

### 蔬菜中吡螨灵残留量的测定气相色谱 -质谱法

Determination of Residues of Pyridaben in Vegetables by Gas Chromatography-Mass Spectrometry Method

地方标准信息服务平台

2011 - 10 - 12 发布

2011 - 12 - 01 实施

---

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由山东省农业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：山东省农业环境保护总站。

本标准主要起草人：王洪涛、吴成、马金凤、许志强、赵志强、颜越、李少刚、张慧芳、陈平。

地方标准信息服务平台

## 蔬菜中哒螨灵残留量的测定 气相色谱-质谱法

### 1 范围

本标准规定了蔬菜中哒螨灵残留量气相色谱-质谱的测定方法。

本标准适用于蔬菜中哒螨灵残留量的测定。

本方法定量限为 0.05mg/kg。

### 2 原理

试样中哒螨灵用乙腈匀浆提取，提取液经过滤、浓缩后，采用固相萃取柱分离、净化，淋洗液经浓缩后，用气相色谱-质谱仪检测。采用保留时间和选择离子进行定性，外标法定量。

### 3 试剂和材料

本标准所使用的试剂除另有说明外，均为分析纯试剂。

- 3.1 乙腈：色谱纯。
- 3.2 丙酮：色谱纯。
- 3.3 甲苯。
- 3.4 乙腈-甲苯（3+1，体积比）：准确移取 300mL 乙腈与 100mL 甲苯混合均匀。
- 3.5 氯化钠：140℃烘烤 4h。
- 3.6 石墨炭黑-氨基串联固相萃取柱：石墨炭黑 500mg，氨基 500mg，柱容量 6mL。
- 3.7 铝箔。
- 3.8 有机滤膜：0.22μm。
- 3.9 哒螨灵标准品：纯度≥96%。
- 3.10 农药标准溶液配制：

准确称取一定量（精确至0.01mg）哒螨灵标准品（3.9），用丙酮做溶剂，配制成1000mg/L的标准储备液，贮存在-18℃以下冰箱中。准确吸取适量的标准储备液，用丙酮稀释配制成10mg/L的标准工作液(或购买有证标准储备溶液)。

### 4 仪器

- 4.1 气相色谱-质谱仪：配有电子轰击源（EI）。
- 4.2 天平：感量 0.01mg 和 0.1g。
- 4.3 食品加工机。
- 4.4 旋涡混合器。
- 4.5 匀浆机。
- 4.6 氮吹仪：氮气纯度≥99.9 %。

#### 4.7 旋转蒸发仪。

### 5 测定步骤

#### 5.1 标准曲线

分别吸取哒螨灵标准工作溶液(3.10) 0.05mL、0.10mL、0.20mL、0.50mL、1.00mL加入到10mL容量瓶中,用丙酮(3.2)稀释定容,此标准系列哒螨灵的浓度分别为:0.05mg/L、0.10mg/L、0.20mg/L、0.50mg/L、1.00mg/L。

#### 5.2 试样制备

取蔬菜可食部分,经缩分后,将其切碎,充分混匀放入食品加工机(4.3)粉碎,制成待测样,放入分装容器中于-18℃以下保存,备用。

#### 5.3 提取

准确称取25g试样(精确至0.1g)放入150mL烧杯中,加入50.0 mL乙腈(3.1),在匀浆机(4.5)中高速匀浆2min,用定量滤纸过滤,滤液收集到装有5g~7g氯化钠(3.5)的100mL具塞量筒中,收集滤液40mL~50mL,盖上塞子,剧烈震荡1min,在室温下静置10min,使乙腈相和水相分层。

#### 5.4 净化

从100 mL具塞量筒中吸取10.0mL乙腈相溶液,放入100mL烧杯中,将烧杯放在80℃水浴锅上加热,杯内缓缓通入氮气(4.6),蒸发近干,加入2.0mL乙腈-甲苯(3.4),盖上铝箔(3.7),备用。

将石墨炭黑-氨基串联固相萃取柱(3.6)用5.0 mL乙腈-甲苯(3.4)预淋洗,条件化,当溶剂液面到达柱吸附层表面时,立即倒入上述待净化溶液,用250mL圆底烧瓶收集洗脱液,2.0mL乙腈-甲苯(3.4)洗烧杯后过柱,并重复一次,用20mL乙腈-甲苯(3.4)洗刷烧杯后分次倒入柱子中。将盛有淋洗液的圆底烧瓶置于旋转蒸发仪(4.7)上,在水浴温度50℃条件下,旋转蒸发至近干,用丙酮(3.2)定容至1.0mL~5.0mL(具体定容体积视仪器灵敏度和样品哒螨灵残留量而定),在旋涡混合器(4.4)上混匀,用0.22μm滤膜(3.8)过滤,待测。

#### 5.5 测定

##### 5.5.1 色谱参考条件

##### 5.5.1.1 色谱柱

Rxi-5ms色谱柱,30m×250μm×0.25μm。

##### 5.5.1.2 温度

进样口温度,250℃。

柱温,80℃(保持1min) 20℃/min 290℃(保持6 min)。

##### 5.5.1.3 气体及流量

载气:氦气,纯度≥99.999%,流速为1.64 mL/min。

##### 5.5.1.4 进样方式及进样量

不分流进样，进样量 1.0 $\mu$ L。

### 5.5.2 质谱参考条件

- 5.5.2.1 离子源：电子轰击源（EI），电压为 70eV。  
 5.5.2.2 温度：离子源温度，200℃；接口温度，250℃。  
 5.5.2.3 溶剂延迟时间：6min。  
 5.5.2.4 调谐电压：0.86kV。

### 5.5.3 定性测定

进行样品测定时，如果检出的色谱峰的保留时间与哒螨灵相一致，并且在扣除背景后的样品质谱图中，所选择的离子均出现，而且所选择的离子丰度比与哒螨灵标准品的离子丰度比相一致（相对丰度 >50%，允许 $\pm$ 10%偏差；相对丰度 >20%~50%，允许 $\pm$ 15%偏差；相对丰度 >10%~20%，允许 $\pm$ 20%偏差；相对丰度  $\leq$ 10%，允许 $\pm$ 50%偏差），则可判断样品中存在哒螨灵。如果不能确证，应重新进样，以扫描方式（有足够灵敏度）或采用增加其他确证离子的方式或用其他灵敏度更高的分析仪器来确证。

哒螨灵保留时间约为 12.9min，扫描碎片离子为 147、117、132、148，其中 147 为定量离子。

### 5.5.4 定量测定

本方法采用外标法定量测定。为减少基质对定量测定的影响，用基质空白配制上机标准溶液（建议用与待测样品相同的基质配制），并且保证所测样品中哒螨灵的响应值均在仪器的线性范围内。本方法检测的哒螨灵标准物质 GC-MS 质谱图参见附录 A。

## 6 结果计算

试样中被测哒螨灵残留量以质量分数  $\omega$  计，单位以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（1）计算。

$$\omega = \frac{V_1 \times A \times V_3 \times V_5}{V_2 \times A_s \times m \times V_4} \times \rho \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho$ ——标准溶液中哒螨灵的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

$A$ ——样品溶液中哒螨灵的峰面积；

$A_s$ ——标准溶液中哒螨灵的峰面积；

$V_1$ ——提取溶剂总体积，单位为毫升（mL）；

$V_2$ ——吸取出用于检测的提取溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$V_3$ ——样品溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

$m$ ——试样的质量，单位为克（g）；

$V_4$ ——样品溶液进样体积，单位为微升（ $\mu$ L）；

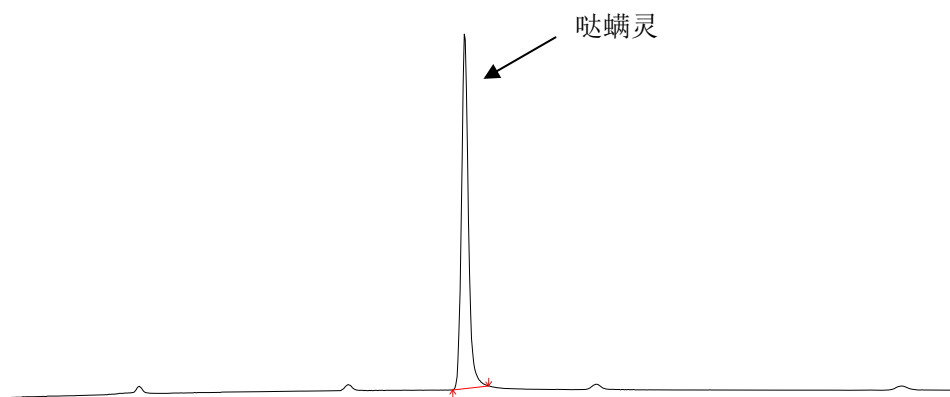
$V_5$ ——标准溶液进样体积，单位为微升（ $\mu$ L）；

计算结果保留两位有效数字，当结果大于 1 mg/kg 时保留三位有效数字。

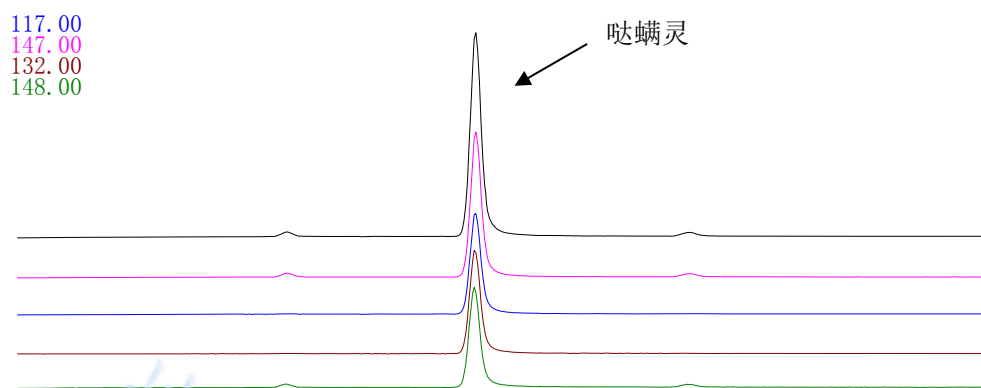
## 7 精密度

本方法精密度数据参见附录 B。

附录 A  
(资料性附录)  
哒螨灵标准物质 GC-MS 质谱图

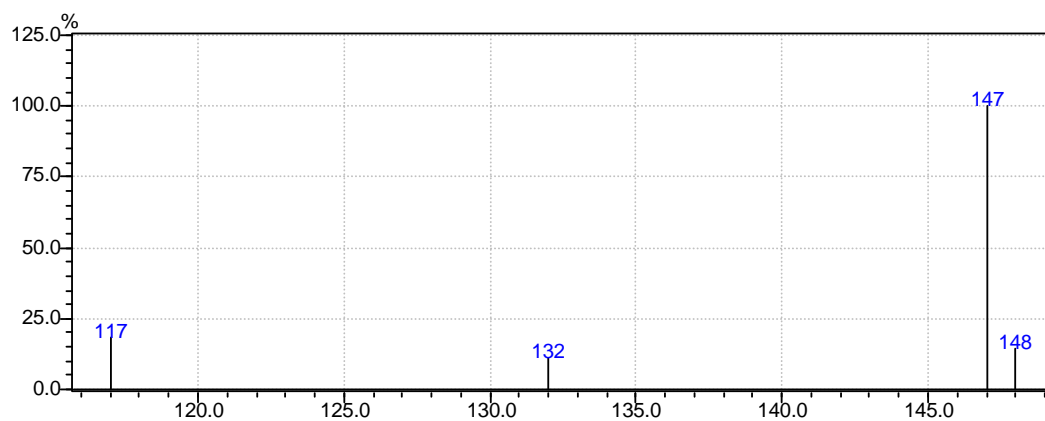


图A.1 哒螨灵总离子流图



图A.2 哒螨灵提取离子流图

地方标准信息服务平台



图A.3 哒螨灵质谱图

地方标准信息服务平台

附 录 B  
(资料性附录)  
3 种蔬菜中啞蝻灵精密度数据表

3种蔬菜中啞蝻灵精密度数据表，见表B.1。

表A.1 3 种蔬菜中啞蝻灵精密度数据表 单位：mg/kg

名称	含量	重复性限 r	再现性限 R
菠菜	0.05	0.0112	0.0116
	0.1	0.0209	0.0265
	0.5	0.0644	0.0658
豇豆	0.05	0.0123	0.0129
	0.1	0.0207	0.0268
	0.5	0.0708	0.0743
茄子	0.05	0.0131	0.0136
	0.1	0.0153	0.0167
	0.5	0.0733	0.0739

地方标准信息服务平台