

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: 氦气 (>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。

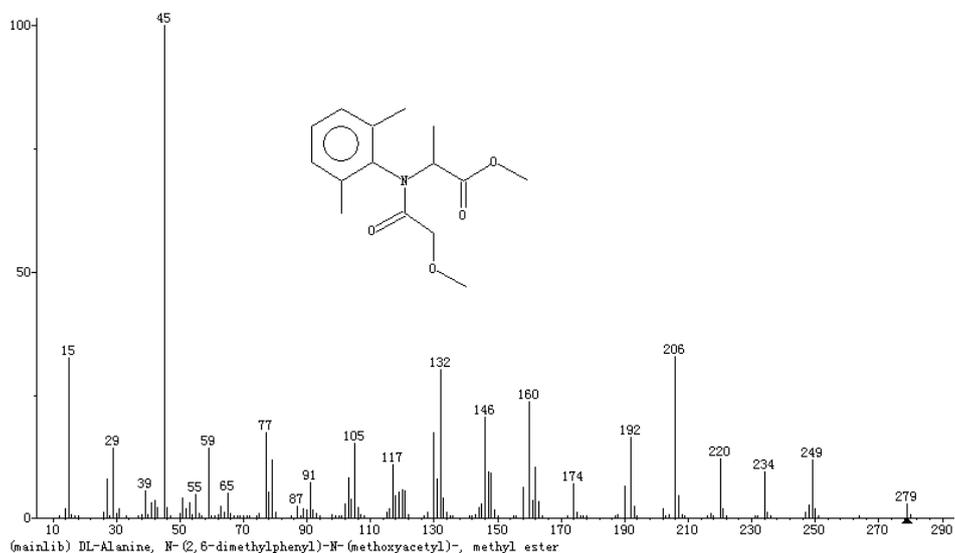


图 1 甲霜灵质谱图

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 $\mu\text{g/mL}$ ，相关系数 0.998。

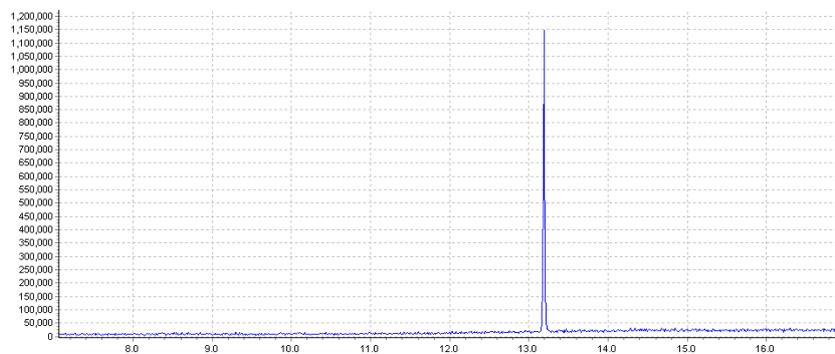


图 2 甲霜灵 SIM 总离子流图

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.