

# HPLC 法测定蔬菜中的灭蝇胺残留量

LC-402

**摘要：** 本文建立了豇豆中灭蝇胺的 HPLC 测定方法。参照 NY 1725-2009 前处理方法并进行优化，采用岛津的 SHIMSEN Styra MCX 产品对豇豆样品进行净化，ShimNex HE NH2 色谱柱进行分离，结果表明：灭蝇胺在 0.05~5.00 mg/L 浓度范围内线性良好；加标浓度在 0.5 mg/kg 下三份平行样回收率为 84.20-92.05%，RSD 为 4.49%，回收率高，重现性好。

**关键词：** HPLC 灭蝇胺 蔬菜 固相萃取

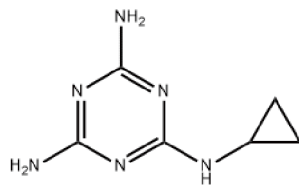
## 技术特点：

- ❖ 使用岛津 NH2 色谱柱，灭蝇胺保留良好，峰形尖锐。
- ❖ 该方法灵敏度高，优于《食品中农药最大残留限量》（GB 2763—2021）限量值要求。

灭蝇胺（Cyromazine）又名环丙氨嗪，为一种新型高效、低毒、含氮杂环类杀虫剂，是目前双翅目昆虫病虫害防治效果较好的生态农药，在农业生产中广泛使用。《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》（GB 2763—2021）中规定，灭蝇胺在豇豆中的最大残留限量值为 0.5 mg/kg。由于灭蝇胺极性较大，在反向色谱柱上保留不佳，对使用常用的 C18 色谱柱进行多农残同时检测造成不便。

本文参照 NY 1725-2009《蔬菜中灭蝇胺残留量的测定 高效液相色谱法》前处理方法并进行优化，采

用岛津固相萃取小柱 SHIMSEN Styra MCX 对样品进行净化，ShimNex HE NH2 色谱柱进行分离，建立了豇豆中灭蝇胺残留量的检测方法。该方法回收率高，结果准确，可供相关检测人员参考。



中文名：灭蝇胺  
英文名：Cyromazine  
CAS 号：66215-27-8  
分子式：C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>N<sub>6</sub>  
分子量 166.18

## 实验部分

### 1.1 仪器

本实验采用岛津 LC-40 液相色谱仪。具体配置为：

系统控制器：CBM-40A  
输液泵：LC-40D  
检测器：SPD-M40

自动进样器：SIL-40  
柱温箱：CTO-40S  
色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.99

### 1.2 分析条件

色谱柱：ShimNex HE NH2 (250 mm×4.6 mm I.D., 5 μm)  
P/N: 380-01244-33, 岛津（上海）实验器材有限公司

流动相 A：水  
流速：1.0 mL/min  
检测波长：215 nm  
洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 97%，时间程序见表 1。

流动相 B：乙腈  
进样体积：10 μL  
柱温：30°C

表 1 梯度洗脱时间程序

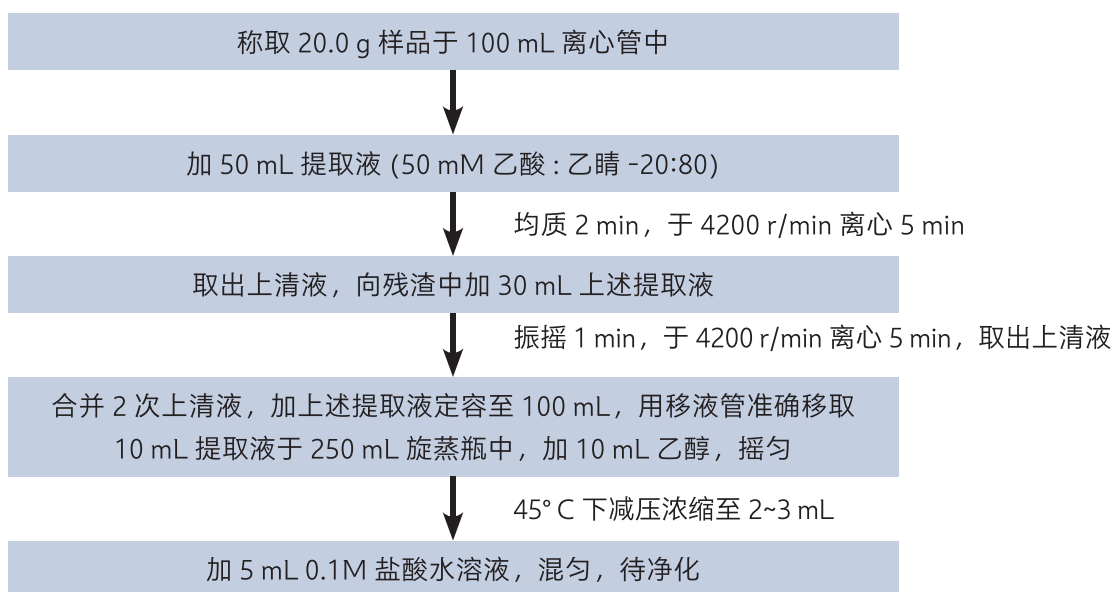
Time	Module	Command	Value
25.00	Pumps	Pump B Conc.	97
26.00	Pumps	Pump B Conc.	70
35.00	Pumps	Pump B Conc.	70
35.10	Pumps	Pump B Conc.	97
55.00	Controller	Stop	

## 2. 标准品溶液的配制

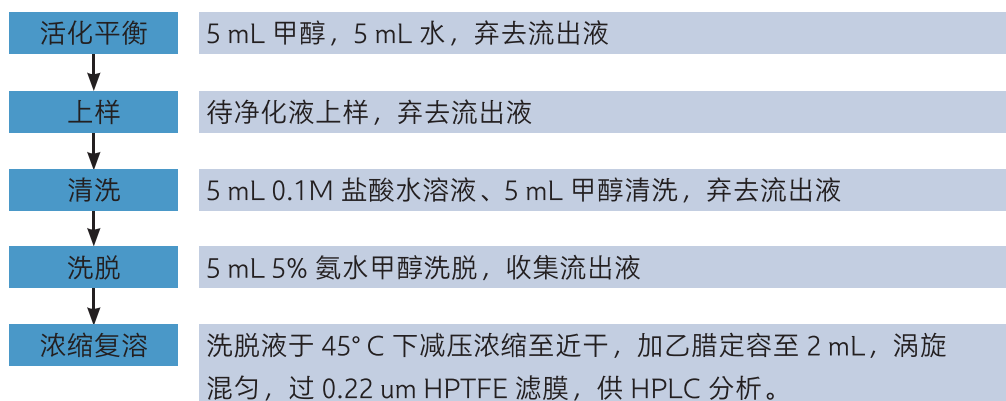
取适量标准储备液，用乙腈溶液逐级稀释成 0.05、0.10、0.50、1.00、2.00 和 5.00 mg/L 的系列标准工作液，待用。

## 3. 样品前处理

提取：



净化：使用固相萃取小柱 SHIMSEN Styra MCX (150 mg/6 mL; P/N: 380-00853-07)。



## ■ 结果与讨论

### 4.1 标准溶液谱图

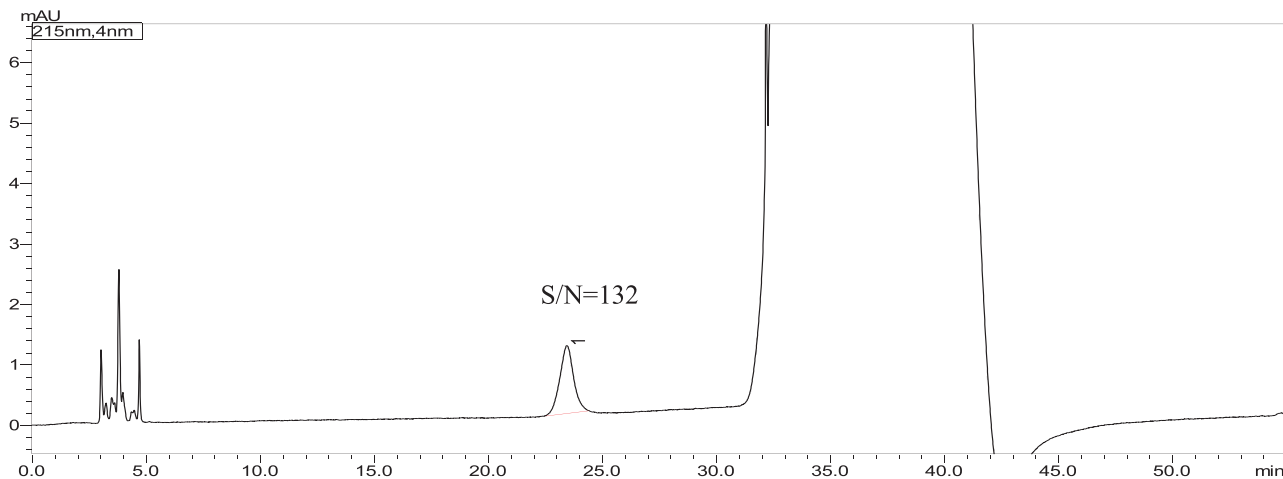
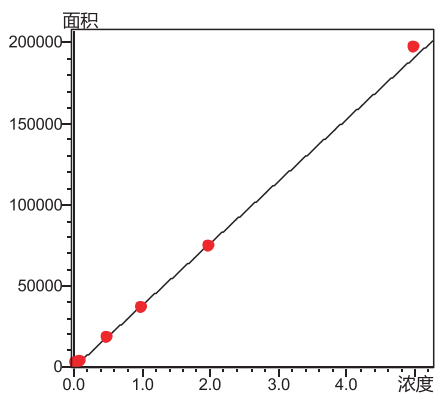


图1 灭蝇胺标准品溶液 (0.5 mg/L) 色谱图

### 4.2 校准曲线

将 0.05、0.10、0.50、1.00、2.00 和 5.00 mg/L 的系列标准工作液按 1.2 中的分析条件进行测定，外标法定量。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线如图 2 所示。校准曲线及检测限、定量限的结果见表 2。



化合物	灭蝇胺
校准曲线	$Y = (36627.2)X + (105.965)$
相关系数 R	0.9997
准确度 %	92.1~103.2
检测限 (mg/L)	0.03
定量限 (mg/L)	0.10

图2 校准曲线及相关信息

### 4.3 回收率

《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》(GB 2763—2021) 中规定，灭蝇胺在豇豆中的最大残留限量值为 0.5 mg/kg。将豇豆空白样品进行 0.5 mg/kg 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，具体结果如下：0.5 mg/kg 加标浓度的加标回收率为 84.20~92.05%，RSD 为 4.49%。

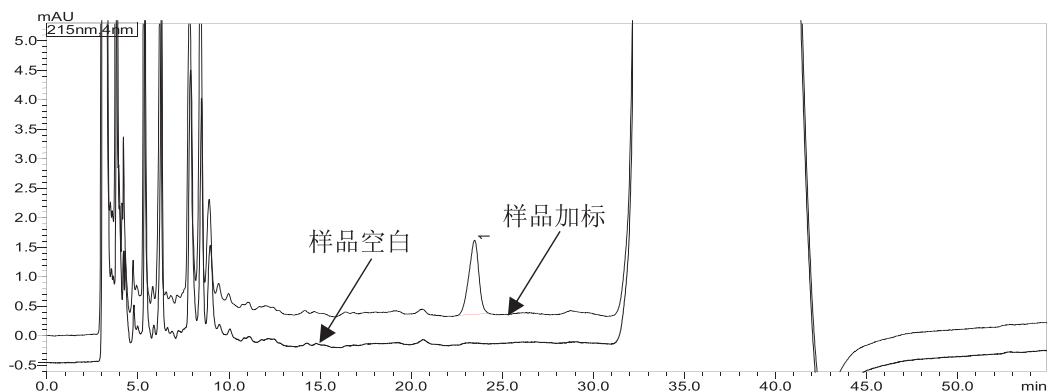


图 2 豇豆空白样品和加标样品色谱图 (加标浓度 0.5 mg/kg)

表 3 回收率结果 (n=3)

化合物	添加浓度 (0.5 mg/kg)		
	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
灭蝇胺	92.05	87.89	4.49
	87.41		
	84.20		

## ■ 结论

本文参照 NY 1725-2009 前处理方法并进行优化, 采用岛津的 SHIMSEN Styra MCX 产品对豇豆样品进行净化, ShimNex HE NH2 色谱柱进行分离, 建立了豇豆中灭蝇胺的 HPLC 测定方法, 可为豇豆中灭蝇胺的测定提供参考。

岛津应用云

