

# GCMS 法测定稻谷中二溴乙烷含量

## GCMS-151

**摘要：**本文采用气相色谱质谱联用仪，建立了测定稻谷中二溴乙烷含量的方法。在 0.1~1.4  $\mu\text{g/mL}$  的范围内建立标准曲线，相关系数为 0.998，对 0.2  $\mu\text{g/mL}$  浓度标液连续进样 6 次，测定峰面积的相对标准偏差分别为 1.67%，三种样品加标回收率平均值为 92.6%。本方法对二溴乙烷检出限为 0.0002  $\mu\text{g/L}$ 。本方法简单，操作性强，可用于稻谷中二溴乙烷含量的测定。

**关键词：**气相色谱质谱联用仪 稻谷 二溴乙烷

熏蒸剂又称熏蒸杀虫剂，是指在常温常压下容易成为蒸气而毒杀害虫和害菌的化学药剂。熏蒸剂通常适用于具有一定温度的密闭空间，如防治粮仓、货仓、库房、蔬菜暖房或车、船内的各种害虫、病菌。农业上用熏蒸种子、果树、苗木等的害虫，也用于土壤消毒。

按化学组分可将熏蒸剂分为卤化物（数量最多）、氰化物、磷化物及其他。主要品种有溴甲烷、四氯化碳、氯化苦、1, 2- 二氯乙烷、氰化氢、丙烯腈、磷化铝、

甲酸甲酯、环氧乙烷、萘和樟脑等。

二溴乙烷 (Ethylene dibromide) 是一种液体熏蒸剂，在国外广泛用来防治粮仓害虫。但由于二溴乙烷对人、畜毒性很大，且还是强致癌物质，目前已被禁止使用。因此，对于粮食中二溴乙烷的残留量检测显得尤为重要。

本文采用岛津 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱质谱联用仪，参考 GB/T5009.73-2003《粮食中二溴乙烷残留量的测定》建立了检测稻谷中二溴乙烷的分析方法。

## 实验部分

### 1.1 仪器

气质联用仪：GCMS-QP2010 Ultra

### 1.2 分析条件

GCMS 参数：

色谱柱：Rtx-5 MS, 30 m  $\times$  0.25 mm  $\times$  0.25  $\mu\text{m}$

进样口温度：250 $^{\circ}\text{C}$

载气：氦气

吹扫流量：3 mL/min

柱温程序：40 $^{\circ}\text{C}$  (5 min)\_15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_100 $^{\circ}\text{C}$  (1 min)\_

20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_280 $^{\circ}\text{C}$

载气控制模式：恒压

柱头压：49.5 kPa

柱流量：1.00 mL/min

进样方式：不分流进样

离子化方式：EI

离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$

接口温度：280 $^{\circ}\text{C}$

采集方式：SIM

## 样品制备

准确称取 25 g 试样（精确至 0.001 g）于 250 mL 具塞锥形瓶中，加 150 mL 丙酮-水溶液（5+1），密塞，摇匀，在 20~25 $^{\circ}\text{C}$  暗处浸泡 48 h。24 h 振摇一次。吸取 10.0 mL 上清液于 25 mL 具塞试管中，加 2 g 氯化钠，密塞，剧烈振摇 2 min，静置 30 min 以上，供 GCMS 分析。

## 结果与讨论

### 2.1 二溴乙烷标准溶液总离子流图

二溴乙烷标准溶液特征离子流图如图 1 所示，保留时间和特征离子见表 1。

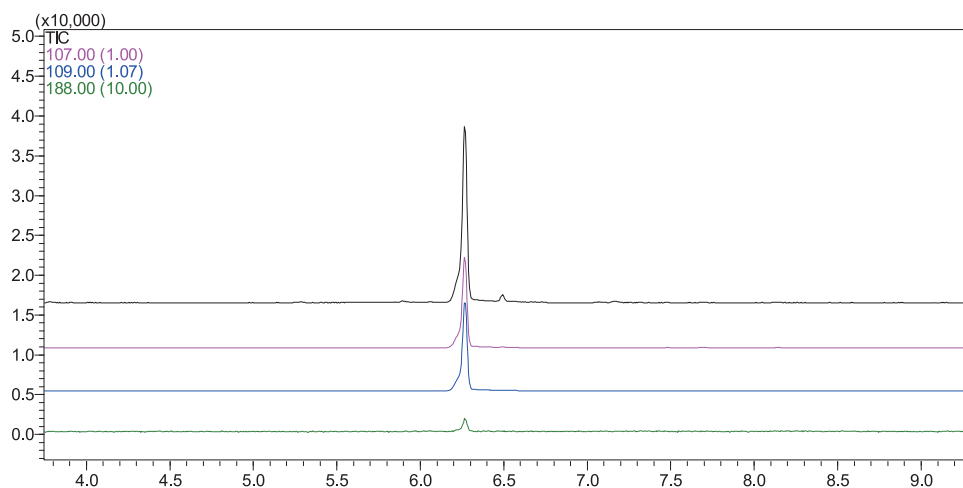


图 1. 二溴乙烷标准溶液(1.0  $\mu\text{g/mL}$ )的特征离子流图

表 1.二溴乙烷保留时间和特征离子

名称	英文名	CAS No.	保留时间(min)	定量离子	参考离子	参考离子
二溴乙烷	Ethylene dibromide	106-93-4	6.270	107	109	188

## 2.2 标准曲线

取二溴乙烷标准品溶液，配制浓度为 0.1、0.2、1.0、1.4  $\mu\text{g/mL}$  的系列标准溶液。其标准曲线如下所示。

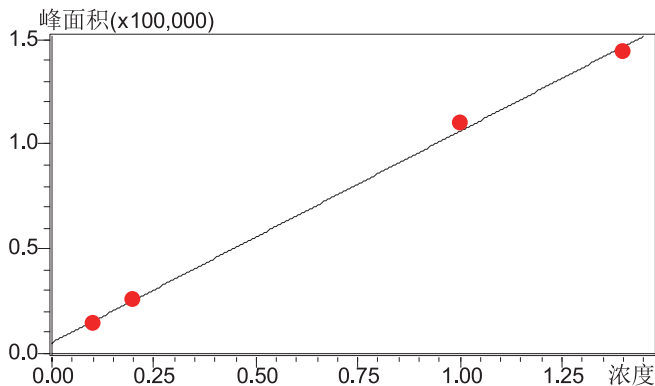


图 2. 二溴乙烷标准曲线( $R = 0.998$ )

## 2.3 检出限

根据 0.1  $\mu\text{g/mL}$  标准溶液数据，计算方法检出限（3 倍噪声计算）。二溴乙烷的检出限为 0.0002  $\mu\text{g/mL}$ 。

## 2.4 重复性测试

0.2  $\mu\text{g/mL}$  二溴乙烷标准溶液分别重复进样 6 针，保留时间及峰面积重复性结果结果见表 2。

表 2.面积重现性测试

No.	1	2	3	4	5	6	RSD (%)
峰面积	26345	26894	25786	26459	26890	26897	1.67
保留时间	6.272	6.272	6.272	6.271	6.270	6.265	0.04

## 2.5 回收率测试

将二溴乙烷标准溶液添加到三种稻谷样品中，按照样品前处理方法制备，样品最终加标浓度分别 0.6  $\mu\text{g/mL}$ 。稻谷样品测定结果及回收率见表 3。

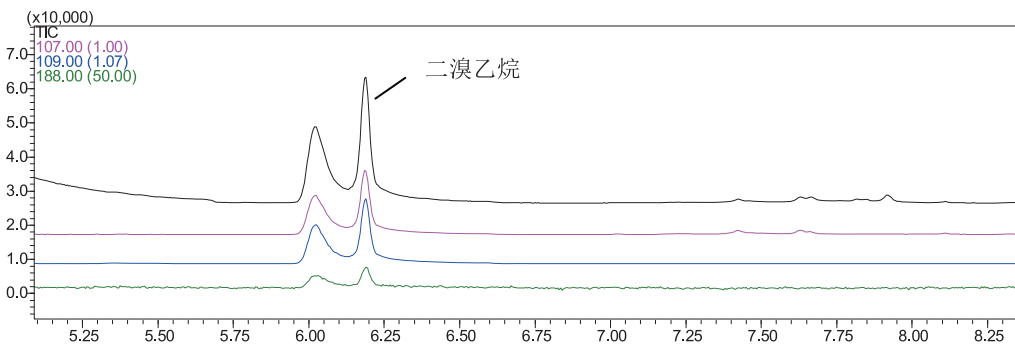


图 3. 稻谷中二溴乙烷加标谱图

表 3. 加标回收率

样品No.	加标浓度( $\mu\text{g/mL}$ )	检测浓度( $\mu\text{g/mL}$ )	回收率 (%)	回收率平均值(%)
1		0.573	95.5	
2	0.6	0.609	101.5	92.6
3		0.485	80.8	

## 结论

采用岛津公司气质联用仪 GCMS-QP2010 Ultra 对稻谷中二溴乙烷进行分析，方法操作简单，在 0.1~1.4  $\mu\text{g/mL}$  的范围内建立标准曲线，相关系数为 0.998，平行 6 次测定峰面积的相对标准偏差为 1.67%，加标回收率平均值为 92.6%，可以用于稻谷中的二溴乙烷的检测。