

气相色谱和高效液相色谱测定水中溴氰菊酯方法对比

冯芳敏 朱聪玲 冀永顺 陆昊

青海金云环境科技有限公司

DOI:10.32629/as.v2i2.1558

[摘要] 本文通过对比溴氰菊酯气相色谱和液相色谱两种检测方法,旨在建立精准检测方法。气相色谱法:方法检出限,0.15 $\mu\text{g/L}$; RSD% $\leq 0.6\%$; 加标回收率 101%。液相色谱法:方法检出限,0.20 $\mu\text{g/L}$; RSD% $\leq 1.8\%$; 加标回收率 87%。本实验结果表明气相色谱法精密度和准确度较高,适用于水质溴氰菊酯的检测。

[关键词] 气相色谱法; 高效液相色谱法; 溴氰菊酯; 水中

溴氰菊酯是一种典型人工合成拟除虫菊酯杀虫剂,其稳定性好,药效长,对农作物影响较低而被广泛应用^[1]。溴氰菊酯主要通过雨水冲刷,干湿沉降,废水排放进入水环境,长期的积累使得土壤及水环境遭到破坏,威胁人类身体健康,溴氰菊酯危害主要表现在干扰人及动物的内分泌系统^[2-3],引起突变和癌症。目前我国《地表水质量标准 GB3838-2002》中溴氰菊酯限制为 0.02 mg/L ,远高于欧盟标准 0.1 $\mu\text{g/L}$,建立高效的检测方法是目前的研究热点。

1 实验部分

1.1 主要仪器

Agilent1260 II 液相色谱仪(美国安捷伦公司)、C18 色谱柱(4.6 $\times$ 250mm,美国安捷伦公司)、Agilent7890B 气相色谱仪(美国安捷伦公司)、氮吹浓缩仪 MTN-5800(天津奥特赛恩斯仪器有限公司)、垂直振荡器 YKD-06(长沙永乐康仪器设备有限公司)。

1.2 主要试剂

标准溶液:正己烷中溴氰菊酯,100 mg/L ,购于北京坛墨质检科技有限公司。正己烷、甲醇(CNW,色谱纯)。

1.3 标准曲线的配制

配制溴氰菊酯标准混合工作溶液,浓度点为 0.0 mg/L 、0.01 mg/L 、0.050 mg/L 、0.10 mg/L 、0.25 mg/L 、0.50 mg/L 、

1.00 mg/L (气相色谱法);配制溴氰菊酯标准混合工作溶液,浓度点为 0、0.2、0.5、1.0、2.0、10.0 mg/L 的标准曲线(液相色谱法)。

1.4 仪器条件

1.4.1 气相色谱条件

进样口温度:250 $^{\circ}\text{C}$,色谱柱流速:1.0 mL/min ;柱箱:50 $^{\circ}\text{C}$ (保持0.5min),以30 $^{\circ}\text{C/min}$ 的速率升至200 $^{\circ}\text{C}$ (保持2min),以30 $^{\circ}\text{C/min}$ 的速率升至290 $^{\circ}\text{C}$ (保持8min);分流进样,分流比5:1;进样体积:1.0 μL 。检测器温度:320 $^{\circ}\text{C}$ 。

1.4.2 液相色谱条件

柱温:室温;柱流量:1.0 mL/min ;检测波长:280 nm ;流动相:甲醇:水=85:15。

1.5 样品制备

1.5.1 气相色谱法

量取 100.0 mL 样品置于 125 mL 分液漏斗中,加入 10 g 氯化钠,溶解后,加入 10 mL 正己烷,振荡放气后置于振荡器上剧烈振荡 5 min ,静置 10 min 分层,将正己烷萃取液转移至 100 mL 分液漏斗中,重复萃取一次,合并正己烷萃取液,将正己烷萃取液通过无水硫酸钠脱水,再以少量正己烷洗涤分液漏斗 2~3 次,将洗涤液一并通过无水硫酸钠脱水,收集所有脱水后的正己烷,浓缩定容至 5.0 mL ,待测。

右,但总体而言,丹阳农业龙头企业数量还偏少、规模偏小,在农村产业融合发展中普遍存在对农民的辐射带动能力较弱的现象。部分新型经营主体结构单一、管理粗放、经营能力不强,与农民的利益联结机制松散,合作方式简单;一些农业龙头企业、农民合作社、家庭农场和种养大户规模小,参与融合能力差;一些农村产业融合发展项目个性特色彰显不力,缺乏差异化竞争和深度开发,休闲农业和乡村旅游的地域特色、文化传承、传统人文乡土内涵等有待进一步挖掘;与发达地区相比,丹阳在产业融合发展支撑体系建设方面还有较大差距,如信息化建设投入、信息治理水平、经营治理中运用计算机网络等,缺乏全市性的农产品电商平台。

3 结语

党的十九大已经为“三农”发展描绘了灿烂前景,为做

好“三农”工作指明了具体方向,面对一二三产业融合发展中出现的问题,我们必须在习近平新时代中国特色社会主义思想指引下,顺应亿万农民对于美好生活期盼的时代要求,不断创新,多出“实招”,持续实践,为推动丹阳传统农业“接二连三”融合发展积极探索和积累更多基层经验。

[参考文献]

[1]姜长云.日本的“六次产业化”与我国推进农村一二三产业融合发展[J].农业经济与管理,2015(03):47.

[2]唐卉.农村一二三产业融合发展研究[J].当代农村财经,2016(7):2-8.

[3]李国祥.农村一二三产业融合发展是破解“三农”难题的有效途径[J].中国合作经济,2016(1):32-36.

1.5.2 液相色谱法

取 250.0mL 水样于 500mL 分液漏斗中,加入 10.0mL 正己烷,充分振摇 5min,将萃取液收集于 10mL 比色管中,再重复萃取一遍,然后用氮吹浓缩器浓缩至 0.5mL 以下,用甲醇转溶剂,最终用甲醇定容至 1.0mL,供分析。

2.结果与分析

2.1 色谱图

按照上述气相色谱仪器条件,测定标准物质浓度为 1.0mg/L 的样品,见图 1。

按照上述液相色谱仪器条件,测定标准物质浓度为 10.0mg/L 的样品,见图 2。

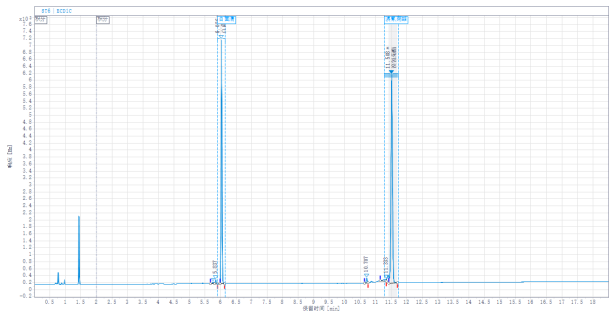


图 1 溴氰菊酯 1.0mg/L 气相色谱图

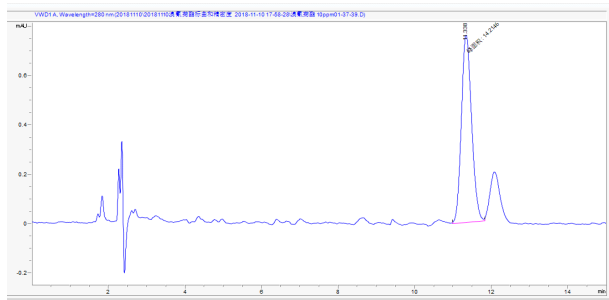


图 2 溴氰菊酯 10.0mg/L 液相色谱图

2.2 标准曲线

曲线以浓度值 (mg/L) 为横坐标,响应值为纵坐标绘制标准曲线。按照不同的前处理过程,对 2-5 倍检出限进行空白

加标试验,计算 7 次的标准偏差,乘以 t 值(t=3.143)计算方法检出限,见表 1。

表 1 不同方法线性回归方程、相关系数和检出限

物质名称	线性方程		相关系数		检出限(ug/L)	
	气相色谱法	液相色谱法	气相色谱法	液相色谱法	气相色谱法	液相色谱法
溴氰菊酯	$Y=19365.758X-12.461$	$Y=1.370X-0.010$	0.9996	0.9993	0.15	0.20

2.3 精密度和准确度对比

气相色谱法测定浓度为 0.1mg/L 的标准物质,液相色谱法测定浓度为 2.0mg/L 的标准物质,连续测定 6 次,计算相对标准偏差。在未知样品中加入一定浓度的标准物质,使气相色谱法测定浓度为 0.1mg/L,液相色谱法测定浓度为 1.0mg/L 的标准物质,计算加标回收率。详见见表 2。

表 2 精密度和准确度对比

物质名称	RSD%		回收量 (mg/L)		加标回收率%	
	气相色谱法	液相色谱法	气相色谱法	液相色谱法	气相色谱法	液相色谱法
溴氰菊酯	0.6	1.8	1.01	0.87	101	87

2.4 样品测定

同时采用两种方法对实验室用水、公司自来水和青海某地表水进行测定,两种方法溴氰菊酯均未检出。

3 结论

通过对比溴氰菊酯两种不同的检测方法,结果表明,气相色谱法检测浓度较低,相应的检出限也较低;重现性气相色谱法相对标准偏差较低;气相色谱法加标回收率较高。在本研究中气相色谱法更适用于水中溴氰菊酯的测定。

[参考文献]

[1]蔡先达.ECD 气相色谱法测定生活饮用水中有机氯农药和氯苯类化合物[J].城镇供水,2016,11(5):43-47。
[2]赵春丽,郎朗,季宇彬.农药氯氰菊酯毒性的研究进展[J].黑龙江科技信息,2013,(1):8。
[3]臧晓欢,王春,高书涛.分散液相微萃取-气相色谱联用分析水样中菊酯类农药残留[J].分析化学,2008,36(6):765-769。