

# 气相色谱/质谱法测定环境毒饵中溴敌隆

马洪香<sup>1</sup>, 于连贵<sup>2</sup>

(1. 九台市环境保护监测站, 吉林 九台 130500 2. 长春市环境监测中心站, 吉林 长春 130022)

**摘要:** 采用气相色谱/质谱联用法测定环境毒饵中溴敌隆, 优化了试验条件。方法在 0 mg/L~10.0 mg/L 范围内线性良好, 检出限为 0.01 mg/kg, 标准溶液测定的相对标准偏差为 2.2%~4.6%, 样品加标回收率为 92.5%~96.3%。

**关键词:** 溴敌隆; 气相色谱/质谱法; 环境毒饵

中图分类号: O657.7<sup>+</sup>1 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2009)01-0036-02

## Bromadiolone Determination in Environmental Poisonous Bait by GC/MS

MA Hong-xiang<sup>1</sup>, YU Lian-gui<sup>2</sup>

(1. Jiutai Environmental Monitoring Station, Jiutai, Jilin 130500, China;

2. Changchun Environmental Monitoring Station, Changchun, Jilin 130022, China)

**Abstract** The method was established for the bromadiolone determination in environmental poisonous baits by GC/MS. The experimental conditions were optimized to produce the following results: good linearity in the range from 0 mg/L to 10.0 mg/L, the detection limits 0.01 mg/kg, the RSD of standard solution 2.2%~4.6%, the recoveries of samples 92.5%~96.3%.

**Key words** Bromadiolone; GC/MS; Environmental poisonous bait

溴敌隆 (Bromadiolone) 俗称乐万通, 是一种常用的灭鼠药物及第二代抗凝血剂, 在国内外广泛应用。溴敌隆对鱼类、水生昆虫等水生生物具有中等毒性, 管理不当会带来环境污染。目前溴敌隆的测定方法主要有液相色谱法<sup>[1-3]</sup>、气相色谱法<sup>[4-6]</sup>、薄层色谱法<sup>[7-8]</sup>等。今采用气相色谱/质谱法 (GC/MS) 测定环境毒饵中溴敌隆, 方法准确度高, 结果令人满意。

### 1 试验

#### 1.1 主要仪器与试剂

Auto System XL-Turbo Mass 气相色谱/质谱联用仪, 美国 PE 公司; KQ-1000 型超声波仪, 昆山市超声仪器有限公司; Turbo Vap II 型氮吹仪浓缩器, 美国 Zymark 公司。

1 000 mg/L 溴敌隆标准溶液; 无水乙醇, 优级纯。

#### 1.2 样品预处理

取毒饵玉米适量, 用粉碎机粉碎至 20 目后称

取 20 g 于 250 mL 三角烧杯中, 加入 100 mL 无水乙醇, 充分浸泡振摇 3 min, 超声处理 30 min 后过滤。同样操作重复 3 次, 合并滤液, 用氮吹仪浓缩至 1 mL, 待 GC/MS 测定。

#### 1.3 GC/MS 条件

色谱条件: 色谱柱为 PE-5MS 型石英毛细管柱 (60 m × 0.25 mm × 0.25 μm); 初始柱温 100 °C, 保持 5 min, 以 10 °C/min 升至 200 °C, 保持 5 min, 再以 10 °C/min 升至 300 °C, 保持 30 min; 进样口温度 300 °C; 载气为 He 气, 流量 1 mL/min; 传输线温度 250 °C。

质谱条件: 电子轰击源 (EI), 电子轰击能量 70 eV; 离子源温度 200 °C; 电子倍增器电压 600 V; 全扫描方式, 扫描原子质量范围 33 u~600 u; 溶剂延迟 3 min; 进样体积 1 μL; 分流进样, 分流比 20:1。

收稿日期: 2008-09-09 修订日期: 2008-11-04

作者简介: 马洪香 (1971-), 女, 吉林九台人, 工程师, 中专, 从事环境分析与管理工作。

## 1.4 样品测定

处理后的样品经 GC/MS 广谱全扫描, 对照 Nist 标准谱库检索, 以溴敌隆单离子峰 ( $m/z = 258$ ) 和保留时间 (8.915 min) 定性, 以样品单离子峰 ( $m/z = 258$ ) 峰面积与标准单离子峰峰面积比较定量。

## 2 结果与讨论

### 2.1 定性选择

将 10.0 mg/L 溴敌隆标准溶液 1  $\mu$ L 注入 GC/MS 仪, 以溴敌隆单离子峰 ( $m/z = 258$ ) 和保留时间 (8.915 min) 定性。溴敌隆标准质谱峰见图 1。

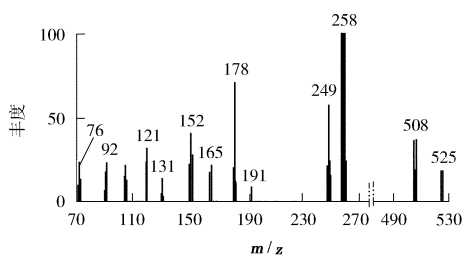


图 1 溴敌隆标准质谱峰

### 2.2 溶剂选择

考察了乙酸乙酯、丙酮、苯、无水乙醇等不同溶剂的萃取效果, 回收率分别为 76.1%、89.8%、82.5%、92.5% ~ 96.3%, 故该试验选择无水乙醇为萃取溶剂。

### 2.3 标准曲线

配制 0 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L、6.00 mg/L、8.00 mg/L、10.0 mg/L 溴敌隆标准溶液系列, 用该方法测定, 以质量浓度为横坐标、峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 回归方程为  $y = 1.43 \times 10^5 x - 4.38 \times 10^3$ , 相关系数  $r = 0.999$ 。

### 2.4 方法检出限

以信噪比  $SN = 3$  计算方法检出限为 0.01 mg/kg (按取样 20 g 萃取液浓缩至 1 mL, 进样体积 1  $\mu$ L 计)。

### 2.5 精密度试验

用该方法重复测定 2.00 mg/L、4.00 mg/L、6.00 mg/L、8.00 mg/L 溴敌隆标准溶液, 结果见表 1。

### 2.6 样品测定与加标回收试验

用该方法测定玉米与小麦中的溴敌隆, 同时作加标回收试验, 结果见表 2。

表 1 精密度试验结果 ( $n = 6$ )

标液值 $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	2.00	4.00	6.00	8.00
测定值范围 $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	1.92 ~ 2.14	3.94 ~ 4.12	5.89 ~ 6.13	8.04 ~ 8.20
测定均值 $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	2.05	4.08	6.02	8.08
RSD / %	2.2	4.5	3.2	4.6

表 2 样品测定与加标回收试验结果 ( $n = 6$ )

样品	测定值	加标量	加标后测定均值	回收率 / %
	$\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	$\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	$\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	
玉米 1	—	2.00	1.89	94.5
玉米 2	—	5.00	4.81	96.2
玉米 3	—	10.0	9.63	96.3
小麦 1	—	2.00	1.85	92.5
小麦 2	—	5.00	4.67	93.4
小麦 3	—	10.0	9.52	95.2

## 3 结语

采用无水乙醇萃取、气相色谱-质谱法测定环境毒饵中的溴敌隆, 方法灵敏度高, 操作简便, 杂质峰少, 精密度与准确度均符合要求。

### [参考文献]

- [1] 方赤光, 刘思洁, 李青, 等. 液相色谱法同时测定中毒样品中杀鼠灵、溴敌隆、大隆的含量 [J]. 中国卫生检验杂志, 2007 (6): 991-992, 998.
- [2] 方赤光, 李青, 常新, 等. 高速分散液相色谱法测定毒饵中的溴敌隆 [J]. 中国媒介生物学及控制杂志, 1995 (3): 193-194.
- [3] 康长安, 何娟, 杨柳, 等. 色谱、光谱及联用技术在多农药残留检测中的应用 [J]. 环境监测管理与技术, 2007, 19 (4): 9-14.
- [4] 余新民. 气相色谱法测定杀鼠灵灭鼠毒饵中杀鼠灵的含量 [J]. 农药, 1989 (3): 21-22.
- [5] 赖秀云. 气相色谱法测定食品中的溴敌隆 [J]. 预防医学情报杂志, 2004 (3): 348-349.
- [6] 陈国飞. 气相色谱法测定食物中溴敌隆 [J]. 浙江预防医学, 2003 (4): 78.
- [7] 陈锋, 王宏光, 陈军. 薄层色谱-紫外分光光度法测定溴敌隆乳油中的有效成份 [J]. 分析实验室, 2001 (2): 39-40.
- [8] 李青, 方赤光, 常新. 薄层色谱法快速测定毒饵中的溴敌隆 [J]. 中国公共卫生, 1993 (11): 523.

本栏目责任编辑 姚朝英