

高效液相色谱/柱后衍生法测定水中涕灭威和克百威

冯芳敏 车国文 朱聪玲 李林忠

青海金云环境科技有限公司

DOI:10.32629/eep.v2i3.184

[摘要] 建立高效液相色谱/柱后衍生法测定水中涕灭威和克百威分析方法。样品经二氯甲烷萃取,氮吹浓缩至 1.0mL,经由 C18 柱分离,RT 保留时间定性,外标法定量。结果表明:检出限 0.01ug/L,相关系数大于 0.999,RSD 小于 5%,加标回收率 81-86%;此方法精密度和准确度高,适于水中涕灭威和克百威的测定。

[关键词] 高效液相色谱法; 柱后衍生; 涕灭威; 克百威; 水中

涕灭威和克百威属于氨基甲酸酯类农药,难溶于水,易溶于有机溶剂,遇碱分解^[1-2]。这类农药选择性极强,如对棉铃铃虫具有特效^[3],是一种效果良好的杀虫剂。其急性毒害作用与有机磷农药类似,抑制乙酰胆碱酯酶的分解功能,造成乙酰胆碱无法分解而积累毒素。我国已将涕灭威和克百威加入地下水质量标准《GB/T14848-2017》毒理学指标中,检出限制较低,但我国还没有关于涕灭威和克百威检测方法的环境标准,仍引用美国 EPA531.2 方法,所以研究氨基甲酸酯类测定方法具有指导意义。氨基甲酸酯类热稳定性较差^[4],使用高效液相色谱法测定具有灵敏度高,重现性好等优点,本实验通过优化液相色谱仪器条件、前处理方法和柱后衍生条件,旨在建立高效液相色谱/柱后衍生法测定水中涕灭威和克百威。

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)、柱后衍生器(美国兰博 PCR3)、C18 色谱柱(4.6×250mm,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: 涕灭威(甲醇),100mg/L; 克百威(甲醇),100mg/L; 均购于北京坛墨质检科技有限公司; 甲醇(CNW,色谱纯)、二氯甲烷(SIMARK,色谱纯); 氧化试剂(衍生试剂 A): CB130; OPA(衍生试剂 B): 称 0.02g O120 用 5mL 的甲醇溶解, CB910 定容至 200mL,加入 3700-200 试剂 0.4g。

1.3 标准曲线的配制

配制涕灭威和克百威标准混合工作溶液,浓度点为 0、0.05、0.2、0.5、0.8、1.0、2.0mg/L 的标准曲线。

1.4 仪器条件

柱温: 42℃; 柱流量: 1.0mL/min;

时间	甲醇%	水%	时间	甲醇%	水%
0min	20	80	15min	80	20
1min	20	80	20min	90	10
8min	40	60	25min	40	60
10min	60	40	30min	20	80

柱后衍生条件: 泵 A 流速=泵 B 流速=0.5mL/min; 温度: 95℃

1.5 样品制备

取水样 200mL,加入 3g 氯化钠,10mL 的二氯甲烷萃取,放气,振荡 5min,收集有机相,重复萃取两次,合并有机相,氮吹浓缩至 0.5mL,甲醇转溶剂定容至 1.0mL 上机测定。空白与水样前处理步骤相同。

2 结果与分析

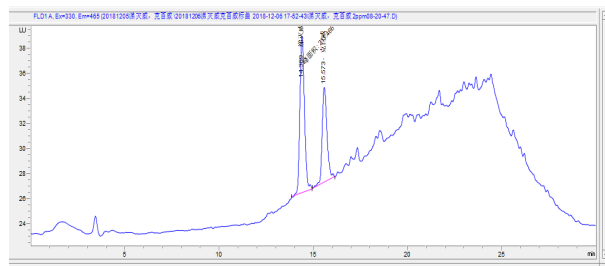
2.1 流动相与流速条件优化

采用等度洗脱时,两物质的分离度达不到要求。分别采用不同的甲醇-水比例流动相对涕灭威和克百威混标溶液进行梯度洗脱,结果表明: 以上仪器条件柱后衍生产物完全达到分离,基线平稳,响应值高。

2.2 色谱图

按照上述仪器条件,测定标准物质浓度为 2.0mg/L 的样品,见图 1。

图 1 标准物质 2.0mg/L 色谱图



2.3 标准曲线

以浓度(mg/L)为横坐标,响应值为纵坐标绘制标准曲线。按照样品制备全过程,对空白样品进行加标试验,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 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)
涕灭威	Y=211.703X+4.027	0.9985	0.01
克百威	Y=120.251X+0.219	0.9991	0.01

2.4 精密度和准确度

连续测定 6 次浓度为 0.8mg/L 的标准溶液,计算精密度。在未知样品中加入一定量的标准物质,使其加标浓度为 0.8mg/L,计算其加标回收率,见表 2。

试析大气环境监测全过程质量控制

陈宇

南通市通州区环境监测站

DOI:10.32629/eep.v2i3.153

[摘要] 当前,工业生产排放出的化学燃料时刻威胁着大气环境。随着我国大气环境监测工作的开展,如何通过合理的大气质量控制措施提升大气质量成为人们关注的焦点,本文主要对大气环境监测全过程的质量控制行了分析阐述,以供参考。

[关键词] 大气环境监测; 全过程质量控制; 气象特征

工业化发展虽然满足了人们的物质需求,提高了国民经济水平,但由于工业设备以及生产方式的不合理,也对自然环境造成了严重损害,其中以大气污染问题最为严重。为此,人们不断加大对大气环境监测质量控制和研究,以准确的数据实现对大气环境质量的监管。

1 大气环境监测概述

大气环境监测是对大气中含有的污染物物质进行监测,从而了解和掌握大气中含有的污染物种类、浓度、分布和变化规律。目前大气中污染物主要有一氧化碳、二氧化硫、氮氧化物、臭氧、碳氢化合物等,而以区域又可根据城市规模、大气污染情况、地形、气象特征、污染源种类以及区域条件等进行划分,不同的物质、不同的影响因素,也就应该选用不同的监测方法。另外,在进行大气环境监测中,需要对监测周期进行合理控制,以便于准确了解大气环境质量。

2 开展环境大气监测全过程质量控制的意义

大气环境污染是对全世界人类造成威胁的污染现象,若想对此进行改善,就有必要对大气环境污染的现象进行监测,进而才能针对性的采取改善措施。由此说明环境大气监测实施的深远意义。

此外,现代环境大气监测技术种类繁多,最常用的监测方式有网格布点法、扇形布点法、气样采集等技术,而因为污染源具有复杂多样,故单一采用某项技术,并不能全面的实现大气污染物的监测,所以需要同时将多项监测技术综合

应用,而这样的使用方式,就加大了监测实施的复杂性,容易出现监测结果的质量问题,影响数据的准确性,所以为避免此类现象发生,就必须针对环境大气监测开展全过程质量控制,提升监测结果的完整性、代表性、精密性,为之后的大气环境改善打下坚实的基础。

3 大气环境监测现状

随着我国对于环境质量的重视力度,因此也制定了一系列较为全面的大气环境监测规范,不过由于大气环境监测中的影响因素相对较多,所以监测工作的开展仍存在一定的问

3.1 缺少合理的环境监测评价指标

AQI 指数是大气评价中一个较为重要的指标参数,不过我国在计算该指标参数的过程中,均是以平均值作为评价标准,无法对大气环境作出较为全面和客观的描述,这使得监测结果与实际大气质量之间存在交叉差异,影响了后续工作的开展效率。另外,在大气环境监测中,信息技术应用效率较低,无法做到实时监测,这使得监测数据不准确,降低了监测工作的有效性。

3.2 监测网络构建不完善

现阶段我国在大气环境监测中并未构建完善的监测网络,经常会存在重复监测或者监测数据浪费的情况,这不仅增加了监测部门的工作任务,还影响了监测结果的准确性。为此,需要加大对环境监测网络的构建力度,提高监测的准确性、有效性。

表2 精密度和准确度

物质名称	RSD%	回收量 (mg/L)	加标回收率%
涕灭威	1.2	0.648	81
克百威	3.8	0.685	86

2.5 样品测定

应用本方法对公司自来水和青海某区域地下水进行测定,涕灭威和克百威均未检出。

3 结束语

本实验优化仪器分析条件、柱后衍生条件和前处理方法,对公司自来水和青海某区域地下水进行涕灭威和克百威项

目检测。研究表明:此方法仪器响应值高,标准曲线线性好,重现性、准确度高,适用于水中涕灭威和克百威的测定。

[参考文献]

- [1]孙肖瑜,金永堂,吴斌,等.涕灭威、灭多威的遗传毒性研究[J].环境科学,2010,31(12):2973-2980.
- [2]周建科,龙望,彭静.盐析分相微萃取/液相色谱法测定水中氨基甲酸酯农药[J].中国给水排水,2010,26(8):98-100.
- [3]张静,闫石,王蕾,等.HPLC 测定蔬菜、水果中氨基甲酸酯类农药残留量[J].沈阳化工学院学报,2007,21(2):157-160.
- [4]赵颖,潘伟,金雁,等.UPLC-MS/MS 同时测定蔬菜中 19 种氨基甲酸酯类药物残留[J].现代仪器,2009,(4):57-60.