

饮用水中甲萘威、呋喃丹残留量的高效液相色谱法测定

林瑶

(福建省福州市疾病预防控制中心,福州 350004)

摘要 目的:建立高效液相色谱法同时测定饮用水中甲萘威和呋喃丹农药残留的方法。方法:样品用二氯甲烷提取,氮吹近干,甲醇+水(60+40)为流动相,柱温 35℃,流速 1.0 ml/min,紫外检测器进行检测,波长 280 nm。结果:本法回收率为 87.6%~96.2%;RSD 为 2.0%~4.6%;检测限:甲萘威为 0.010 μg/ml,呋喃丹为 0.037 μg/ml。结论:所建立的方法,操作简单,稳定性好,结果准确、可靠,可用于饮用水中甲萘威、呋喃丹的同时测定。

关键词 甲萘威;呋喃丹;高效液相色谱;饮用水

中图分类号 O657.7⁺2

文献标识码 A

文章编号 1004-8685(2011)10-2389-02

Determination of carbaryl and carbofuran in drinking water by high-performance liquid chromatography

LIN Yao

(Fuzhou Center Disease Control and Prevention, Fuzhou 350004, China)

[Abstract] **Objective:** To develop a method to detect carbaryl and carbofuran in drinking water by HPLC at the same time. **Methods:** The sample was extracted by dichloromethane, concentrated by N₂ gas and separated with C18 column by UV at 280 nm, using methanol-water (60:40) as mobile phase, temperature of 35℃ and a flowrate of 1.0 ml/min. **Results:** The recoveries were 87.6%~96.2%, corresponding RSD were 2.0%~4.6% and the detection limit of Carbaryl was 0.010 μg/ml, the detection limit of carbofuran was 0.037 μg/ml. **Conclusion:** The method is simple with good stability, whose result is precise and believable, so it is suitable for detecting carbaryl and carbofuran in drinking water at the same time.

[Key words] Carbaryl; Carbofuran; Drinking water; High-performance Liquid Chromatography

甲萘威又名西维因,化学名为 1-萘基-N-甲基氨基甲酸酯,是具有高效,低残留,低毒性等特点的杀虫剂,可在棉花,水稻,大豆,果树等农作物上使用,也可用于防治动物体外的寄生虫。呋喃丹又名克百威,学名 2,3-二氢-2,2-二甲基-7-苯并呋喃基-甲基氨基甲酸酯,属高毒性农药,故禁用于蔬菜,水果,可在棉花,水稻,大豆等农作物上使用。这两种农药均属于氨基甲酸酯类杀虫剂,其毒理机制为抑制胆碱酯酶,由于广泛使用,且两种农药均具有水溶性(特别是呋喃丹水溶解度为 700 mg/L),在土壤中的残留期较长,因此可能对地表水及其它饮用水源造成污染。及时检测其水中含量,对饮水安全有重要的意义。本实验在参考 GB/T5750.9-2006^[1]及文献^[2-4]的基础上,建立了高效液相色谱法同时检测甲萘威、呋喃丹残留量的方法。定性准确,操作简便,结果满意。

1 材料与方法

1.1 仪器

Waters 2695 型高效液相色谱仪(配 2996PDA 检测器); C18 色谱柱(4.0 mm×250 mm merk) 氮吹仪(BF2000)。

1.2 试剂

甲醇(色谱纯 fisher);二氯甲烷(色谱纯);甲萘威标准品(色谱纯);呋喃丹标准品(色谱纯);

1.3 色谱分析条件

流动相:甲醇+水=60+40;流速:1.0 ml/min;柱温:35℃;检测波长:280 nm。

1.4 检测方法

1.4.1 标准曲线的绘制 a. 甲萘威(1000 μg/ml)和呋喃丹(1000 μg/ml)标准储备液:分别称取甲萘威和呋喃丹标准物质各 100 mg,准确至 0.1 mg,溶于色谱流动相,在容量瓶中定容至 100 ml。

b. 甲萘威和呋喃丹混合标准使用液(50 μg/ml) 分别取 2.50 ml 甲萘威和呋喃丹标准储备溶液(1000 μg/ml),混合,用甲醇定容至 50.0 ml(容量瓶),再分别稀释为 0 μg/ml、0.20 μg/ml、0.50 μg/ml、1.00 μg/ml、2.00 μg/ml、5.00 μg/ml 和 10.0 μg/ml 的甲萘威和呋喃丹混合标准工作液,取 20.0 μl

作者简介 林瑶(1975-),女,学士,主管技师,主要从事环境理化检验工作。

进样,测定峰面积,以峰面积对浓度作曲线。

1.4.2 样品处理 取水样 200 ml 于 250 ml 分液漏斗中,分别加入二氯甲烷 30 ml、20 ml,分别振荡 3 min,静置 10 min,弃去水相,合并二氯甲烷萃取液经无水硫酸钠脱水,氮吹近干,残渣用甲醇定容至 2.0 ml,过 0.22 μm 滤膜,进样。

1.4.3 样品测定 取同体积的标准液和水样提取液,分别测定峰面积响应值,以混合标准的保留时间定性,根据峰面积,由标准曲线得出各组分的质量浓度,样品的最终浓度应在此浓度上乘以稀释倍数。

2 结果

2.1 色谱图

以保留时间和光谱识别检出峰。在 1.3 色谱条件下甲萘威的保留时间为 6.724 min,呋喃丹的保留时间为 7.539 min,与其它物质间无干扰、分离良好,其标准溶液、样品的色谱图见图 1、图 2。

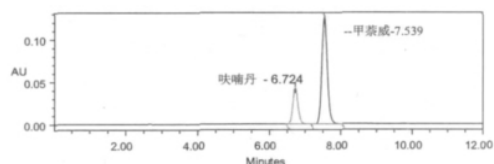


图 1 甲萘威和呋喃丹混合标准色谱图 (50 $\mu\text{g/ml}$)

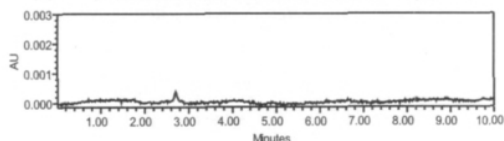


图 2 甲萘威和呋喃丹样品色谱图 (未检出)

2.2 方法的性能指标

2.2.1 线性范围和方法检出限 结果(表 1)表明本法在 0~10.0 (mg/L) 浓度范围内线性良好,检测结果可靠。以 3 倍信噪比计算方法检出限,甲萘威为 0.010 (mg/L),呋喃丹为 0.037 (mg/L)。

表 1 方法的线性范围、回归方程和相关系数

物质名称	线性范围 (mg/L)	回归方程	相关系数
甲萘威	0~10.0	$Y = 33756.4X + 4273.6$	$r = 0.9995$
呋喃丹	0~10.0	$Y = 12693.7X + 5864.3$	$r = 0.9991$

2.2.2 加标回收和方法精密度 由表 2 可知,采用优化后的条件对加标水样的 6 次重复实验得到的结果见表 2。甲萘威的平均回收率 94.9%,呋喃丹的平均回收率 91.2%。

表 2 甲萘威、呋喃丹的加标回收率和相对偏差 ($n=6$)

物质名称	加入量 (μg)	加标回收率 (%)	RSD (%)
甲萘威	5	93.8	2.76
	10	96.2	2.03
	20	94.7	3.24
呋喃丹	5	87.6	4.60
	10	90.6	3.42
	20	95.3	2.29

3 讨论

3.1 检测波长的选择

从检测波长的图可知,甲萘威的最大吸收波长为 222.1 nm 和 281.0 nm,呋喃丹的最大吸收波长为 199.8 nm 和 277.4 nm,比较 199 nm,220 nm 和 280 nm 下水中背景的干扰情况,由于在 199 nm,220 nm 波长下,由于很多杂质有吸收,基线波动较大,因此,选择 280 nm 作为检测波长。

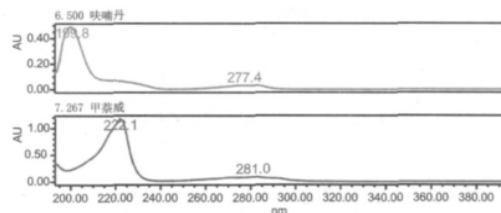


图 3 甲萘威和呋喃丹光谱图

3.2 流动相的选择

分别用甲醇 + 水 = 70 + 30; 65 + 35; 60 + 40 为流动相,发现当甲醇 + 水 = 60 + 40 时,分离效果最好,固选择甲醇 + 水 = 60 + 40 为色谱分离条件。

4 结论

采用二氯甲烷提取,氮吹浓缩,高效液相色谱法二极管阵列检测器,同时测定饮用水中的甲萘威和呋喃丹,操作简单快速,结果可靠,可用于日常水样的监测。

参考文献

- [1] GB/T5750.9-2006. 生活饮用水标准检验方法 [S].
- [2] 方新红,吴艳芬. 高效液相色谱法测定水中甲萘威 [J]. 西南给排水, 2007, 29(5): 43-45.
- [3] 戴秀丽,周怡. 固相萃取-高效液相色谱法测定环境水体中甲萘威 [J]. 中国环境监测, 2009, 25(4): 32-34.
- [4] 巢猛,陈明,刘建明. 水中呋喃丹的固相萃取-高效液相色谱测定法 [J]. 环境与健康杂志, 2008, 25(2): 153-154.

(收稿日期: 2011-06-28)