text{g/kg}$ 的加标水平下，该组分的基质加标回收率为 79.8%。本方法参照标准 GB31660.3-2019，操作方便、灵敏度高，可为水产品中氟乐灵残留量的测定提供参考。

关键词：气相色谱仪 水产品 氟乐灵

氟乐灵是一种二硝基苯胺类除草剂，主要用于防除棉花、饲用豆类田一年生杂草，具有易挥发、易光解、水溶性极小和不易在土层中移动等特点。对人畜低毒，对鱼类高毒，其残留时间长，不易降解，具有蓄积性和迁移性，已被世界卫生组织国际癌症研究机构列为 3 类致癌物质，因此，氟乐灵对水产品的污染越来越受到关注。

农业农村部在 2019 年 9 月 6 日首次发布 GB31660.3-2019《水产品中氟乐灵残留量的测定 气相色谱法》，该标准规定了水产品中氟乐灵残留量检测的制样和气相色谱测定方法。

本文参考 GB31660.3-2019《水产品中氟乐灵残留量的测定 气相色谱法》，采用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪，建立分析水产品中氟乐灵的检测方法，该方法操作简单、灵敏度高，完全满足标准的要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

Nexis GC-2030 气相色谱仪，配电子捕获检测器（ECD）

1.2 分析条件

GC 参数

色谱柱：Rxi- 5MS (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm)

柱温程序：70 $^{\circ}\text{C}$ (1 min)_30 $^{\circ}\text{C}$ /min_185 $^{\circ}\text{C}$ (2.5min)_25 $^{\circ}\text{C}$ /min_280 $^{\circ}\text{C}$ (5 min)

进样口温度：230 $^{\circ}\text{C}$

载气控制方式：恒线速度

线速度：26.9cm/sec

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

检测器：ECD

检测器温度：300 $^{\circ}\text{C}$

1.3 样品前处理

1.3.1 样品前处理流程见下图 1。

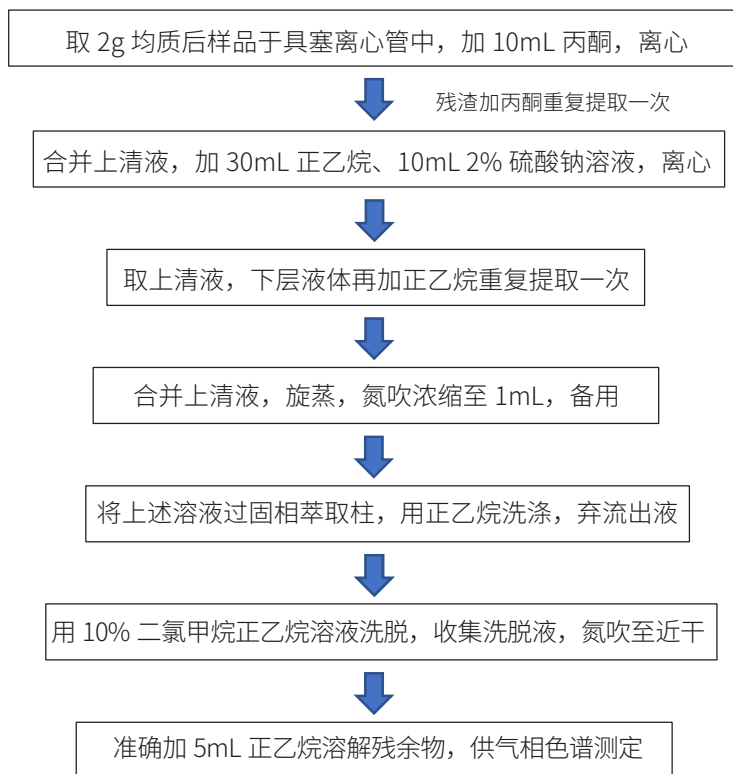


图 1 样品前处理流程

■ 结果讨论

2.1 标准品图谱

氟乐灵标准品色谱图如下图 2 所示。

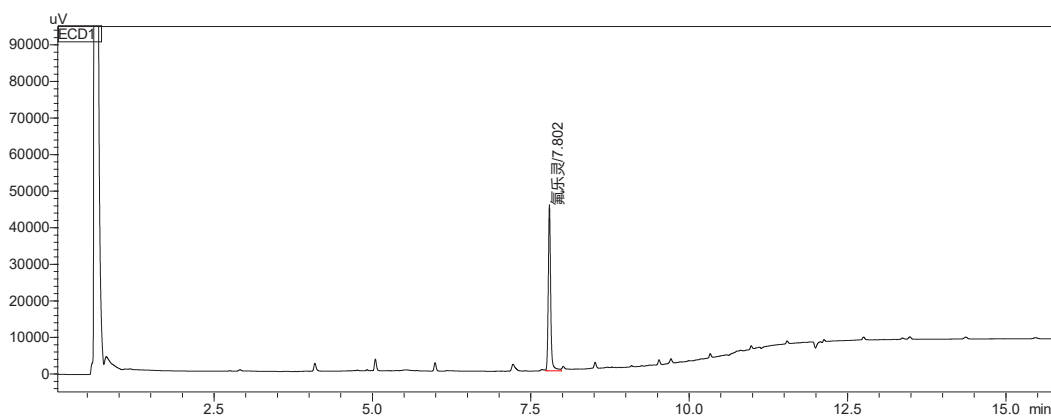


图 2 氟乐灵标准品色谱图 (20 $\mu\text{g/L}$)

2.2 标准曲线与检出限

使用正己烷分别配制 5 个不同浓度的标准品溶液，制作校准曲线，目标组分浓度分别为 0.25、1、5、10 和 20 $\mu\text{g/L}$ 。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，化合物标准曲线如图 3 所示。根据 0.25 $\mu\text{g/L}$ 标样数据，以 3 倍信噪比计算仪器检出限。线性相关系数和检出限见表 1。

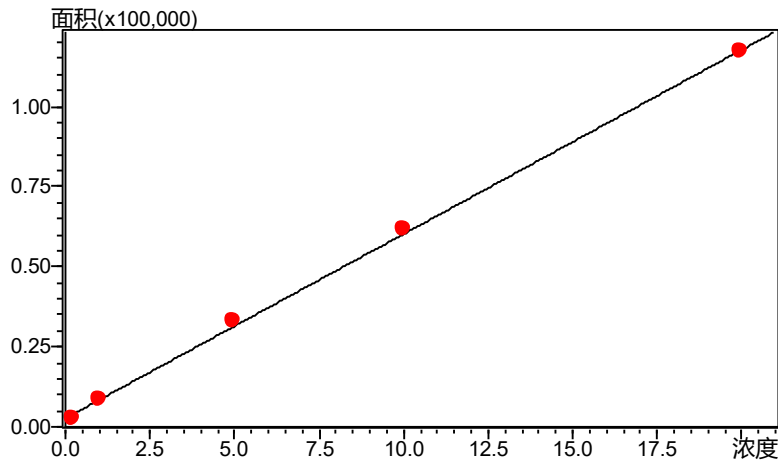


图 3 氟乐灵标准品校准曲线

表 1 氟乐灵标准曲线线性系数和检出限 ($\mu\text{g/L}$)

化合物名称	回归系数 (R)	检测限
氟乐灵	0.9996	0.06

2.3 重复性结果

取浓度为 5.0 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，化合物峰面积及 RSD% 见表 2。

表 2 重复性实验结果 (n=6)

组份	面积 1	面积 2	面积 3	面积 4	面积 5	面积 6	平均面积	RSD (%)
氟乐灵	35106	34737	34607	34584	34476	34952	34744	0.69

2.4 样品加标回收率

取 2 g 均质后的空白样品，添加氟乐灵标准溶液，加标量为 5 $\mu\text{g/kg}$ ，按照上述前处理方法处理后上机，平行处理 3 份，样品加标测定结果及加标回收率结果见表 3。

表 3 样品加标回收率结果

化合物名称	测定结果 ($\mu\text{g/kg}$)			平均回收率 (%)
	1	2	3	
氟乐灵	4.02	3.94	4.00	79.8

2.5 样品测试

取某超市采购的冰鲜鱼肉，均质后称取 2 g 样品，按照 1.3 步骤对样品进行处理，得到样品色谱图，如图 4，测试结果如表 4 所示。

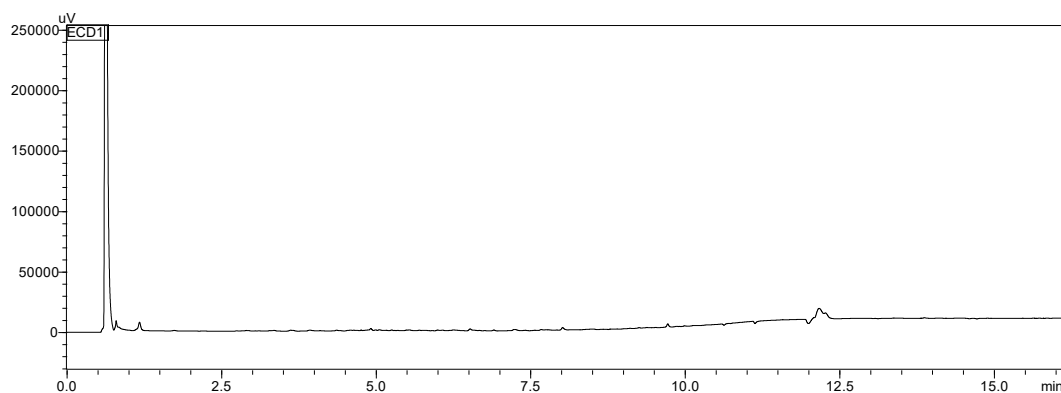


图 4 样品色谱图

表 4 样品测试结果

No.	化合物名称	保留时间 (min)	样品含量 (µg/kg)
1	氟乐灵	7.802	N.D

注：N.D 表示未检出

■ 结论

本方法采用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪检测水产品中氟乐灵的残留量，在 0.25~20 µg/L 浓度范围内，标准曲线线性良好，相关系数 R 在 0.999 以上，方法检出限为 0.06 µg/L。5.0 µg/L 标准品溶液进样 6 针，峰面积 RSD 为 0.69%。在 5 µg/kg 的空白样品加标水平下，该组分的基质加标回收率为 79.8%。本方法准确、灵敏度高，能够有效的检测水产品中氟乐灵的残留量。

岛津应用云

