

# 气相色谱法测定蔬菜中甲基异柳磷残留量

## GC-292

**摘要：** 本文利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪搭配 FPD 检测器，参考国家标准 GB/T 5009.144-2003 《植物性食品中甲基异柳磷残留量的测定》，建立了蔬菜中甲基异柳磷的检测方法。实验结果表明，在 100~1000 ng/mL 的浓度范围内，甲基异柳磷标准曲线线性关系良好，相关系数为 0.9995。取浓度为 200 ng/mL 的标准品溶液，重复进样 6 次，甲基异柳磷峰面积的 RSD 为 1.61%，仪器精密度良好。加标回收率实验中，甲基异柳磷的平均加标回收率在 91.9~101.8% 之间。该方法稳定、可靠，能够有效的检测蔬菜中甲基异柳磷的残留量。

**关键词：** 气相色谱仪 蔬菜 甲基异柳磷

### 技术特点：

- ❖ 样品经净化能有效地去除色素等杂质。
- ❖ 通过优化分析条件，测定组分和杂质有效地分离。

甲基异硫磷是一种新型土壤杀虫剂，属于高毒性的硫代磷酸酯类有机磷农药，一般只允许用于拌种或土壤处理，不能用于防治蔬菜害虫和喷洒果叶。由于甲基异硫磷可通过食道、呼吸道和皮肤引起人体中毒，我国已将甲基异磷列为禁用农药，不得在蔬菜、果树、茶叶和中草药中使用。

本文参考国家标准 GB/T 5009.144-2003 《植物性食品中甲基异柳磷残留量的测定》，利用岛津 GC-2010 Pro 搭配 FPD 检测器，建立了蔬菜中甲基异柳磷的检测方法。该方法灵敏度高、重复性好，可用于蔬菜中甲基异柳磷含量的测定，可为蔬菜品质质量的保证提供参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

GC-2010 Pro 气相色谱仪（配 FPD 检测器）

### 1.2 分析条件：

色 谱 柱：	SH-Rtx-1701, 30 m×0.25 mm ×0.25 μm	进 样 方 式：	不分流进样
柱 温 程 序：	200°C (12 min) _20°C /min_250°C (2min)	检 测 器：	FPD 检测器
进 样 口 温 度：	220°C	检 测 器 温 度：	250°C
载 气：	氮气	氢 气 流 量：	62.5 mL/min
载气控制模式：	恒线速度	空 气 流 量：	90 mL/min
线 速 度：	40 cm/sec		
进 样 量：	1 μL		

## ■ 样品前处理

按照 GB/T 5009.144-2003 《植物性食品中甲基异柳磷残留量的测定》标准中的样品前处理步骤进行处理，如图 1 所示。

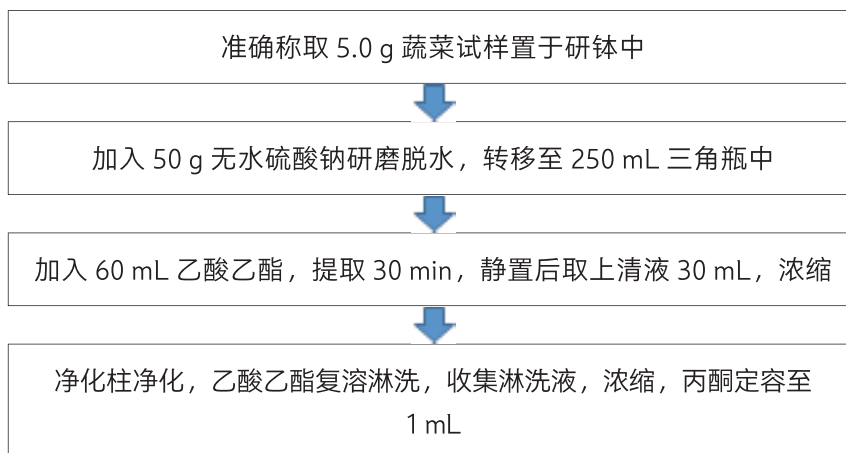


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标样色谱图

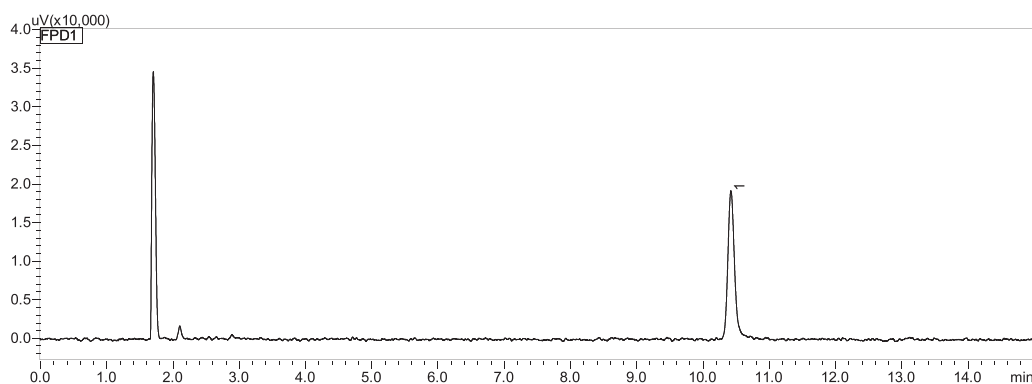


图 2 甲基异柳磷 (1000 ng/mL) 标准品色谱图

表 1 化合物信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	甲基异柳磷	isofenphos-methyl	99675-03-3	10.430

### 3.2 标准曲线及检出限

分别配制 100、200、400、800、1000 ng/mL 的甲基异柳磷标准溶液，取 1  $\mu$ L 进样，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标做标准曲线，如图 3 所示。根据 100 ng/mL 的标样数据，以 3 倍信噪比计算仪器检出限，甲基异柳磷线性相关系数和检出限如表 2 所示。

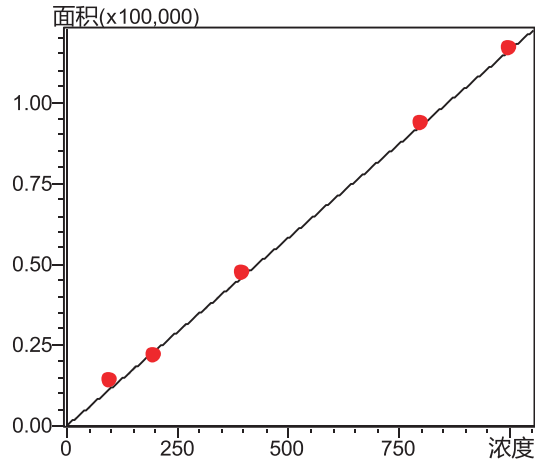


图3 甲基异柳磷标准曲线

表2 各组分相关系数及检出限

No.	化合物名称	相关系数 (R)	检出限 (mg/L)
1	甲基异柳磷	0.9995	0.0014

### 3.3 重复性实验

取浓度为200 ng/mL甲基异柳磷标准溶液,重复进样6次,考察仪器重复性,甲基异柳磷峰面积的RSD为1.61%,重复性良好。具体测定结果见表3。

表3 标样峰面积重复性结果 (n=6)

No	化合物名称	峰面积						RSD(%)
		1	2	3	4	5	6	
1	甲基异柳磷	26231	25663	26085	25990	25117	26118	1.61

### 3.4 实际样品测试及加标回收率测试

取某市场售卖的蔬菜样品,按前述样品前处理步骤进行处理,上机检测,该样品为未检出甲基异柳磷。该样品色谱图如图4所示。

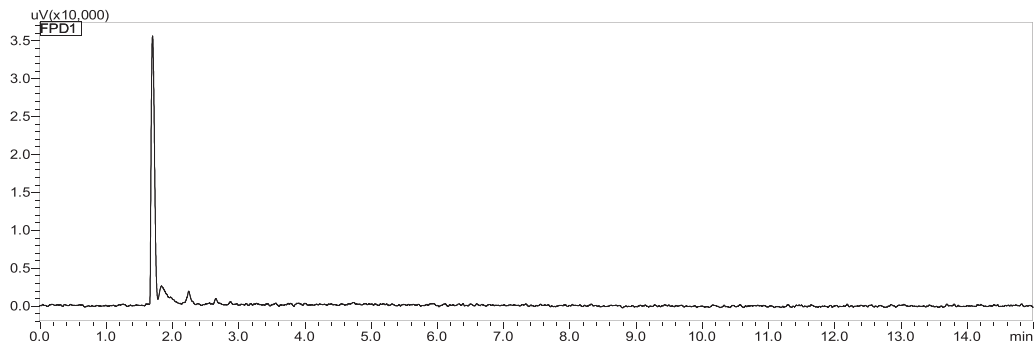


图4 蔬菜样品色谱图

以该蔬菜样品为空白样品，进行低中高浓度加标实验，甲基异柳磷的加标浓度分别为 0.06、0.24 和 0.48 mg/kg。重复处理 3 次，取三次平行测定结果的平均值评估回收率，加标回收结果见表 4。

表 4 加标回收测试结果

No.	化合物名称	样品含量 (mg/kg)	加标浓度 (mg/kg)	测定含量 (mg/kg)			RSD (%)	平均回收率 (%)
				1	2	3		
1	甲基异柳磷	N.D.	0.06	0.0609	0.0612	0.0608	1.3	101.8
			0.24	0.2318	0.2283	0.2319	1.8	95.9
			0.48	0.4412	0.4405	0.4315	0.9	91.9

注：N.D. 表示未检出

## ■ 结论

本文利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪搭配 FPD 检测器，参考国家标准 GB/T 5009.144-2003《植物性食品中甲基异柳磷残留量的测定》，建立了蔬菜中甲基异柳磷的检测方法。在 100~1000 ng/mL 的浓度范围内，甲基异柳磷标准曲线线性关系良好，相关系数为 0.9995。取浓度为 200 ng/mL 的标准品溶液，重复进样 6 次，甲基异柳磷峰面积的 RSD 为 1.61%，仪器精密度良好。加标回收率实验中，甲基异柳磷的平均加标回收率在 91.9~101.8% 之间。该方法操作简单、灵敏度高、重复性好，可用于蔬菜中甲基异柳磷残留量的测定。

岛津应用云

