

水中草甘膦的测定

前言：草甘膦，化学名为 N-（磷酸甲基）甘氨酸，是一种内吸传导型广谱灭生性除草剂，是一种有机磷化合物，具体为磷酸酯，用它来杀死杂草。2017 年 10 月 27 日，世界卫生组织国际癌症研究机构公布的癌症物清单初步整理参考，草甘膦在 2A 致癌物清单中。草甘膦还可能干扰人体激素系统，影响雌激素、甲状腺激素等分泌，进而导致生殖功能异常或代谢紊乱。长期高剂量接触可能对肝脏和肾脏造成损害。所以有必要建立对水中草甘膦的测定。本应用参照《HJ 1071-2019 水质 草甘膦的测定 高效液相色谱法》，对自来水中草甘膦含量进行检测。

一、溶液配制

草甘膦标准储备液的配制：准确称取草甘膦标准品 50 mg 于 50mL 容量瓶中，配制成 1 mg/mL 的草甘膦标准储备液。4℃以下避光冷藏，可保存 6 个月。

草甘膦标准使用液的配制：精密量取上述适量草甘膦标准储备液，用纯水稀释至 10 µg/mL。4℃以下避光冷藏，可保存 2 个月。

草甘膦标准工作溶液的配制：用水将草甘膦标准使用液稀释成 10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL、500 ng/mL。取 2 mL 上述样品于聚乙烯塑料（PE）管中，加入 0.50 mL 四硼酸钠溶液，加入 1 mL 9-芴甲基氯甲酸酯乙腈溶液，充分混匀后置于水平振荡器上，40℃下衍生 1 h。在衍生后的样品中加入 5 mL 二氯甲烷，置于涡旋振荡器上涡旋萃取 2 min，取水相层，经滤膜过滤，收集 1 mL 滤液于棕色样品瓶中，待测。



二、样品前处理

精确称取 30 g 食用油样本，加入 30 mL 甲醇，涡旋振荡 10 min，3000

rpm/min 离心 5 min，取上清液于旋转蒸发瓶中，萃取液两次，合并上清液；40 °C

旋转蒸发近干，加入 2 mL 甲醇复溶，0.22 μm 滤膜过滤，上机。

二、色谱条件：

仪器：Leaps 超高效液相色谱仪（P60 输液泵、A10 自动进样器、C10 柱温箱、D50

荧光检测器）

色谱柱：Lotus C18（4.6*250 mm, 5 μm）

流动相 A：0.2%磷酸溶液，流动相 B：乙腈

梯度表：

时间（min）	A%	B%
0.0	65	35
10	75	25
15	20	80
20	65	35
25	65	35

流速：1 mL/min

激发波长：254 nm；发射波长：302 nm



柱温：30℃

进样量：20 μ L

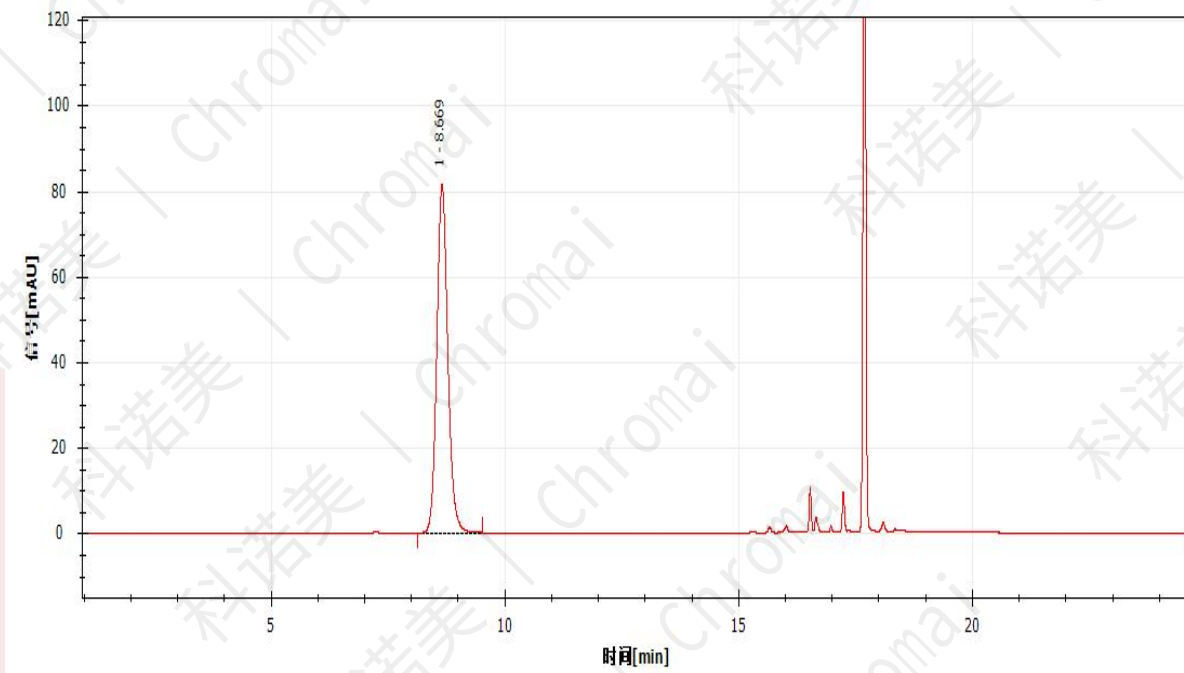


图 1 草甘膦标准溶液谱图

三、线性及检出限

由表 1 可知，草甘膦在 10~50 ng/mL 浓度范围内线性关系良好，相关系数为 0.9999。检出限分别为 0.25 ng/mL。

化合物	浓度范围 (ng/mL)	回归方程	相关系数	检出限
-----	--------------	------	------	-----



				(ng/mL)
草甘膦	10~50	$Y=2.6828X+0.977$	0.9999	0.25

表 1 草甘膦线性及检出限结果表

四、重复性

将 20 ng/mL 浓度的标准工作溶液重复进样 6 次，计算化合物峰面积和保留时间的 RSD%，结果如表 2 所示，

表 2 草甘膦重复性结果表

化合物	保留时间 RSD%	峰面积 RSD%
草甘膦	0.20	0.06

五、

样品及回收率测试

对自来水样品进行测试，草甘膦未检出。在空白样品中添加 50 ng/mL，加标回收率为 89.46%。

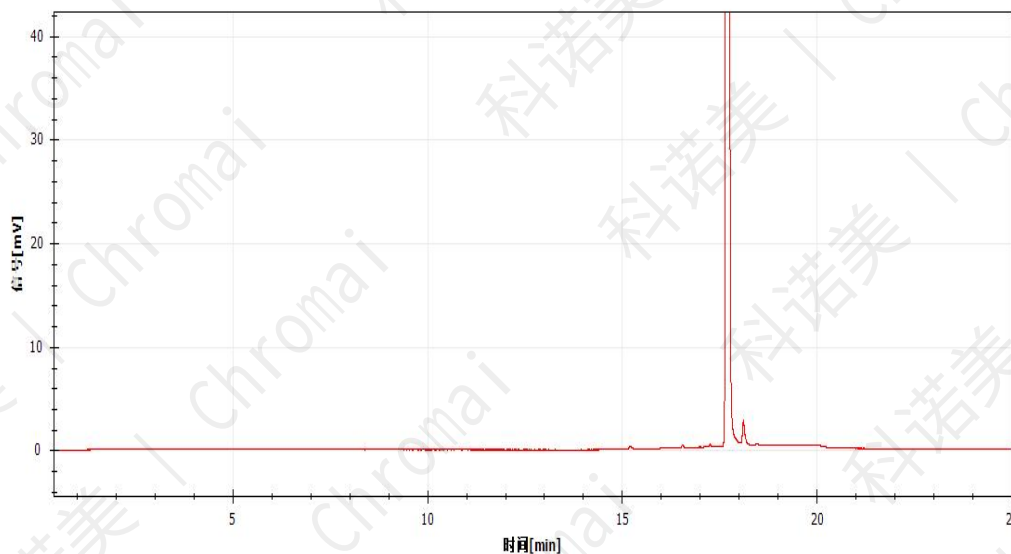


图 2 自来水样品测试色谱图

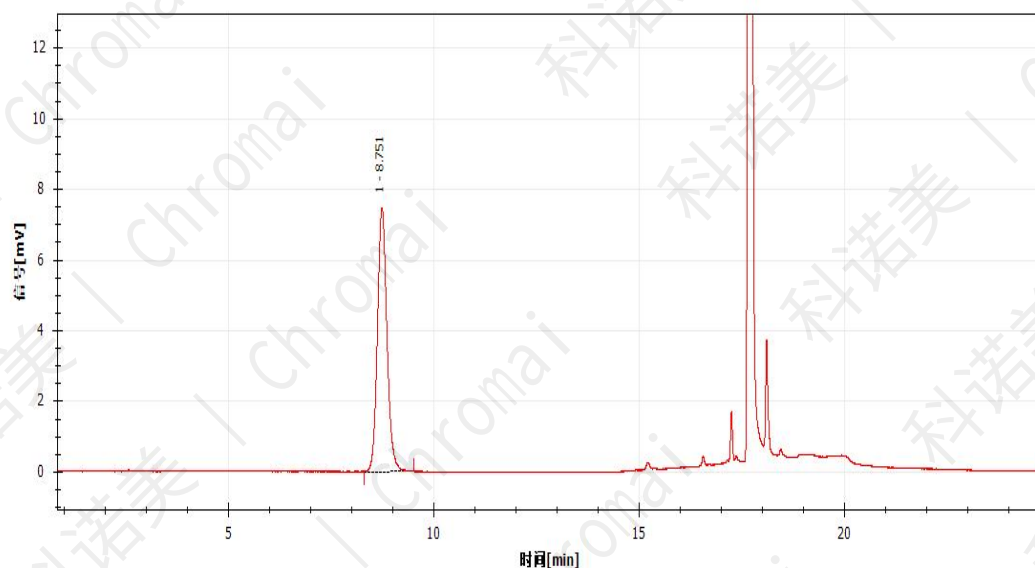


图 3 自来水样品加标回收测试色谱图

结论：本方案采用 Chromai 超高效液相色谱仪，搭配荧光检测器，参考《HJ 1071-2019

水质 草甘膦的测定 高效液相色谱法》，进行了水中草甘膦测定，该方法线性良好，相

关系数大于 0.9999；保留时间重复性为 0.20%，峰面积重复性为 0.06%。本方法操作

简单，稳定性好，灵敏度高，适用于水中草甘膦含量的测定。

