

# GCMS测定5种蔬菜中的23种农残

## GCMS-089

**摘要：**本文建立了GCMS测定普通白菜、甘蓝、豇豆、芹菜、韭菜等5种蔬菜中的23种农药的方法。样品经处理后用GCMS进行定性定量分析。样品添加回收率为70~140%，各组分检出限均小于2.5 mg/kg。能满足蔬菜中农药残留的测定。

**关键词：**蔬菜 农药残留 GCMS

蔬菜中残留农药的检测是食品安全领域中的重要一项。目前，农业生产中广泛存在农药滥用，过量使用、使用违禁农药等现象。本文对日常例行监测的23种农药进行GCMS的方法的开发，建立其快速检测方法。

表1 目标物的选择离子

| 化合物名称 | 检测离子 (m/z)      |
|-------|-----------------|
| 甲胺磷   | 94,95,141       |
| 敌敌畏   | 109,185,220     |
| 乙酰甲胺磷 | 94,136,142      |
| 氧乐果   | 110,156         |
| 甲拌磷   | 121,260         |
| 乐果    | 125,143,229     |
| 二嗪磷   | 179,304         |
| 密霉胺   | 198,199         |
| 甲基对硫磷 | 263,246         |
| 马拉硫磷  | 173,158         |
| 毒死蜱   | 314,316         |
| 对硫磷   | 291,139         |
| 三唑酮   | 208,57          |
| 水胺硫磷  | 136,121         |
| 甲基异柳磷 | 199,241,110,121 |
| 氟虫腈   | 367,369         |
| 丙溴磷   | 339,337         |
| 三唑磷   | 257,162         |
| 亚胺硫磷  | 160,93,77       |
| 甲氰菊酯  | 265,97          |
| 伏杀硫磷  | 182,367         |
| 达螨灵   | 309,147         |
| 苯醚甲环唑 | 323,265         |

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 GCMS-QP2010 Ultra 气质联用仪

### 1.2 分析条件

进样口温度：250℃

进样方式：不分流

载气：氦气（纯度 99.999%）

色谱柱：Rtx-5MS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)

柱温：60℃ (3 min) \_20℃ /min \_200℃ (0 min) \_3℃ /min \_220℃ (0 min) \_20℃ /min 280℃ (10.33 min)

载气控制模式：恒线速度

线速率：36.5 cm/sec

离子源温度：200℃

色谱 - 质谱接口温度：280℃

溶剂切除时间：6 min

采集时间：7~28 min

采集方式：SIM 模式；选择离子见表 1；

### 1.3 样品前处理过程

参考 NY/T 761-2008 《蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定》

## ■ 结果讨论

### 2.1 标准样品色谱图

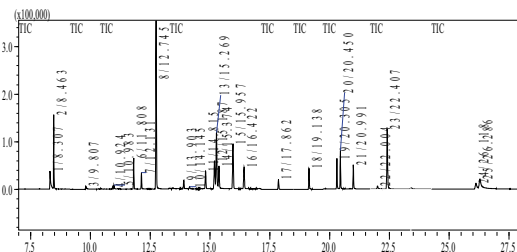
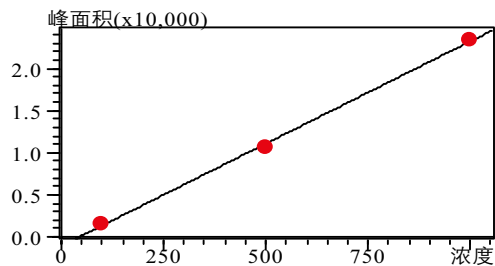


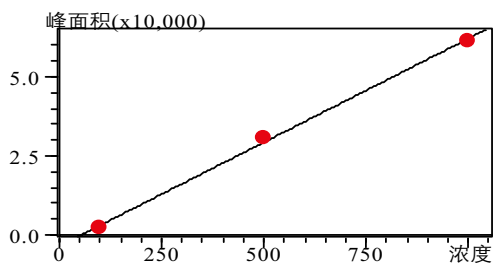
图1 标准品 ( 500 µg/L ) TIC 谱图

### 2.2 标准曲线

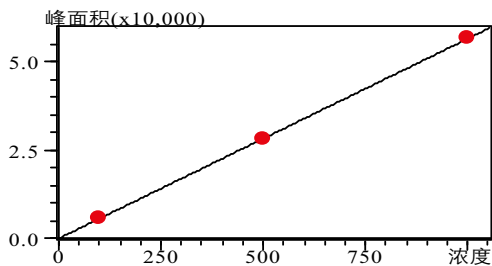
配置浓度为 100、500、1000 上图单位的农药混标溶液，得到标准曲线如下：



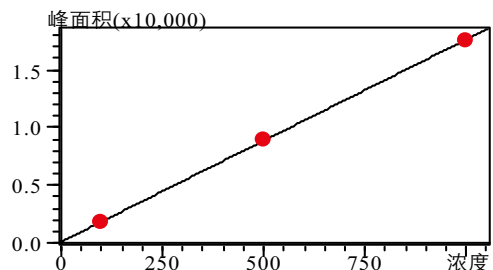
R = 0.999  
图5 氧乐果标准曲线



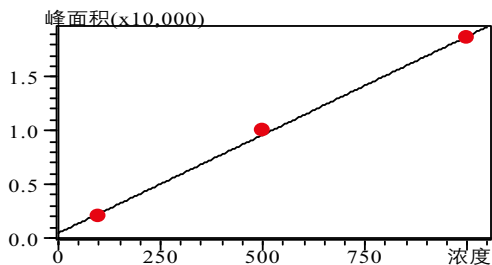
R = 0.999  
图6 甲拌磷标准曲线



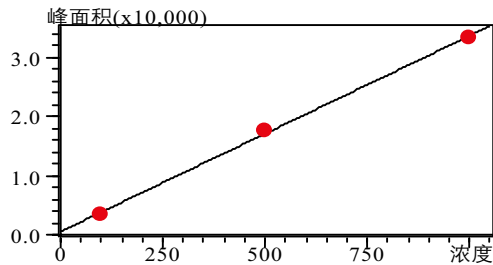
R = 0.999  
图2 甲胺磷标准曲线



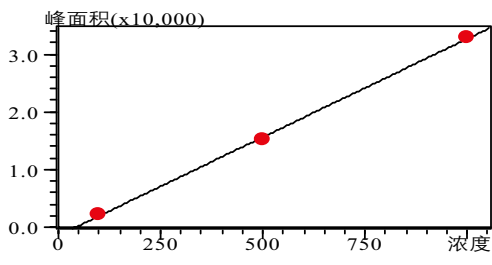
R = 0.999  
图7 乐果标准曲线



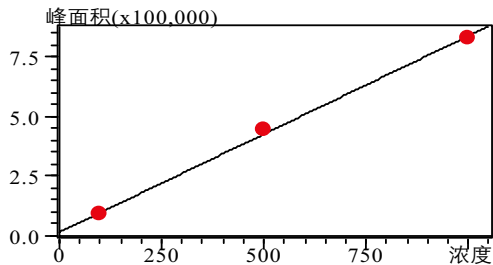
R = 0.999  
图3 敌敌畏标准曲线



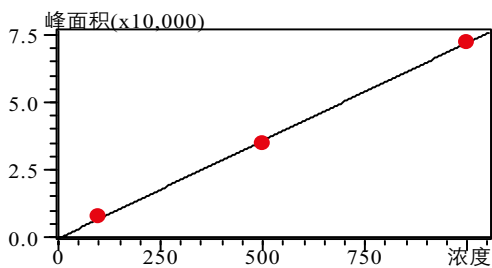
R = 0.999  
图8 二嗪磷标准曲线



R = 0.999  
图4 乙酰甲胺磷标准曲线

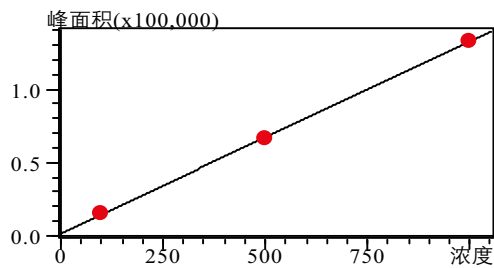


R = 0.999  
图9 啉霉胺标准曲线



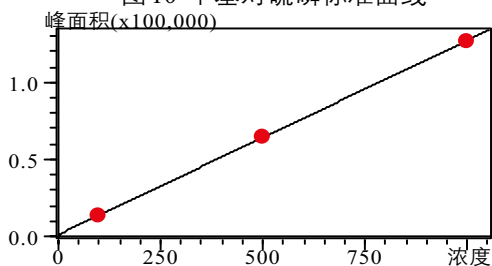
R = 0.999

图10 甲基对硫磷标准曲线



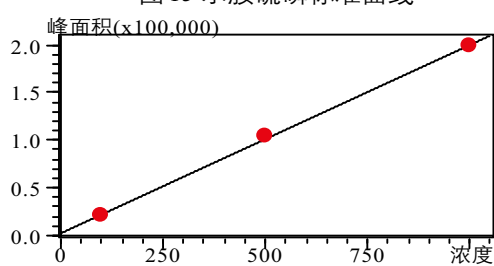
R = 0.999

图15 水胺硫磷标准曲线



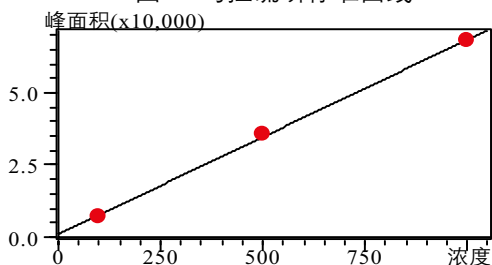
R = 0.999

图11 马拉硫磷标准曲线



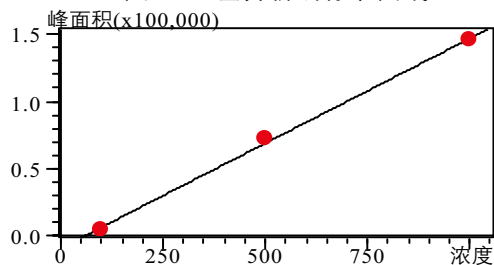
R = 0.999

图16 甲基异柳磷标准曲线



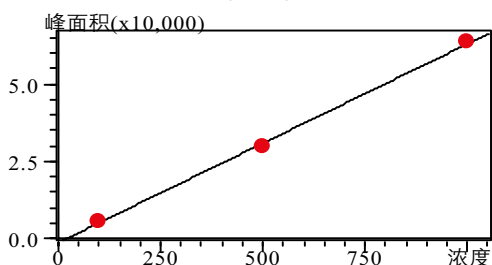
R = 0.999

图12 毒死蜱标准曲线



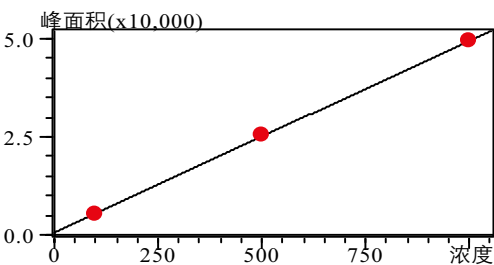
R = 0.999

图17 氟虫腈标准曲线



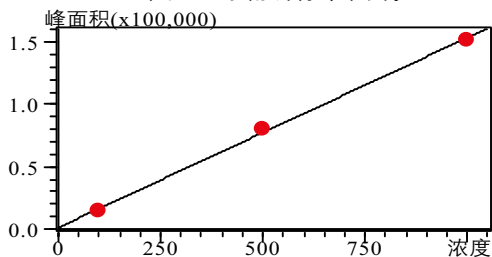
R = 0.999

图13 对硫磷标准曲线



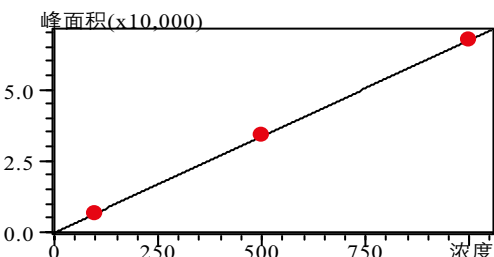
R = 0.999

图18 丙溴磷标准曲线



R = 0.999

图14 三唑酮标准曲线



R = 0.999

图19 三唑磷标准曲线

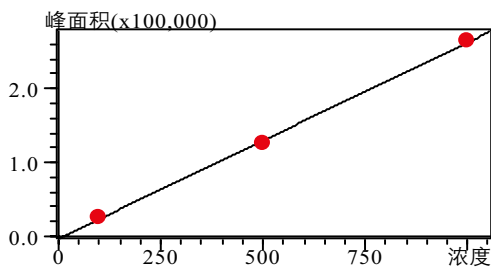


图20 亚胺硫磷标准曲线

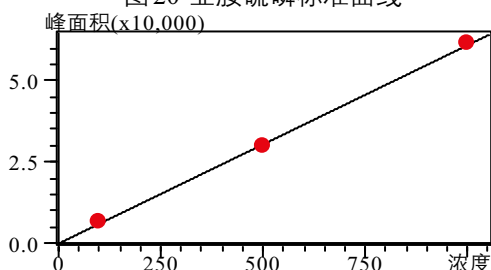


图21 甲氰菊酯标准曲线

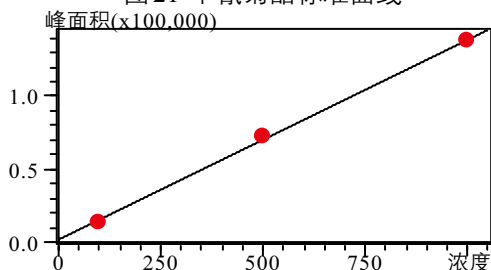


图22 伏杀硫磷标准曲线

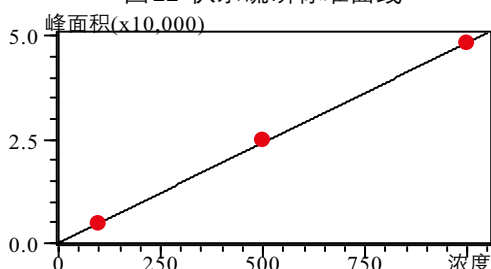


图23 哒螨灵标准曲线

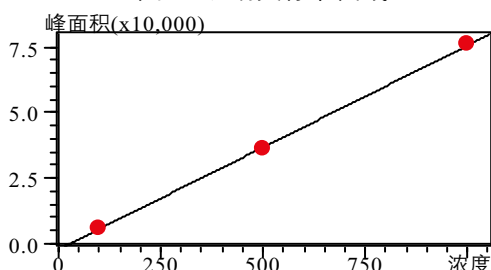


图24 苯醚甲环唑标准曲线

### 2.3 检出限与定量限

以  $S/N=3$  计算最低检出限 (LOD), 以信噪比  $S/N=10$  计算定量限 (LOQ), 结果见表3。

表3 23种组分的检出限及定量限

| 组分    | LOD ( $\mu\text{g/g}$ ) | LOQ ( $\mu\text{g/g}$ ) |
|-------|-------------------------|-------------------------|
| 甲胺磷   | 2.5                     | 8.3                     |
| 敌敌畏   | 1.2                     | 3.6                     |
| 乙酰甲胺磷 | 2.8                     | 9.0                     |
| 氧乐果   | 1.3                     | 3.9                     |
| 甲拌磷   | 1.0                     | 3.0                     |
| 乐果    | 2.1                     | 6.3                     |
| 二嗪磷   | 1.2                     | 3.6                     |
| 啞霉胺   | 0.8                     | 2.4                     |
| 甲基对硫磷 | 2.5                     | 7.5                     |
| 马拉硫磷  | 2.3                     | 6.9                     |
| 毒死蜱   | 0.7                     | 2.1                     |
| 对硫磷   | 1.3                     | 3.9                     |
| 三唑酮   | 1.3                     | 3.9                     |
| 水胺硫磷  | 1.3                     | 3.9                     |
| 甲基异柳磷 | 1.1                     | 3.3                     |
| 氟虫腈   | 0.8                     | 2.4                     |
| 丙溴磷   | 1.9                     | 5.7                     |
| 三唑磷   | 2.3                     | 6.9                     |
| 亚胺硫磷  | 2.0                     | 6.0                     |
| 甲氰菊酯  | 1.5                     | 4.5                     |
| 伏杀硫磷  | 2.3                     | 6.9                     |
| 达螨灵   | 1.8                     | 5.4                     |
| 苯醚甲环唑 | 2.9                     | 8.7                     |

### 2.4 回收率测试

以  $500 \mu\text{g/L}$  浓度进行回收率实验, 回收率测试结果见表4。

表4 23种组分的回收率测试结果

| 组分    | 甘蓝<br>回收率(%) | 韭菜<br>回收率(%) | 白菜<br>回收率(%) | 芹菜<br>回收率(%) | 豇豆<br>回收率(%) |
|-------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| 甲胺磷   | 90.6         | 99.0         | 73.7         | 85.6         | 94.2         |
| 敌敌畏   | 90.6         | 99.0         | 73.7         | 85.6         | 94.2         |
| 乙酰甲胺磷 | 81.8         | 81.7         | 73.9         | 84.2         | 82.4         |
| 氧乐果   | 118.4        | 114.5        | 74.2         | 91.1         | 113.9        |
| 甲拌磷   | 108.8        | 130.5        | 89.8         | 110.5        | 116.8        |
| 乐果    | 108.3        | 105.9        | 82.5         | 112.9        | 103.8        |
| 二嗪磷   | 82.8         | 90.1         | 78.8         | 98.1         | 87.7         |
| 噻霉胺   | 79.4         | 79.2         | 73.8         | 86.2         | 82.0         |
| 甲基对硫磷 | 79.1         | 77.2         | 74.5         | 85.8         | 80.3         |
| 马拉硫磷  | 91.0         | 98.1         | 84.3         | 95.0         | 84.6         |
| 毒死蜱   | 82.9         | 86.4         | 78.0         | 94.0         | 87.8         |
| 对硫磷   | 78.0         | 83.5         | 74.1         | 91.6         | 83.9         |
| 三唑酮   | 82.3         | 88.9         | 74.7         | 85.9         | 81.8         |
| 水胺硫磷  | 77.5         | 76.2         | 70.9         | 85.7         | 80.0         |
| 甲基异柳磷 | 89.2         | 89.5         | 80.6         | 102.3        | 94.5         |
| 氟虫腈   | 74.5         | 78.6         | 71.5         | 90.6         | 80.1         |
| 丙溴磷   | 97.6         | 118.7        | 75.9         | 140.0        | 121.6        |
| 三唑磷   | 80.8         | 88.8         | 81.6         | 100.6        | 94.0         |
| 亚胺硫磷  | 81.9         | 87.2         | 77.8         | 97.3         | 88.5         |
| 甲氰菊酯  | 85.0         | 98.9         | 91.1         | 111.7        | 94.4         |
| 伏杀硫磷  | 76.8         | 81.2         | 78.6         | 89.8         | 83.2         |
| 达螨灵   | 76.4         | 87.9         | 81.0         | 101.6        | 92.0         |
| 苯醚甲环唑 | 74.8         | 79.5         | 81.9         | 94.0         | 83.5         |

## 结论

本文采用气相色谱质谱联用仪对5种蔬菜中23种农药残留进行了测定,方法灵敏度高、线性系数均在0.999以上。对蔬菜中农残的检测具有较强的实用作用。