

气相色谱法测定稻谷中恶草酮含量

GC-049

摘要：本文利用岛津 GC-2010 Plus 气相色谱仪，建立了稻谷中恶草酮含量测定方法。该方法在 0.005~0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内标准曲线线性关系良好，相关系数 r 为 0.999，且面积重复性良好，0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 恶草酮峰面积 RSD 为 2.19%，检出限为 0.0003 $\mu\text{g}/\text{mL}$ （3 倍信噪比），加标回收率平均值为 82.5%。该方法操作简单，可用于稻米中恶草酮含量的测定。

关键词：气相色谱仪 稻米 恶草酮

目前，除草剂在农业生产中应用已十分广泛，但在农业环境及产品中的残留对食品的安全性造成一定的危害。恶草酮是法国罗纳公司于 1963 年研制的有机杂环类除草剂，该产品是触杀型选择性芽前、芽后除草剂，主要通过杂草幼芽和茎叶吸收而起作用，在有光的条件下能发挥良好的杀草活性。对萌发期的杂草效果最好，随着杂草长大而效果下降，对成株杂草基本无效。主要用于稻田除草，也常用于花生、大豆、棉花、马铃薯、甘蔗、茶园、果园、芦笋田等防除一年生禾本科和阔叶杂草。

我国对各种谷物中恶草酮的使用限量略有不同，糙米中恶草酮的最大残留限量是 0.05 mg/kg ，花生及棉籽中恶草酮的最大残留限量是 0.1 mg/kg 。美国规定其在大米中的最大残留量为 0.05 mg/kg ，德国规定水果中 MRL 值（农药最高残留限量）是 0.05 mg/kg 。

本文采用岛津 GC-2010 Plus 气相色谱仪，参考 GB/T5009.180-2003《稻谷、花生仁中恶草酮残留量的测定》建立了检测稻谷中恶草酮的分析方法。该方法简单、快速、定量效果好，完全满足国家对稻谷中恶草酮残留量测定的要求。

实验部分

1.1 仪器配置

GC-2010 Plus 气相色谱仪

1.2 实验条件

GC 参数：

进样口温度：230 $^{\circ}\text{C}$

进样量：1 μL

进样方式：无分流进样

进样时间：1 min

载气：氮气

载气控制模式：恒压

柱压：100 kPa

色谱柱：Rtx-1, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

柱温：60 $^{\circ}\text{C}$ (1 min)_30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _240 $^{\circ}\text{C}$ (10 min)

检测器：ECD

检测器温度：250 $^{\circ}\text{C}$

电流：1.0 nA

尾吹气：30 mL/min

1.3 样品前处理

1.3.1 试样制备

称取 5 g（精确至 0.0001）已粉碎样品置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 丙酮，超声提取 10 min，将上清液移入 25 mL 容量瓶中，重复提取一次，用丙酮定容至 25 mL，取 1 mL 提取液，氮气吹干，2 mL 正己烷溶解。

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

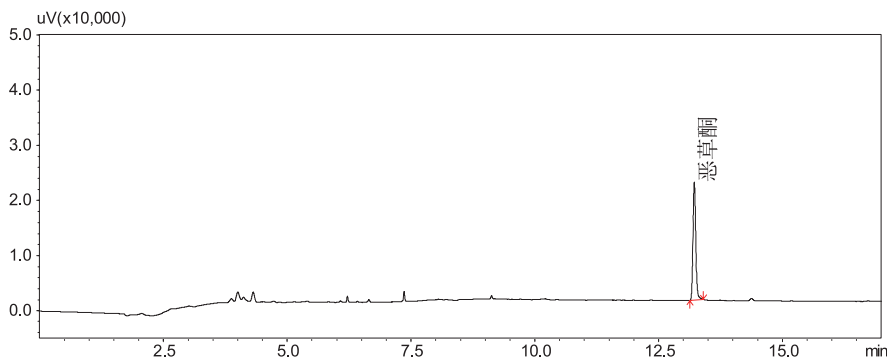


图1 恶草酮标准溶液谱图 (0.04 µg/mL)

2.2 标准曲线

使用正己烷配制恶草酮标准溶液，浓度分别为 0.005、0.01、0.02、0.04、0.06、0.1 µg/mL。恶草酮标准曲线如图 2 所示。

2.3 检出限及重复性

根据 0.01 µg/mL 恶草酮标准溶液平行 6 针进样数据，计算方法检出限（3 倍噪声）以及仪器重复性。恶草酮检出限见表 1，重复性见表 2。

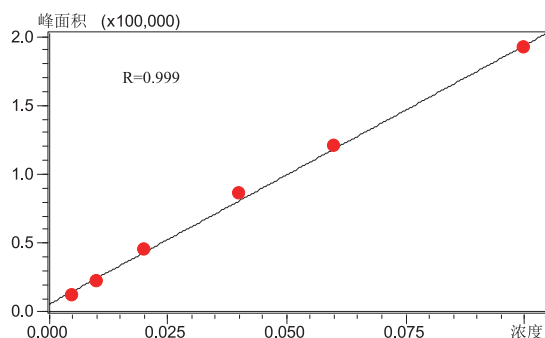


图2 恶草酮标准曲线

表1 恶草酮检出限

组分名称	英文名	CAS No.	相关系数	检出限 (µg/mL)
恶草酮	Oxadiazon	19666-30-9	0.999	0.0003

表2 恶草酮重复性

组分浓度 (µg/mL)	峰面积均值	RSD%	保留时间均值	RSD%
0.01	23925	2.19	13.221	0.004

2.4 样品测试结果及回收率

将恶草酮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 0.04 µg/mL。稻谷样品测定结果及回收率见表 3。

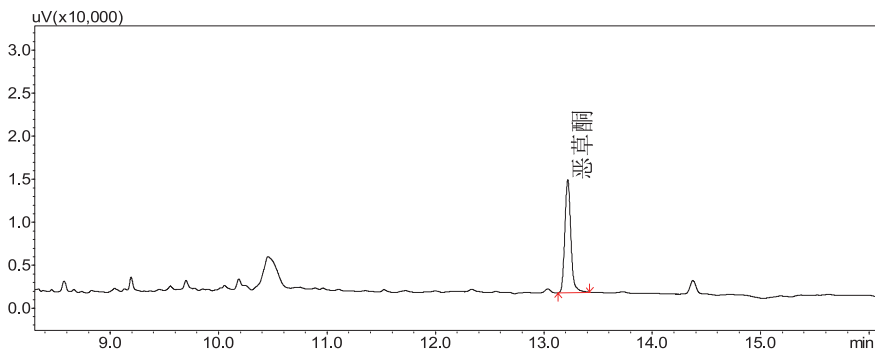


图3 稻谷样品加标色谱图

表3 稻谷样品测定结果和回收率

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	0.04	0.033	82.5	
2	0.04	0.032	80.0	82.5
3	0.04	0.034	85.0	

■ 结论

采用岛津公司气相色谱仪 GC-2010 Plus 分析稻米中恶草酮含量, 在 0.005~0.1 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内标准曲线线性良好, 检出限为 0.0003 $\mu\text{g/mL}$ (3 倍信噪比), 加标回收率为 82.5%。本方法可用于稻米中恶草酮含量的检测。