

黄瓜中甲霜灵的 GC-MS 分析

北京东西分析仪器有限公司 北京 100049

摘要：建立了黄瓜中甲霜灵的 GC-MS 分析方法，黄瓜经乙腈提取盐析，样液浓缩后丙酮溶解定容，外标法定量。回收率在 88%~104%之间，相对标准偏差在 1.6%~8.2%之间，该法简便快速准确，各项指标均能满足农药残留检测的要求。

关键词：GC-MS，黄瓜，甲霜灵，外标法

甲霜灵 (Metalaxyl)，又称阿普隆、瑞毒霜，学名 D,L-N-(2,6-二甲基苯基)-N-(2-甲氧基乙酰)丙氨酸甲酯，为低毒杀菌剂，有内吸性，适用于蔬菜、瓜类、葡萄等作物的病毒防治。目前有关水果蔬菜中的甲霜灵残留的分析方法有气相色谱-氮磷检测器 (GC-NPD) 法^[1]，液相色谱-质谱法 (LC-MS) 法^[2]，和气相色谱-质谱法 (GC-MS)。本文采用简单的前处理方法，建立了蔬菜中甲霜灵的 GC-MS 检测方法。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

气质联用仪 (GC-MS3100) (北京东西分析仪器有限公司)，旋转蒸发仪，氮吹仪，离心机。

乙腈 (农残级)，丙酮 (农残级)，氯化钠 (分析纯)，蒸馏水

甲霜灵

1.2 样品前处理

称取一定量黄瓜样品，放入粉碎机中粉碎后，放置烧杯中，加入乙腈放在超声波萃取仪中进行提取，过滤，然后加入氯化钠盐析，振摇，静置分层，上清液转移至旋转蒸发仪中浓缩，浓缩液放入氮吹仪中吹干，加入丙酮溶解，离心，上清液供 GC-MS 分析。

1.3 分析条件

气相色谱条件：DB-1701 毛细管柱 (30m×0.25mm×0.25μm)，载气：氮气 (>99.999%)，柱流量：1ml/min，进样方式：不分流，60 秒打开分流阀，进样口温度：265℃，柱箱温度：80℃保持 1min，以 20℃/min 升温至 265℃，保持 15min，进样量：1μL。

质谱条件：EI 源，电子能量：70eV，离子源温度：250℃，接口温度：270℃；扫描范围：40~300amu。

2 实验结果

2.1 甲霜灵 SIM 离子的选择

全扫描得甲霜灵的质谱图，如图 1 所示。根据 SIM 离子选择原则以及文献，选择甲霜灵 SIM 离子在表 1 中给出。其中 M/Z 206 为定量离子。

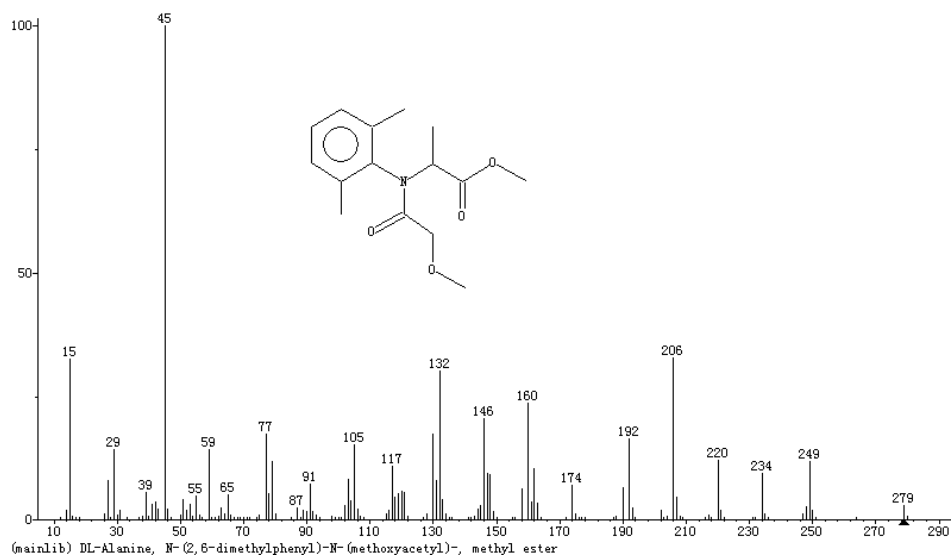


图 1 甲霜灵质谱图

表 1 甲霜灵定性定量离子

峰序号	农药名称	保留时间	定量离子	定性离子
1	甲霜灵	13.20	206	132、249、279

2.2 标准曲线的绘制

在选定的 SIM 条件下进行甲霜灵的检测和标准曲线的绘制。配制梯度浓度的标准溶液，直接进样进项检测，以峰面积对浓度做标准曲线，线性范围为 1.1~8.8 μ g/mL，相关系数 0.998。

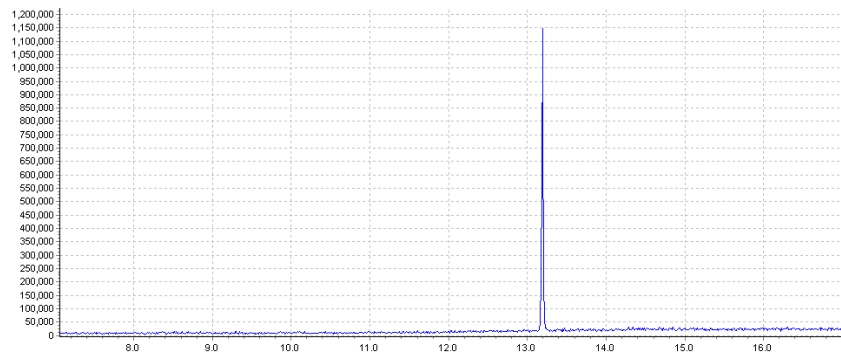


图 2 甲霜灵 SIM 总离子流图

2.3 方法的回收率和精密度试验

取一定质量的甲霜灵添加至样品中,同样品一起进行前处理,测方法的回收率和精密度,添加水平如表 2 所示,每个水平做三次重复,计算重复结果之间的相对标准偏差。计算结果如表 2 所示。由测定结果可知,平均回收率在 88%~104%,标准偏差范围为 1.89%~6.56%。

表 2 回收率和精密度分析结果					
农药名称	本底值	加入量 (mg/kg)	平均实测值 (mg/kg)	平均回收率/%	RSD/%
甲霜灵	0	0.05	0.052	104	1.89
	0	0.1	0.088	88	2.99
	0	0.5	0.46	92	6.56

3 结论

本方法应用国产的气相色谱质谱联用仪对黄瓜中的甲霜灵进行测定,线性范围宽,仪器精密度和准确度良好。

参考文献:

[1] 曹忠波, 周桦, 高岩, 等. 水果中有机磷农药毛细管柱气相色谱法测定[J]. 中国公共卫生, 2006, 22 (2): 243~244.

[2] 高洪秋, 孙健. 气相色谱法测定蔬菜中多种有机磷农药[J]. 环境科学与管理, 2005, 30 (6): 99~100.