

高效液相色谱和气相色谱/质谱法测定水中甲萘威方法对比

代凤林 李金辉 冯芳敏 杨延璞

青海金云环境科技有限公司

DOI:10.12238/as.v3i4.1889

[摘要] 本文通过气相色谱/质谱法和液相色谱对甲萘威项目的测定进行对比,为建立甲萘威高校测定方法提供依据。通过两种方法检测可得,气相色谱/质谱法: MDL为0.065ug/L; RSD%≤0.2%; 加标回收率109%。液相色谱法: MDL为0.20ug/L; RSD%≤2.7%; 加标回收率90%。本实验结果表明: 气相色谱/质谱法测定甲萘威精密度和准确度高,且前处理过程简单方便,适用于水质甲萘威的检测。

[关键词] GC/MS; HPLC; 甲萘威

中图分类号: V448.15+1 **文献标识码:** A

甲萘威(西维因)作为一种广泛使用的杀虫剂,其化学性质稳定但对于生物具有致癌性^[1]。因此国家加大对水体中甲萘威含量的测定,以便实时监测,因此开发简捷高效的测定方法尤为重要。采用液相色谱和气相色谱/质谱法检测甲萘威主要采用固相萃取前处理方法,对试验设备要求较高,本研究通过采用HPLC和气相色谱/质谱法液液萃取测定水中甲萘威含量^[2-3],比较两种方法的特性,旨在检测具有简捷方便、灵敏度高、经济效益高的甲萘威检测方法。

1 检测部分

1.1 主要使用仪器

Agilent1260 II型HPLC(安捷伦)、

Agilent7890B-5977B GC/MS(安捷伦)、MTN-5800氮吹浓缩装置(天津奥特赛恩斯)、YKD-06垂直振荡仪(长沙永乐康仪器)。

1.2 涉及试剂

甲醇中的甲萘威(西维因)、二氯甲烷、甲醇(CNW)。

1.3 标准曲线的配制

配制甲萘威标准工作液,使其浓度为50、100、150、200、250、300、500ug/L(GC/MS); 配制甲萘威标准工作溶液,浓度点为0、0.10、0.20、0.50、1.0、2.0、5.0、10.0mg/L的标准曲线(HPLC)。

1.4 仪器条件

1.4.1 气相色谱条件
程序升温: 40℃(保持0.5min), 20℃/min速率升至300℃(保持2.0min)

进样口温度: 260℃ 传输线温度: 250℃ 离子源温度: 230℃

四级杆温度: 150℃ 扫描模式: SIM 质量范围: 50-550amu

进样体积: 1.0 μL 柱流量:

1.0mL/min

1.4.2 HPLC条件

柱温: 25℃; 柱流量: 1.0mL/min; 检测波长: λ=280nm; 流动相: 甲醇和水=60:40。

1.5 样品前处理

1.5.1 GC/MS前处理

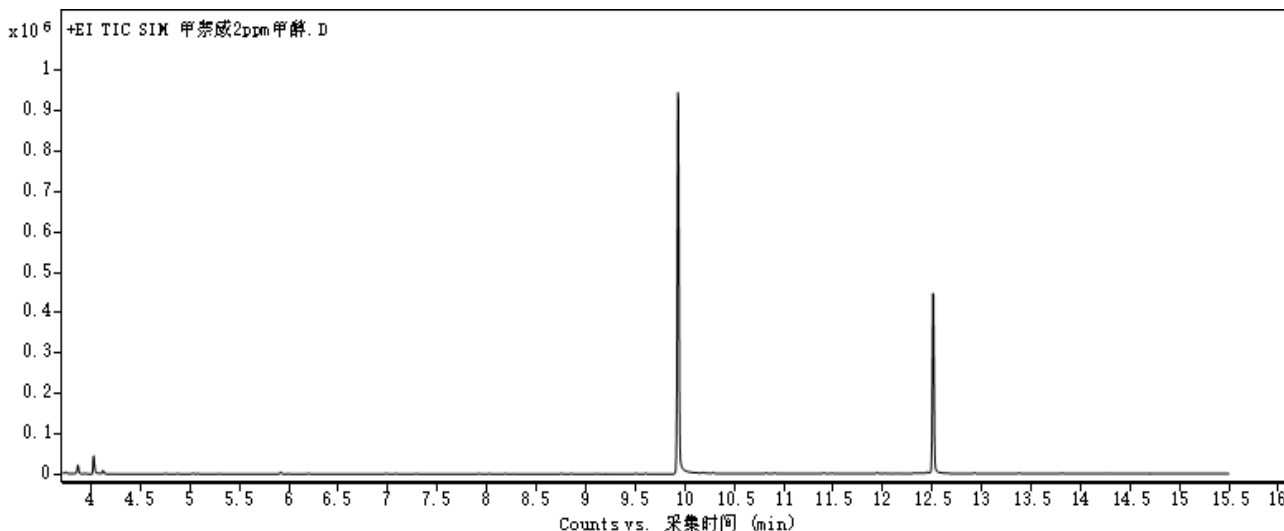


图1 甲萘威2.0mg/L GC/MS图

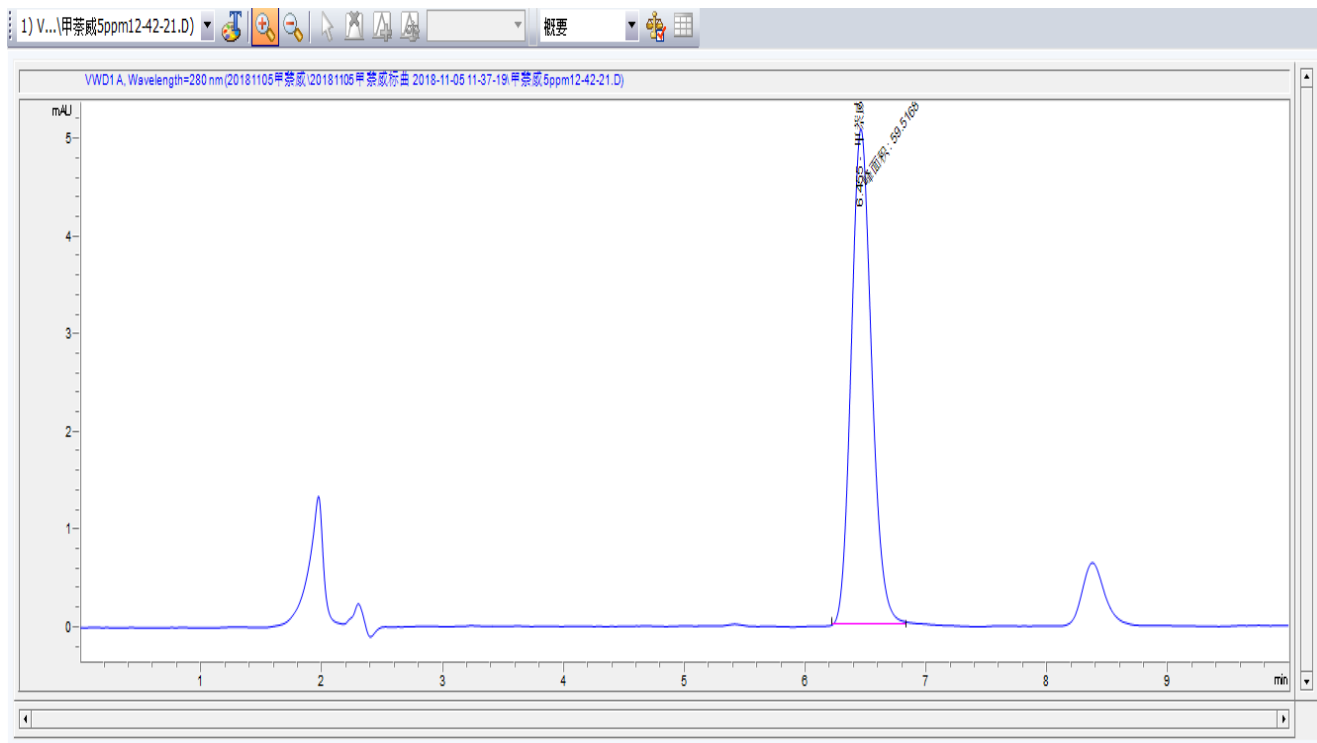


图2 甲萘威 5.0mg/L HPLC 图

水样500.0mL,加入30.0mL二氯甲烷萃取,有机相氮吹浓缩至1.0mL,用无水硫酸钠脱水后,供测试用。

1.5.2 HPLC前处理

水样全部经0.45μm的水洗滤膜过滤,置于100mL分液漏斗中,缓慢加入15mL二氯甲烷,振荡萃取,每次振摇约5min,反复萃取两次,静置分层合并有机相至氮吹浓缩瓶中。氮吹浓缩至0.5ml左右,加入甲醇转溶剂,定容至1.0ml,上机测定。

2 结果与分析

2.1总离子流图

2.2校准曲线

横坐标为浓度值(mg/L),纵坐标为响应值,绘制标准曲线。MDL为7次空白加标试验标准偏差乘以t值(t=3.143)。(见表1)

2.3精密度、准确度

GC/MS测定0.15mg/L的标准溶液,HPLC测定0.2mg/L浓度的标准物质,测定6次分别计算RSD。在样品中进行加

表1 线性回归方程、R值和MDL

物质名称	线性方程		相关系数		检出限(ug/L)	
	GC/MS	HPLC	GC/MS	HPLC	GC/MS	HPLC
甲萘威	Y=0.354696X+0.894740	Y=12.62390X-0.56088	0.9998	0.9995	0.065	0.20

表2 精密度、准确度

物质名称	RSD%		加标值(mg/L)		加标回收率%	
	GC/MS	HPLC	GC/MS	HPLC	GC/MS	HPLC
甲萘威	0.2	2.7	0.1	1.0	109	90

标试验,测定其加标回收率,GC/MS测定0.1mg/L,HPLC测定为1.0 mg/L的标准物质,计算准确度。详见表2。

2.4实际样品测定

用两种方法分别对公司自来水、实验室up水、青海某河流地表水萃取测定,测得甲萘威均未检出。

3 结论

不同方法检测甲萘威,检测结果表明:GC/MS检出限低,精密度高,准确度高,更适用于水中甲萘威的测定。依据上述结论,结合目前环境标准方法中无甲萘威方法标准,旨在为加快甲萘威国

标方法的建立提供理论依据。

[参考文献]

[1]胡洁,王以燕,许建宁.农药致癌性的研究进展[J].农药,2009,48(10):708-711+717.
 [2]张明,唐访良,徐建芬,等.超高效液相色谱-串联质谱法快速测定地表水中联苯胺、苦味酸、甲萘威、阿特拉津和溴氰菊酯[J].色谱,2018,36(09):866-872.
 [3]许百环.固相萃取-高效液相色谱法同时测定水中甲萘威、阿特拉津和苯并[a]芘[J].福建分析测试,2017,26(02):14-18.