

气相色谱法测定进出口水果和蔬菜中嘧菌酯的残留量

GC-273

摘要： 本文利用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪结合 FTD 火焰热离子检测器建立了进出口水果和蔬菜中嘧菌酯残留量的检测方法。本方案采用外标法定量，在 0.1~10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内建立标准曲线，线性关系良好，嘧菌酯的相关系数 $R > 0.999$ 。选择浓度为 0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液为重复性测试样品，进行 6 次平行测试，测定嘧菌酯峰面积的重复性 RSD% 小于 2.0%。以进口葡萄作为基质，添加标准溶液低中高三个浓度，加标回收率在 79.5%~86.0% 之间。该方法操作简单，灵敏度高，可用于进出口水果和蔬菜中嘧菌酯残留量的测定。

关键词： 气相色谱法 氮磷检测器 水果 蔬菜 嘧菌酯

技术特点：

- ❖ 进样流程自动化，操作简便。
- ❖ 采用 FTD 火焰热离子检测器，对含氮化合物，方法检出限更低。

嘧菌酯是一种甲氧基丙烯酸酯类杀菌农药，因具有杀菌谱广、增加作物抗病性、安全高效等优点，深受广大农资人喜爱。但长期频繁使用导致药用失效，并且其本身对眼睛和皮肤有刺激作用，吸入、摄入或经皮肤吸收都会引起中毒。我国是全球最大的水果生产国和消费国，随着《区域全面经济伙伴关系协定》（RCEP）深入实施，低关税、快速检验检疫等政策出台，越来越多进口水果进入中国市场，

满足了消费者多元需求。

我国国家质量监督检验检疫总局于 2007 年 8 月发布出入境检验检疫行业标准《SN/T 1976-2007 进出口水果和蔬菜中嘧菌酯残留量检测方法》。本文参照 SN/T 1976-2007 的前处理方式，采用岛津 Nexis GC-2030 进行分析，该方法灵敏度高、重复性好，可用于进出口水果和蔬菜中嘧菌酯残留的测定，为保证其质量提供借鉴。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：Nexis GC-2030

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rtx-5 (30 m × 0.32 mm × 0.25 μm)

柱温程序：180°C (2 min) _ 30°C /min _ 280°C (10 min)

载气：N₂

载气控制方式：恒流，1.8 mL/min

进样方式：不分流进样 (1 min)

检测器电流：3 pA

进样口温度：290°C

尾吹气流量：27.5 mL/min

检测器：FTD

氢气流量：1.5 mL/min

检测器温度：300°C

空气流量：145 mL/m

1.3 样品前处理

样品前处理步骤见图 1 所示。

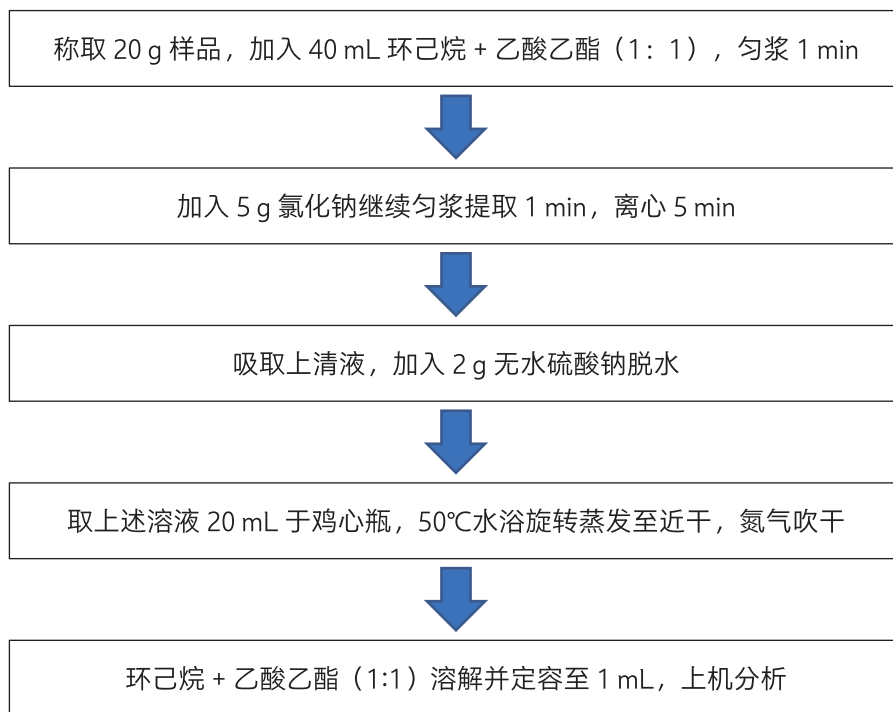


图 1 样品前处理流程图

■ 结果讨论

2.1 标准溶液色谱图

标准溶液色谱图见图 2，相关化合物信息见表 1

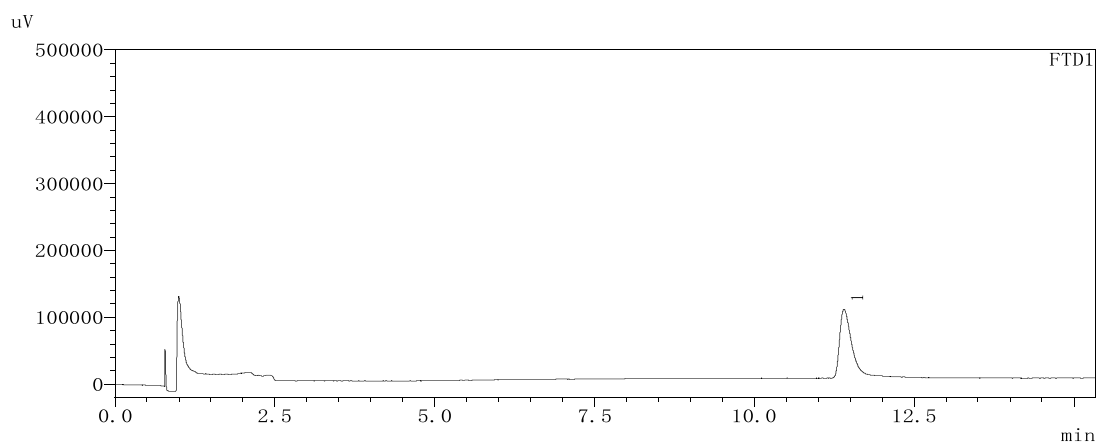


图 2 啉菌酯标准溶液色谱图（浓度：5.0 μg/mL）

表 1 啉菌酯信息表

No.	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	啉菌酯	Azoxystrobin	131860-33-8	11.403

2.2 标准曲线

配制 0.1、0.2、0.5、1.0、5.0、10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液，于上述 1.2 分析条件下分析。以浓度为横坐标，以化合物的峰面积值为纵坐标，建立标准曲线，如图 3 所示，并按照 3 倍 S/N 计算化合物的仪器检出限，嘧菌酯的相关系数、检出限见表 2。

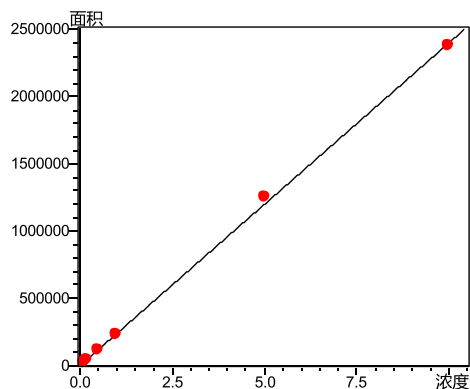


图 3 嘧菌酯的标准曲线

表 2 嘧菌酯的相关系数、仪器检出限

No.	化合物	相关系数	检出限 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)
1	嘧菌酯	0.9996	0.84

2.3 重复性结果

按照 1.2 分析条件，取浓度为 0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，结果见表 3。从表 3 结果可以看出，嘧菌酯在 0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度下峰面积 RSD% 小于 2%，表明 Nexis GC-2030 气相色谱仪具有良好的重复性。

表 3 峰面积重复性结果

No.	化合物	1	2	3	4	5	6	RSD(%)
1	嘧菌酯	44792	44064	43655	44490	43182	43075	1.59

2.4 实际样品测定及样品加标回收实验

以进口葡萄作为基质样品，分别加入嘧菌酯标准溶液，添加浓度为 0.02、0.05、0.4 $\mu\text{g}/\text{g}$ ，按照 1.3 样品前处理，计算其加标回收率，试样色谱图如下图 4 所示，加标回收结果见表 4。从表 4 可以看出，嘧菌酯的加标回收率均在 79% 以上。

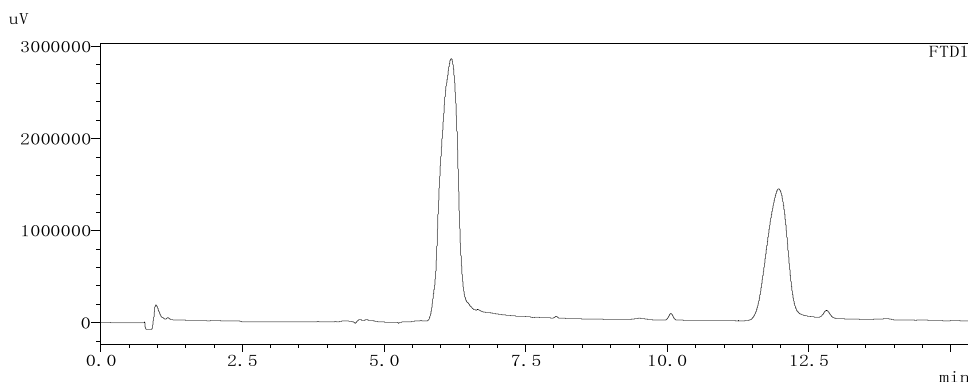


图 4 实际样品色谱图

表 4 加标回收测试结果

No.	化合物	样品结果	加标回收率 (%)		
			0.02 µg/g	0.05 µg/g	0.4 µg/g
1	嘧菌酯	N.D.	86.0	80.0	79.5

注：N.D. 代表未检出。

■ 结论

本方法参考《SN/T 1976-2007 进出口水果和蔬菜中嘧菌酯残留量检测方法》，利用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪结合 FTD 火焰热离子检测器建立了进出口水果和蔬菜中嘧菌酯残留量的检测方法。实验结果表明该方法操作简单、灵敏度高、重复性好，可用于进出口水果和蔬菜中嘧菌酯残留量的测定。

岛津应用云

