

GCMS 法测定饮用水中扑草净含量

GCMS-138

摘要： 本文建立了气相色谱质谱联用仪检测饮用水中扑草净含量的方法。该方法在 0.0005-0.01 mg/L 范围内标准曲线的线性相关系数为 0.9998，峰面积重现性 RSD 为 3.332%，检出限为 0.0005 mg/L (3 倍信噪比)，加标回收率为 101.5%~103.0%。该方法样品处理简单，操作简便。可用于水中扑草净的检测。

关键词： 气相色谱质谱联用仪 饮用水扑草净

扑草净，英文名 prometryn，是均三氮苯类除草剂中的一种，属内吸选择性除草剂。结构图见图 1。

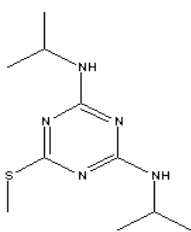


图 1 扑草净结构图

扑草净主要用于防除年生禾本科杂草及阔叶杂草，现有部分水产品养殖者用其防治池塘水草。因其在水中生物活性低且不易分解，因此测定水中的扑草净的含量非常重要。日本、法国、荷兰等国对蔬菜、水产品中扑草净的限量均有规定。肯定列表中花蛤中扑草净的限值为 0.01 mg/kg。

本文利用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱质谱联用仪对饮用水中的扑草净进行分析，检测线性范围宽，线性关系及重复性良好。

实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪

1.2 分析条件

GCMS 参数：

色谱柱：Rtx-5MS 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度：260℃

色谱柱温度：70℃ (1min) 25℃ /min 180℃ 5℃ /min 220℃ 15℃ /min 280℃ (3min)

载气：氦气

柱流量：1.0 mL/min

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

离子源温度：230℃

接口温度：280℃

采集方式：SIM 选择离子模式

定量离子 (m/z)：184；

定性离子 (m/z)：241、226、199

1.3 样品制备

量取 100 mL 水样，转移至 250 mL 分液漏斗中，分三次向其中加入 10 mL 二氯甲烷进行萃取，震荡 3 分钟，静止分层后，收集下层二氯甲烷液，合并后用氮气吹至近干，定容至 1 mL。取 1 μL 进行 GCMS 分析。

结果讨论

2.1 标准谱图

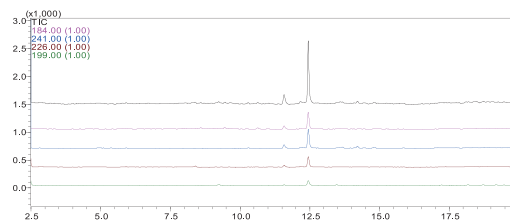


图 2 扑草净总离子流图

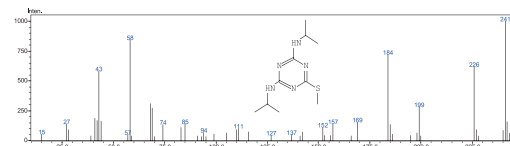


图 3 扑草净质谱图

2.2 标准曲线

配制浓度分别为 0.0005、0.001、0.002、0.01 mg/L 系列的扑草净标准工作液，以 SIM 方式采集，得到扑草净标准曲线如图 4 所示，线性关系为 0.9998。

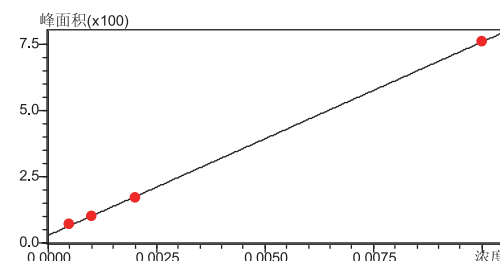


图 4 扑草净校准曲线

2.3 仪器重现性

取浓度为 0.002 mg/L 的扑草净标准工作液连续测定 6 次, 考察仪器精密度。结果见表 1。

No.	峰面积	保留时间(min)
1	168	12.439
2	173	12.439
3	171	12.439
4	173	12.439
5	167	12.437
6	165	12.437
平均值	169.5	12.438
RSD (%)	3.332	0.008

表 1 扑草净精密度测定结果

2.4 回收率测试

取两份自来水样各 100 mL, 将扑草净标准溶液添加于水样中, 添加浓度为 0.004 mg/L, 按上述方法进行分析, 考察方法回收率。两种水样均未检测出扑草净, 加标回收率测定结果见表 2。加标水样中扑草净的回收率分别为 101.5% 和 103.3%, 完全满足检测的要求。

表 2 回收率测定结果

样品名称	空白值 (mg/L)	测定值 (mg/L)	回收率 (%)
自来水 1	—	0.00406	101.50%
自来水 2	—	0.00412	103.00%

2.5 检测限

以 3 倍信噪比计算扑草净检测限为 0.0005mg/L。

结论

本文建立了气相色谱质谱联用仪检测饮用水中扑草净含量的测定方法。该方法在 0.0005-0.01 mg/L 范围内标准曲线的线性相关系数为 0.9998, 面积重现性 RSD 为 3.332%, 检出限为 0.0005 mg/L (3 倍信噪比), 加标回收率为 101.5%~103.0%。该方法样品处理简单, 操作简便。可用于水中扑草净的检测。