

蔬菜中克百威的 GC-MS 分析

北京东西分析仪器有限公司 北京 100049

摘要: 本文建立了 GC-MS 法分析蔬菜中的克百威的检测方法, 样品用丙酮: 石油醚=1: 4 超声萃取, 弱阳离子交换柱净化, 外标法定量, 回收率 80~102%, 最低检出限 0.3ug/kg。

关键词: 克百威, GC-MS, 外标法

克百威 (Carbofuran), 别名呋喃丹, 虫螨威, 属高毒杀虫剂克百威是广谱性杀虫剂, 具有触杀和胃毒作用。属氨基甲酸酯类农药^[1], 蔬菜中氨基甲酸酯类农药残留测定的国标法为毛细管气相色谱法-氮磷检测 (GC-NPD) 法^[2]。气相色谱质谱联用法 (GC-MS法) 可同时进行定量测定和进行阳性确证, 在农药检测领域应用越来越广泛。本文用自主研发的 GC-MS 3100 仪器, 对克百威进行检测, 推广了仪器的应用。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

仪器: 气质联用仪 (GC-MS 3100), 石英毛细管柱 (DB-5MS, 30m×0.25mm×0.25μm); 粉碎机, 旋转蒸发仪, 氮吹仪, 超声波仪。

试剂: 无水硫酸钠, 弗罗里硅土(140℃活化3 h), 丙酮、乙酸乙酯、石油醚(60℃~90℃), 氯化钠, 均为分析纯, 用前重蒸馏; 克百威标准品。

1.2 样品前处理

1.2.1 样品提取

称取15g捣碎匀浆样品置于250 ml碘量瓶中, 加100 ml丙酮: 石油醚= 1:4 溶液超声提取 18 min 过滤, 留滤液, 再向滤渣加入50 ml丙酮: 石油醚= 1:4, 2两次提取, 合并滤液待净化。

1.2.2 样品净化

用内径115 cm、长25~30 cm 的玻璃层析柱, 底端塞以经处理的脱脂棉。依次从下至上加入1 cm 的无水硫酸钠, 3 cm 的中心氧化铝, 2 cm 的无水硫酸钠, 加入试样提取液, 最后用丙酮: 石油醚= 1:4 溶液淋洗, 收集于烧瓶中, 在经旋转蒸发仪浓缩至2 ml, 最后以氮气流吹, 浓缩体积至1 ml, 供气质联用测定。

1.3 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，60秒打开分流阀，进样口温度：260℃，柱箱温度：80℃保持1min，以20℃/min升温至260℃，保持5min，进样量：1μL。

质谱条件：离子源：EI源，电子能量：70eV，离子源温度：250℃，**接口温度：270℃**；扫描范围：30~300amu，SIM扫描，定量离子：164，定性离子：149，164，221。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线的绘制

首先配制100mg/L克百威标准储备液，然后利用储备液配制0.5，1，2，5，10mg/L系列标准溶液，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标建立标准工作曲线，结果见图1。标准曲线线性相关性较好，曲线有代表性。

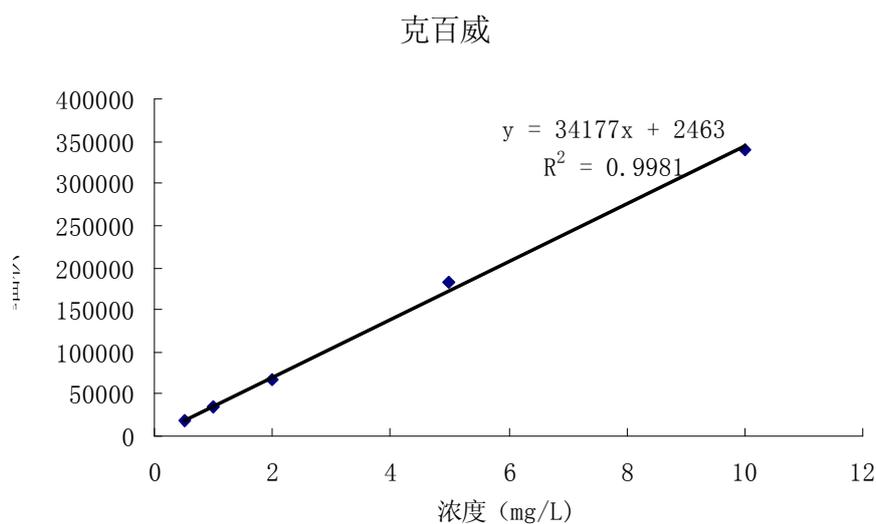


图1 克百威标准工作曲线

2.2 SIM方法的设定

图2 为克百威标准溶液采用全扫描获得的质谱图。在SIM扫描方式，选择2-3个有足够相对强度的离子碎片，用于定量测定和阳性确证。原则是，如果分子离子峰有足够的相对强度（一般大于50%），则首选分子离子峰；其次是基峰或者是相对强度较大的其它离子碎片^[3]。在此选取m/z 164 为定量离子，m/z 149、221为定性离子（如表1所示）。

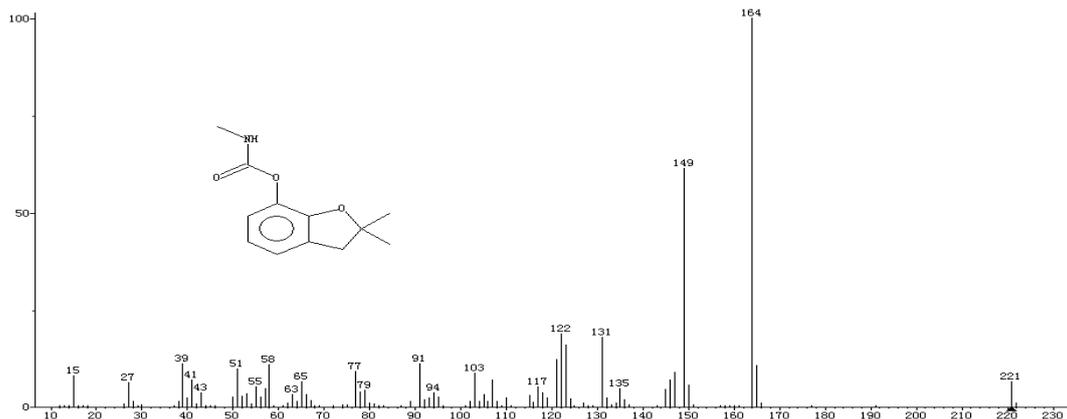


图2 克百威标准溶液质谱图

表1 克百威定性定量离子表

峰序号	农药名称	保留时间	定量离子	定性离子	相关系数
1	克百威	14.56	164	149、164、221	0.998

2.3 检测方法的精密度和准确度

本文对被测样本进行样品回收率实验及精密度实验，变异系数为 2.31%~5.36%，平均回收率为 89.9%~106%结果见表 2。回收率、精密度均在接受范围内。

表2 回收率和精密度实验结果

样品编号	本底值 mg/kg	加入量 mg/kg	实测值 mg/kg	平均回收率%	RSD%
1	0.012	0.05	0.065	106	3.63
2	0.030	0.16	0.178	92.5	2.31
3	0.00	1.00	0.899	89.9	5.36

3 结论

文章对应用国产气质联用对蔬菜中克百威的检测方法进行了探索。采用 SIM 离子扫描方式对克百威进行检测，外标法绘制标准曲线；并将克百威添加在蔬菜中，测定方法回收率及精密度，且都在接受范围之内，国产气质 GC-MS 3100 可用于蔬菜中克百威的测试。

参考文献:

- [1] 吴泽宜. 农药词汇 (第二版). 北京: 科学出版社, 1984. 30.
- [2] 中国标准出版社第一编辑室. 农药残留国家标准汇编. 北京: 中国标准出版社, 1999. 175.
- [3] 王建, 林秋萍, 雷郑莉, 等. 气相色谱-质谱法测定蔬菜中有机磷杀虫剂和克百威的残留量[J]. 分析实验室, 2002, 21 (2): 27-30.