

反相高效液相色谱法检测水中五种拟除虫菊酯农药残留量

罗晓燕, 林玉娜, 周洪伟, 刘莉治, 胡国媛, 于桂兰, 李静

(广州市疾病预防控制中心理化科, 广州 510440)

[摘要] 目的: 建立反相高效液相色谱法测定水中五种拟除虫菊酯残留量的方法。方法: 样品经过滤后进行反相高效液相色谱测定。色谱柱为 Welch Materials AQ-C₁₈ 5 μm 250×4.6 mm, 流动相为: 乙腈: 水 = 78: 22 (V/V), 流速为 1.0 ml/min 二极管阵列检测器, 检测波长为 205 nm。结果: 各组分分离良好, 在 0.050 μg/ml~5.0 μg/ml 范围内具有良好的线性关系, 其回收率在 98%~102% 之间。结论: 该方法操作简便、快捷、可靠, 可用于水中拟除虫菊酯农药残留量的检测。

[关键词] 拟除虫菊酯; 反相液相色谱法; 水; 农药残留

[中图分类号] O657.7+2

[文献标识码] A

[文章编号] 1004-8685(2011)06-1371-04

Determination of 5 sorts pyrethroid pesticides residue in water by RP-HPLC

LUO Xiao-yan, LIN Yu-na, ZHOU Hong-wei, LIU Li-zhi, HU Guo-yuan, YU Gei-lang, LI Jing

(Guangzhou Centre for Disease Control and Prevention, Guangzhou 510440, China)

[Abstract] **Objective** An analytic method with RP-HPLC was developed to determine 5 sorts pyrethroid pesticides residue in water. **Methods** Water was filtrated and determined by RP-HPLC. Chromatographic column was Welch Materials AQ-C₁₈ 5 μm 250×4.6 mm, mobile phase was Acetonitrile: Water = 78: 22 (V/V), flow rate was 1.0 ml/min. DAD detecting wavelength was 205 nm. **Results** 6 peaks of 5 pesticides could be separated perfectly. There was good linear relationship over the range of 0.05 mg/L~5.0 mg/L, and recoveries was 98%~102%. **Conclusion** The method was proved to be satisfactory in precision, accuracy and sensitivity.

[Key words] Pyrethroid; RP-HPLC; Water; Pesticides Residue

拟除虫菊酯农药具有低毒、高效、广谱和低残留的特点, 被广泛应用于农作物的病虫害防治上。它的大量使用有可能对环境水体造成影响, 因此有必要对水进行拟除虫菊酯农药的残留监测。目前水中溴氰菊酯的检测方法为 GB/T 5750.9-2006《生活饮用水标准检验方法 农药指标》, 该检测方法为正相色谱法且前处理方法复杂, 其余四种拟除虫菊酯农药的检测未见有液相色谱的检验标准方法。本文详细研究了反相高效液相色谱法检测五种拟除虫菊酯农药残留量的最佳条件, 结果令人满意。

1 仪器与试剂

WATERS e2695 alliance 高效液相色谱仪, WATERS 2998 二极管阵列检测器; Welch Materials AQ-C₁₈ 5 μm 250×4.6 mm 色谱柱; 乙腈 (色谱纯), 甲氰菊酯、氯氟氰菊酯、溴氰菊酯; 氰戊菊酯、氯菊酯标准品 (Dr Ehrenstorfer 公司)。MILLIPOR 纯水机。

2 实验方法

2.1 高效液相色谱分析条件

色谱柱为 Materials AQ-C₁₈ 5 μm 250×4.6 mm, 流动相为

乙腈: 水 = 78: 22 (V/V), 流速为 1.0 ml/min 二极管阵列检测器, 检测波长为 205 nm, 柱温为 35℃, 进样量为 100 μl。

2.2 标准溶液配制

2.2.1 储备液的配制 甲氰菊酯、氯氟氰菊酯、溴氰菊酯; 氰戊菊酯、氯菊酯标准贮备溶液 (0.10 mg/ml): 准确称取 5.0 mg 甲氰菊酯、氯氟氰菊酯、溴氰菊酯; 氰戊菊酯、氯菊酯固体标准品, 置于 50 ml 容量瓶中, 用色谱纯乙腈溶解并定容。置于冰箱冷藏室保存。

甲氰菊酯、氯氟氰菊酯、溴氰菊酯; 氰戊菊酯、氯菊酯标准中间溶液 (5.0 μg/ml): 吸取 5 ml 溴氰菊酯标准贮备溶液于 100 ml 容量瓶中, 用流动相定容。置于冰箱冷藏室保存。

2.2.2 标准工作液的配制 取 5 个 25 ml 容量瓶, 将甲氰菊酯、氯氟氰菊酯、溴氰菊酯; 氰戊菊酯、氯菊酯标准中间溶液 (5.0 μg/ml) 用流动相稀释配成溴氰菊酯浓度分别为 0.05 mg/L, 0.10 mg/L, 0.50 mg/L, 1.0 mg/L, 2.5 mg/L, 5.0 mg/L 的标准系列。

2.3 样品前处理

水样经双层滤纸过滤后, 取 2 ml 用 0.45 μm 水系滤膜过滤, 滤液用于高效液相色谱测定。

2.4 样品测定

吸取滤液 100 μl 进样, 进行 HPLC 分析, 记录各组分的峰面积。根据各组分的保留时间定性, 以紫外吸收光谱图进行确认, 峰面积定量。

[作者简介] 罗晓燕 (1964-), 女, 硕士, 主任技师, 主要从事理化检验研究。

