

# 蔬菜中毒死蜱的 GC-MS 检测

北京东西分析仪器有限公司 北京 100049

**摘要：**利用 GC-MS 3100 气质联用仪分析了韭菜中残留的毒死蜱，采用固相萃取法对样品进行前处理，NIST 标准谱库检索结合保留时间进行定性，外标法进行定量。

**关键词：**GC-MS，毒死蜱，外标法

随着我国甲胺磷等五种高毒有机磷农药退出市场，作为一种替代高毒农药的高效、低毒、低残留杀虫剂-毒死蜱已成为有机磷类杀虫剂的主导品种。毒死蜱是目前全球生产和销售最大的杀虫剂品种之一，多年来位居全球杀虫剂的前列，也是世界卫生组织许可的有机磷品种。毒死蜱具有触杀、胃毒和熏蒸的作用，在叶片上残留不长，但在土壤中挥发性较高，因此对地下害虫防治效果较好。主要用于防治草坪上的害虫和螨类，也可用于防治蚊、蝇等卫生害虫和家畜的体外寄生虫。本文采用色谱质谱联用仪 GC-MS 3100 对毒死蜱进行分析检测，所得标准曲线线性良好，回收率在接受范围内。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器及材料

GC-MS 3100 气相色谱质谱联用仪（北京东西分析仪器有限公司）

韭菜（购于农贸市场）

### 1.2 分析条件

**气相色谱条件：**石英毛细管柱 DB-5MS（30m×0.25mm×0.25μm）；载气：氦气（≥99.999%）；柱流量：1ml/min；进样方式：不分流，不分流时间：50 秒；进样口温度：250℃；柱箱温度：60℃保持 1min，以 15℃/min 升温至 260℃，保持 10min，进样量：1μL。

**质谱条件：**离子源：EI 源；电子能量：70eV；离子源温度：250℃；扫描方式：全扫描；扫描范围：40~400amu。

## 2 实验结果及讨论

### 2.1 SIM 离子的确定

质谱全扫描情况下，通过气相色谱直接进毒死蜱标样，得到毒死蜱的全扫描质谱图，并与 NIST 标准谱库进行检索（图 1），确定毒死蜱的保留时间，并按 SIM 离子选择原则选定毒死蜱的 SIM 离子。如表 1 所示。

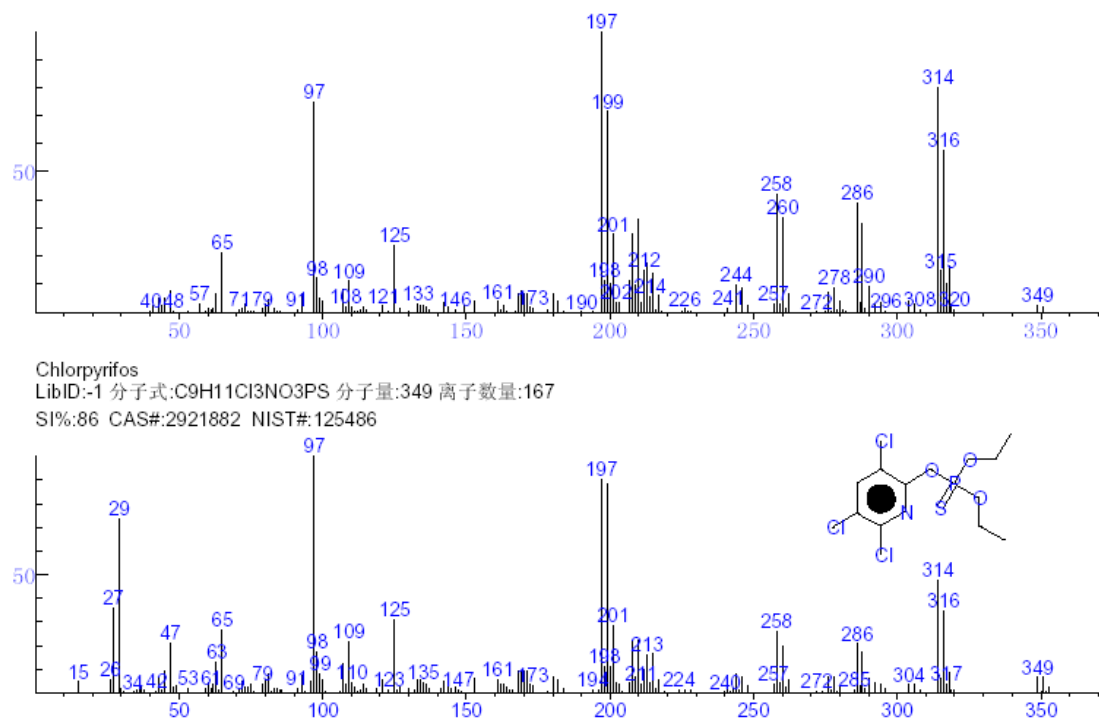


图1 毒死蜱质谱图及检索结果

表1 毒死蜱分析结果

峰序号	农药名称	保留时间	定量离子	定性离子
1	毒死蜱	10.68	197	314、97、197

## 2.2 标准曲线的绘制

配制浓度为 0.01、0.05、0.1、0.3、0.5ppm 的标准溶液，直接进样到 GC-MS 3100 中，在 1.2 所述的色谱条件下，按 2.1 所选的 SIM 离子进行选择离子扫描（所得 SIM 离子扫描所得的总离子流图如图 2 示），峰面积对毒死蜱溶液浓度做标准曲线，曲线图如图 3 所示。

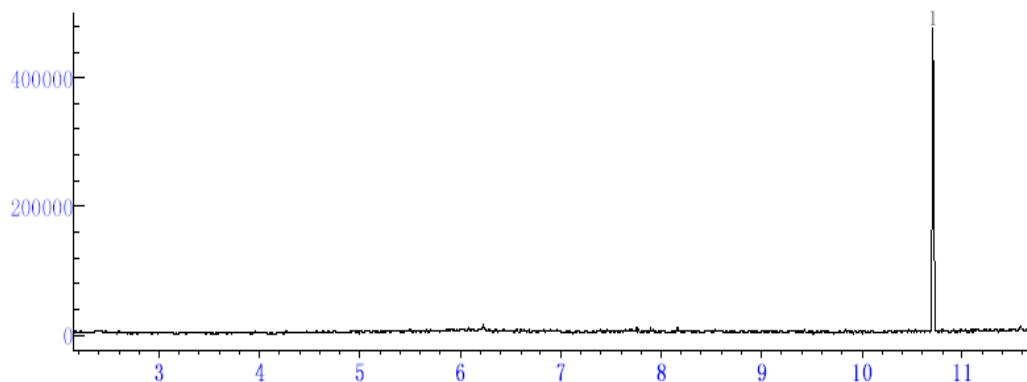


图2 毒死蜱标准溶液总离子流图

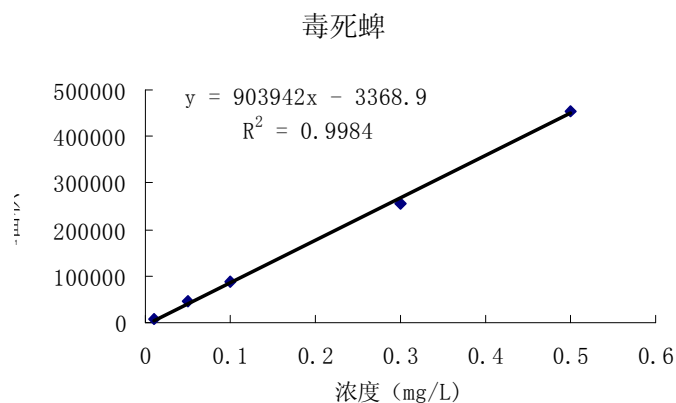


图 3 毒死蜱标准曲线

### 2.3 回收率及精密度

称取适量的韭菜样品加入定量的毒死蜱，经前处理后得到添加量为 0.2、0.5ppm 的标准添加样品。将此样品进行 GC-MS 鉴定，结果如下表所示。

表 1 回收率和精密度分析结果

毒死蜱样品空白值(ppm)	添加水平(ppm)	实测值(ppm)	回收率 (%)	RSD(%)
0.0	0.2	0.1857	92.85	4.758
		0.1743	87.15	
		0.1932	96.6	
	0.5	0.4932	98.64	4.023
		0.5148	102.96	
		0.4746	94.92	

### 3 结论

采用 SIM 扫描的方法对毒死蜱进行定量分析，高点、低点的回收率在 87.5%~102.96% 范围内，相对标准偏差分别为：4.758%和 4.023%，满足测试要求。