

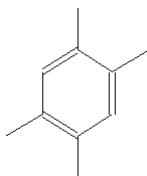
# GCMS 法测定白菜中杜烯含量

GCMS-174

**摘要:** 本文利用岛津 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱质谱联用仪, 建立了白菜中杜烯含量测定方法。该方法在 0.01~1  $\mu\text{g/mL}$  浓度范围内, 杜烯的标准曲线线性关系良好, 相关系数  $r$  为 0.999, 且峰面积重复性良好, 0.1  $\mu\text{g/mL}$  杜烯标准溶液连续 6 针进样, 峰面积的 RSD 为 2.31%, 检出限为 0.0007  $\mu\text{g/mL}$  (3 倍信噪比), 加标回收率平均值为 79.75%。该方法操作简单, 可用于白菜中杜烯含量的测定。

**关键词:** 气相色谱质谱联用仪 白菜 杜烯

杜烯, 中文名称: 1, 2, 4, 5-四甲基苯; 英文名称: Durene。CAS NO: 95-93-2。结构式为:



杜烯是重要的精细化工原料, 用于生产聚酰亚胺树脂、染料、增塑剂、表面活性剂等。杜烯经氧化后得到的均苯四甲酸酐与二胺类化合物聚合可制成耐高温、绝缘性能好的聚酰亚胺工程塑料, 它是微电子、航天及军工等高科技工业的重要材料。杜烯也可作为原料用于农药如甲萘威及邻苯二甲酸酯类增塑剂的合成。在检测标准 SN/T0604-1996《出口蔬菜中杜烯残留量检测方法》中提出了杜烯的检测, 本文结合上述标准及相关文献, 建立了白菜中杜烯的残留量分析方法。

## 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: Rxi-5 Sil, 30 m  $\times$  0.25 mm  $\times$  0.25  $\mu\text{m}$

进样口温度: 220 $^{\circ}\text{C}$

载气: 氦气

吹扫流量: 3 mL/min

柱温程序: 40 $^{\circ}\text{C}$  (1 min)\_10 $^{\circ}\text{C}$  /min\_80 $^{\circ}\text{C}$  \_  
30 $^{\circ}\text{C}$  /min\_220 $^{\circ}\text{C}$  (10 min)

载气控制模式: 恒压

柱头压: 63.9 kPa

柱流量: 1.20 mL/min

进样方式: 不分流进样

离子化方式: EI

离子源温度: 200 $^{\circ}\text{C}$

接口温度: 280 $^{\circ}\text{C}$

采集方式: SIM

### 1.3 样品前处理

#### 1.3.1 试样制备

称取 5 g (精确至 0.001) 已粉碎样品置于添加了少量氯化钠的 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 乙腈, 涡旋混合 2 min, 将离心管于离心机以 3000 r/min 离心 5 min, 吸取上层提取液于 250 mL 鸡心瓶中, 重复上述操作, 分别以 5 mL 乙腈提取 2 次, 合并提取液, 于 40 $^{\circ}\text{C}$  下减压旋蒸至近干, 加入 2 mL 正己烷, 溶解残渣, 待用。

#### 1.3.2 活化

PT- 弗罗里硅土吸附型小柱依次用 4 mL 正己烷、4 mL 正己烷-乙醚 (2+1)、2 mL 正己烷淋洗。

#### 1.3.3 净化

将提取液移入已处理过的弗罗里硅土小柱, 用 10 mL 正己烷洗脱, 正己烷-乙醚 (2+1) 5 mL 洗脱, 氮气吹干, 正己烷定容至 1.0 mL 备用。

## 实验结果

### 2.1 标准谱图及化合物信息

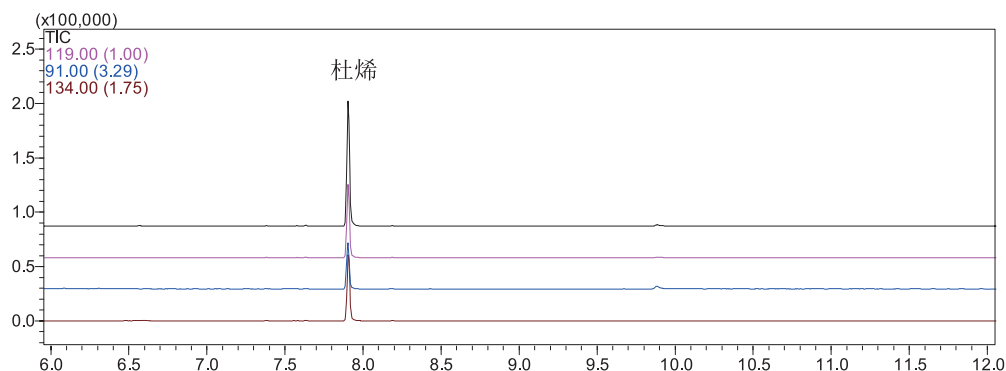


图1 杜烯标准溶液谱图(0.2 µg/mL)

表1 杜烯化合物信息

No.	组分名称	中文名	英文名	CAS号
1	杜烯	1, 2, 4, 5-四甲基苯	Durene	95-93-2

### 2.2 标准曲线

使用正己烷配制杜烯标准溶液，浓度分别为 0.01、0.02、0.05、0.1、0.2、0.5、1 µg/mL。杜烯标准曲线如图 2 所示。

### 2.3 检出限及重复性

根据 0.1 µg/mL 杜烯标准溶液平行 6 针进样数据，计算方法检出限（3 倍噪声）以及仪器重复性。杜烯检出限见表 2，重复性谱图见图 3，数据见表 3。

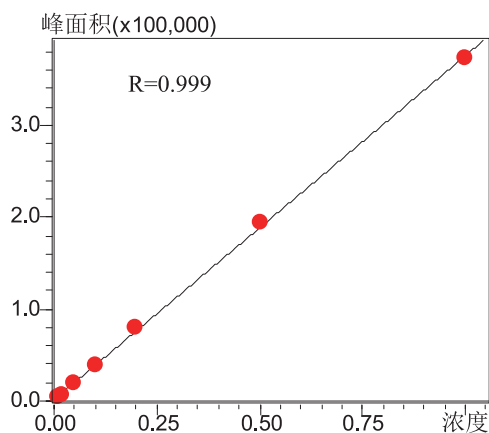


图2 杜烯标准曲线

表2 杜烯检出限

No.	组分名称	相关系数	检出限(µg/mL)
1	杜烯	0.999	0.0007

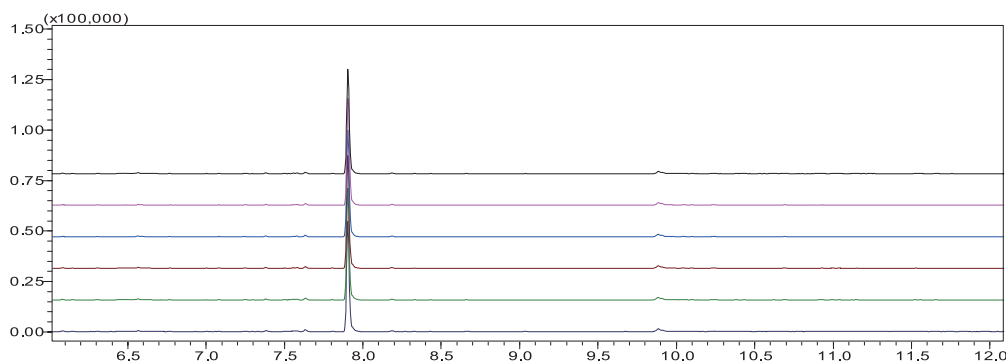


图3 0.1 µg/mL杜烯标准品重复性谱图

表3 重复性结果

组分浓度( $\mu\text{g/mL}$ )	峰面积	RSD%
0.1	36707	2.31
	37402	
	37796	
	38567	
	38741	
	38969	

#### 2.4 样品测试结果及回收率

白菜样品色谱图见图4, 样品中未检出杜烯。将杜烯标准溶液添加到白菜样品中, 按照样品前处理方法制备, 样品最终加标浓度分别为 0.030 mg/kg 和 0.050 mg/kg。白菜样品测定结果及回收率见表4。

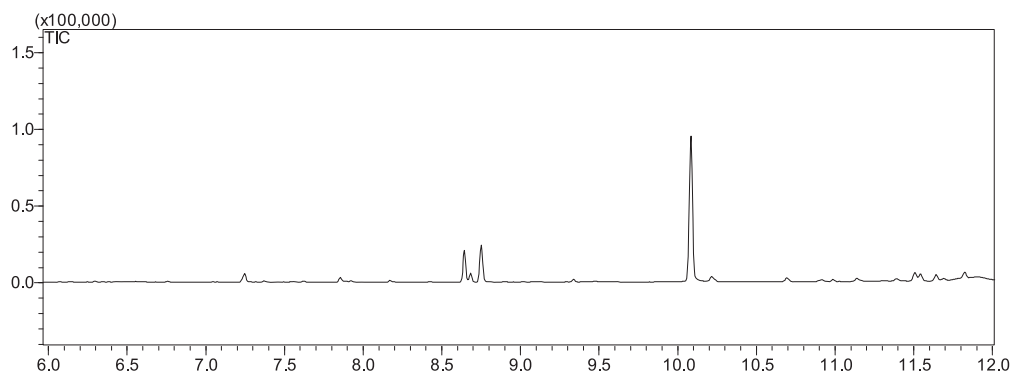


图4 白菜样品色谱图

表4 白菜样品测定结果和回收率

No.	加标浓度(mg/kg)	检测浓度(mg/kg)	回收率(%)	回收率平均值(%)
1	0.030	0.024	80	79.75
2	0.030	0.025	83	
3	0.050	0.035	70	
4	0.050	0.043	86	

## 结论

采用岛津公司气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2010 Ultra 分析白菜中杜烯含量, 在 0.01~1  $\mu\text{g/mL}$  浓度范围内标准曲线线性良好, 检出限为 0.0007  $\mu\text{g/mL}$ (3 倍信噪比), 加标回收率为 79.75%。本方法可用于白菜中杜烯含量的检测。