

守护湖泊水环境 | 科诺美超高效液相色谱测定湖水中甲萘威残留

前言：甲萘威是一种高效、低毒、低残留、长残效的广谱性氨基甲酸酯类杀虫剂。2017年被世界卫生组织国际癌症研究机构列入 3 类致癌物清单。甲萘威虽属于高效低毒类农药，但是由于其具有水溶性，可造成生活用水的污染，并且在土壤中的残留期较长，会导致食物的污染，动物和人都可能通过食用来自受污染的土壤或水中的农作物及鱼类海鲜产品而被暴露，或者通过饮用被污染的饮用水或在生产过程中接触污染空气而造成人体暴露。本应用参照《GB/T 5750.9-2023 生活饮用水标准检验方法 第 9 部分：农药指标》，对饮用水中甲萘威的含量进行检测。

一、溶液配制

甲萘威标准储备液：1 mg/mL。

甲萘威标准中间液的配制：准确吸取上述甲萘威标准储备液适量，用 10% 甲醇水配制成 50 µg/mL 的标准中间液。

甲萘威标准工作溶液的配制：取甲萘威标准中间液适量，用 10% 甲醇水配制成 0.2 µg/mL、0.5 µg/mL、1.0 µg/mL、2.0 µg/mL、5.0 µg/mL、10.0 µg/mL、15.0 µg/mL 的标准工作溶液

二、样品前处理

将收集的湖水过 0.45µm 微孔滤膜，用磷酸将湖水调至 pH 为 3.0。

萃取：取 100 mL 经过前处理的湖水于分液漏斗中，用 15 mL 的二氯甲烷分两次萃取，第一次 10 mL，第二次 5 mL，每次振摇约 5 min，



静置分层，将萃取液移至梨形瓶中。

浓缩：合并两次萃取液于 45°C~50°C 的水浴上挥干溶剂，加入 5 mL 的流动相摇

匀，待测。

三、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、D10

紫外检测器）

色谱柱：Lotus C18（4.6*250 mm, 5 μ m）

流动相 A：水，流动相 B：甲醇

梯度表：

时间（min）	A%	B%
0.0	40	60
12	40	60

流速：1 mL/min

波长：280 nm

柱温：40°C

进样量：20 μ L



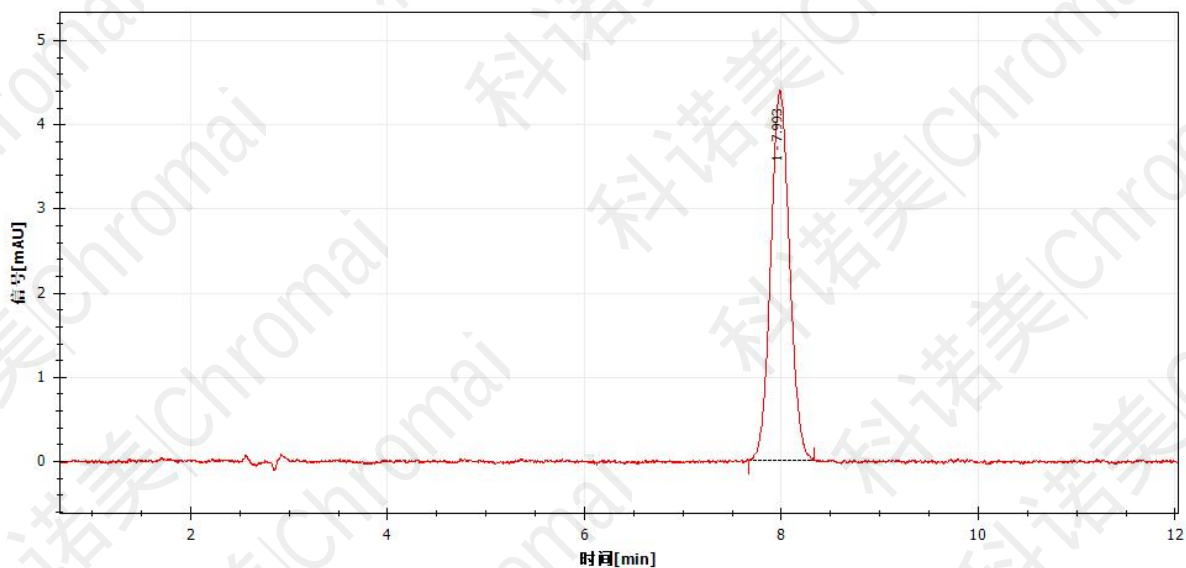


图 1 甲萘威标准溶液谱图（1-甲萘威）

四、线性及检出限

由表 1 可知，甲萘威在 0.2~15.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内线性关系良好，相关系数为 0.9999。检出限分别为 24.63 ng/mL 。

化合物	浓度范围 ($\mu\text{g/mL}$)	回归方程	相关系数	检出限 (ng/mL)
甲萘威	0.2~15.0	$Y = 38.792X + 0.9255$	0.9999	24.63

表 1 甲萘威线性及检出限结果表

五、重复性

将 2.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度的溶液重复进样 6 次，计算保留时间与峰面积的重复性，结果如表 2 所示，



表 2 甲萘威重复性结果表

化合物	保留时间 RSD%	峰面积 RSD%
甲萘威	0.04	0.24

六、样品及回收率测试

对自来水样品进行测试，甲萘威未检出。在空白样品中添加 10 $\mu\text{g/mL}$ ，加标回收率分别为 88.5%。

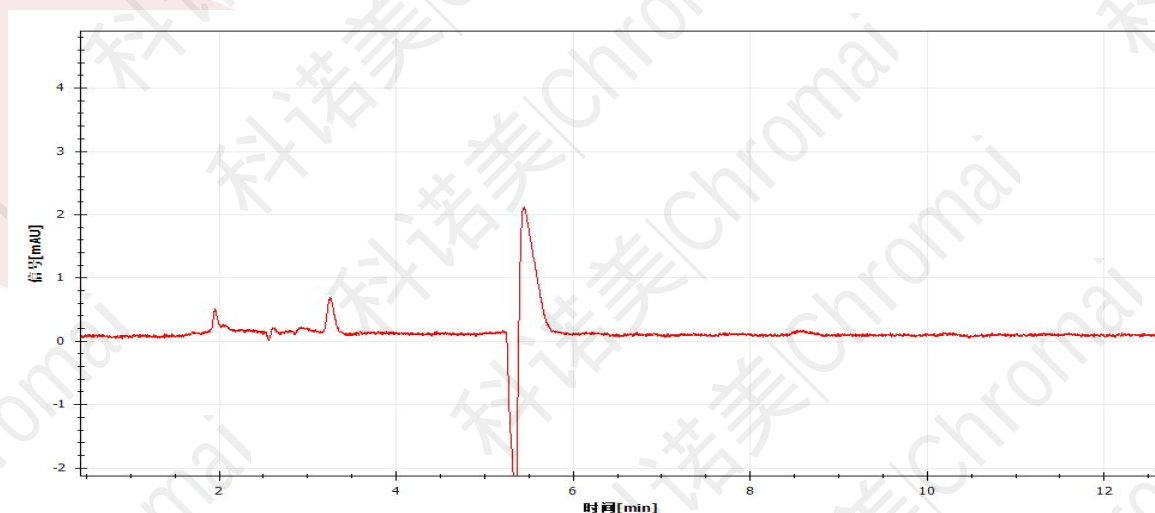


图 2 湖水样品测试色谱图



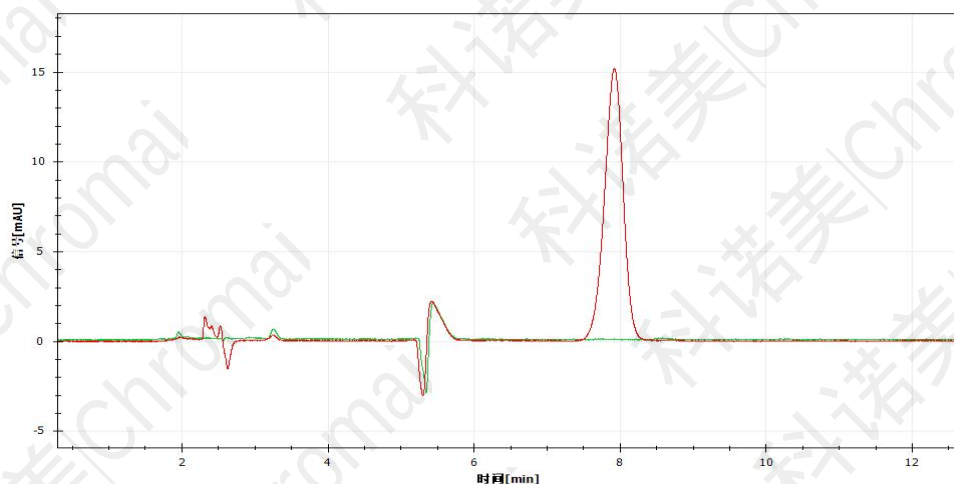


图 3 湖水样品加标回收测试色谱图

结论：本方案采用 Chromai 超高效液相色谱仪，搭配紫外检测器，进行了水中甲萘威的测定，该方法线性良好，相关系数大于 0.999；保留时间重复性为 0.04%，峰面积重复性为 0.24%。本方法操作简单，稳定性好，灵敏度高，适用于水中甲萘威含量的测定。

