

# GCMS-NCI 法测定茶叶中的溴虫腈

GCMS-142

**摘要：** 本文利用岛津 GCMS-QP2010Ultra 气质联用仪（负化学电离方式），建立了茶叶中溴虫腈含量测定方法。该方法在 1.0~200  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内标准曲线线性关系良好，相关系数  $r$  为 0.9997，且面积重现性良好，RSD 为 4.05%，检出限为 1.39  $\text{ng/L}$ （3 倍信噪比），加标回收率平均值为 87%~91%。该方法操作简单，可用于茶叶中溴虫腈的测定。

**关键词：** 气相色谱质谱联用仪 NCI 溴虫腈茶叶

溴虫腈（Chlorfenapyr），又名除尽、虫螨腈，是一种芳香取代吡咯化合物。其是由美国氰胺公司开发的新型吡咯类杀虫杀螨剂。溴虫腈对氨基甲酸酯类、有机磷类和拟除虫菊酯类杀虫剂抗药性害虫具有高效作用，被美国国家环保局广泛推荐使用在蔬菜、水果、甘蔗、茶叶、家禽和畜牧产品上。但近年来有关研究发现，溴虫腈能致小鼠脾、肝、肾 DNA 的损害，而且损害的程度与溴虫腈浓度成正比关系。因此各个国家都对该农药做了严格的使用规定，如美国国家环保局规定溴虫腈在各类商品中最大残留量为 0.01 ~ 2.0  $\text{mg/kg}$ ，日本肯定列表规定最大残留量为 0.01 ~ 5.0  $\text{mg/kg}$ 。目前溴虫腈已经批准在我国蔬菜、茶树上登记使用，其最大残留量采用美国国家环保局的相关规定。

层提取液，置于 50 $^{\circ}\text{C}$  水浴中用氮吹仪吹至近干，用正己烷定容至 1 mL，待分析。

## 实验部分

### 2.1 标准谱图

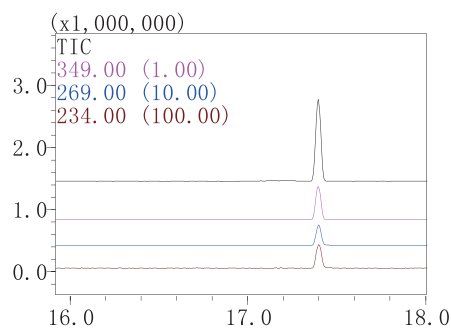


图 1 溴虫腈标准溶液总离子流图 (1.0 $\mu\text{g/L}$ )

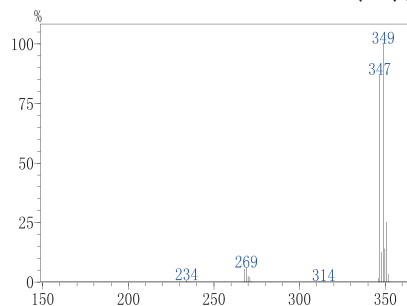


图 2 溴虫腈质谱图

表 1 溴虫腈保留时间和特征离子

	保留时间	定量离子	定性离子
溴虫腈	17.38	349	269, 234

### 2.2 标准曲线

使用正己烷配制溴虫腈标准溶液，浓度分别为 1、10、20、50、200  $\mu\text{g/L}$ 。溴虫腈标准曲线如下所示。

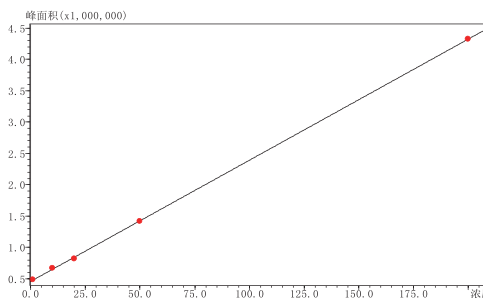


图 3 溴虫腈标准曲线

## 实验部分

### 1.1 仪器配置

GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪

### 1.2 实验条件

GCMS 参数:

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

柱温程序: 90 $^{\circ}\text{C}$  (1min)\_10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_270 $^{\circ}\text{C}$  (5min)

进样口温度: 250 $^{\circ}\text{C}$

进样方式: 不分流 (1 min)

载气: 氦气

载气线速度: 37cm/sec

接口温度: 280 $^{\circ}\text{C}$

离子源温度: 230 $^{\circ}\text{C}$

离子化方式: NCI

进样量: 1  $\mu\text{L}$

采集方式: SIM

### 1.3 样品前处理

称取 2g 茶叶样品置于离心管中，加入 5mL 乙腈在超声波上超声提取 30 min 置于离心机中于 3000 r/min 离心 5 min，收集上层清液，2 次重复上述萃取，合并上

### 2.3 检出限及重现性

根据 1.0  $\mu\text{g/L}$  溴虫腈标准溶液平行 5 针进样数据, 计算方法检出限 (3 倍噪声) 以及重现性。溴虫腈检出限及重现性见表 2。

表 2 溴虫腈检出限与重现性

	相关系数	检出限	RSD
		ng/L	%
溴虫腈	0.9997	1.393	4.05

### 2.4 样品测试结果及回收率

分别向样品中添加 3 种不同浓度的溴虫腈标准样品进行回收率试验, 分别平行处理 3 份, 实验结果见表 3。

表 3 样品回收率

样品名称	样品结果 $\mu\text{g/kg}$	加标量 $\mu\text{g/kg}$	回收率 %
溴虫腈	7.28	5	91
		10	87
		20	89

## ■ 结论

采用岛津公司气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2010Ultra (NCI 电离) 分析茶叶中溴虫腈残留, 在 1.0~200  $\mu\text{g/L}$  范围内标准曲线线性良好, 检出限为 1.39  $\text{ng/L}$  (3 倍信噪比), 加标回收率平均值为 87%~91%。本方法可用于茶叶中溴虫腈含量的检测。