

GCMS测定人参提取物中的五氯苯胺和腐霉利

GCMS-084

摘要： 本文建立了一种使用气相色谱 – 质谱联用仪测定五氯苯胺和腐霉利的方法。样品使用已经提取，方法检出限为 0.001 mg/kg。

关键词： 五氯苯胺 腐霉利 气相色谱 – 质谱联用仪

五氯苯胺和腐霉利是农作物常用的两种农药，作为是出口美国与欧盟的农产品必检的农药，限量要求是 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

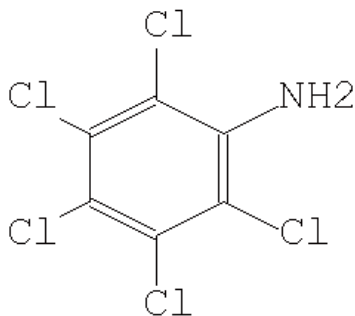


图1 五氯苯胺的结构式

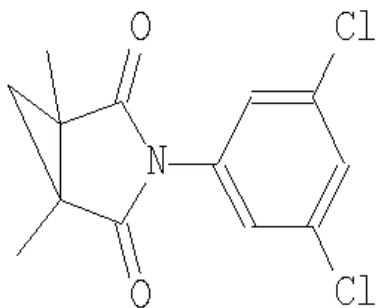


图2 腐霉利的结构式

实验部分

1.1 样品前处理：

称样品 2 g 加入 10 ml 纯水，混匀。加入 10 ml 乙腈，涡旋振荡 1 min 。加入 2 g 氯化钠，混匀，静止 30 min 分层后，取乙腈层 5 ml 吹干，1 ml 乙腈定容，供 GCMS 检测。

1.2 仪器条件：

仪器：GCMS-QP2010 Plus (配 EI 源)

进样口：250 $^{\circ}\text{C}$

柱温：60 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) _30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 240 $^{\circ}\text{C}$ _10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _280 $^{\circ}\text{C}$ (7 min)

进样方式：不分流

载气：氦气

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

载气流速：40 cm/s

离子源：200 $^{\circ}\text{C}$

接口温度：280 $^{\circ}\text{C}$

扫描方式：SIM 7–8.5 min (263,265,267)

8.5–9.5 min (96,283,285)

结果讨论

2.1 五氯苯胺和腐霉利的标准谱图

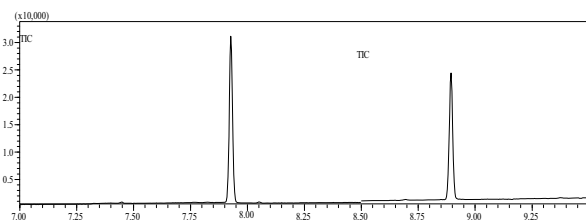


图3 0.05 µg/mL 五氯苯胺和腐霉利TIC图 (SIM)

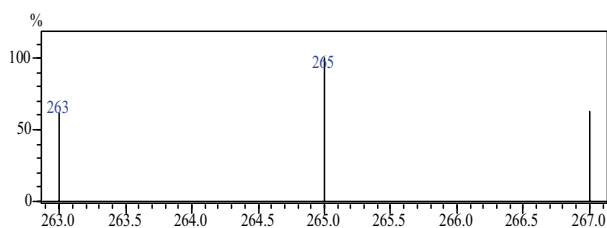


图4 五氯苯胺质谱图

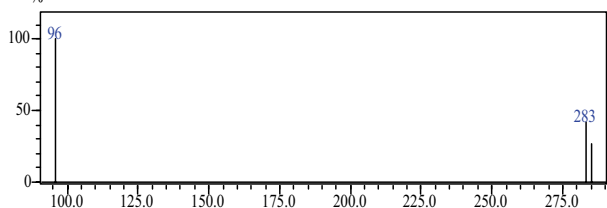


图5 腐霉利质谱图

表1 特征离子比

腐霉利 (m/z)	离子比%
96	100
283	42
285	27
五氯苯胺 (m/z)	离子比%
265	100
263	61
267	63

2.2 标准曲线

配制浓度为 0.005 µg/ml 0.01 µg/ml 0.05 µg/ml 0.1 µg/ml 0.5 µg/ml 的混合标准系列溶液。标准曲线线性系数如下图 6、7 所示

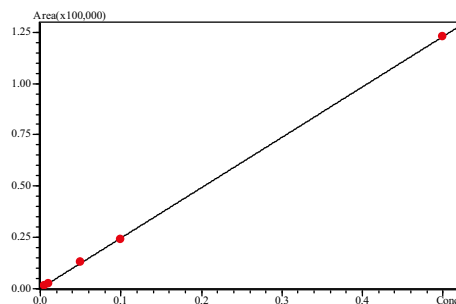


图6 五氯苯胺标准曲线

$$Y = 245530.7X + 136.1228$$

$$R^2 = 0.9999483$$

$$R = 0.9999$$

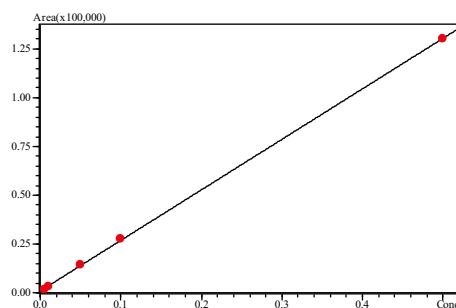


图7 腐霉利标准曲线

$$Y = 259055.1X + 942.3985$$

$$R^2 = 0.999899$$

$$R = 0.9999$$

2.3 重复性测试

重复性测试结果见表 2

表2 重现性 (n=5)

化合物	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	RSD%
五氯苯胺	13098	13153	12969	12895	12639	1.559
腐霉利	14042	13996	14251	14222	13973	0.924

2.4 样品分析

标准添加量为 0.1 µg/mL, 测定浓度为 0.09 µg/mL 和 1.1 µg/mL, 回收率为 90% 和 110%。

样品分析谱图如下图 8、9、10 所示:

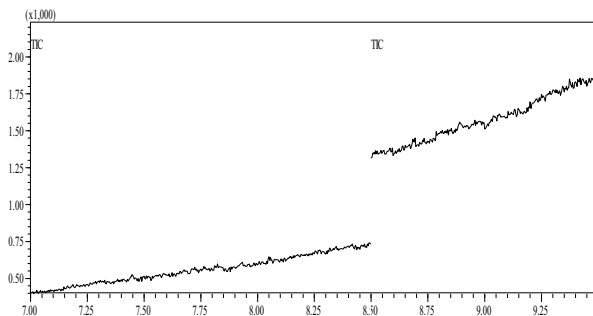


图8 空白样品 TIC图

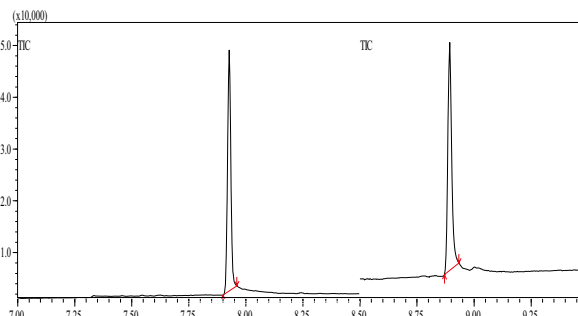


图9 人参提取物样品 TIC图

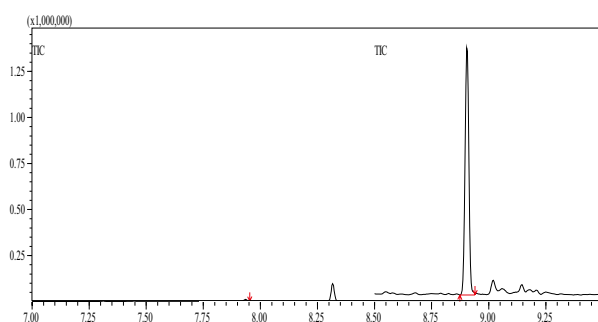


图10 空白添加0.1µg/mL TIC图

■ 结论

本方法操作简便，适用于农产品中五氯苯胺和腐霉利的测定。使用 GCMS 检测，可以有效排除样品基质对目标化合物的干扰，定性、定量更为准确。本方法检测灵敏度高，回收率为五氯苯胺为 90% 腐霉利为 110%，方法检出限为 0.001 mg/kg。