简化前处理、提升灵敏度丨水中甲萘威在线固相萃取检测方法

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。为了严格控制饮用水中甲萘威含量，科诺美采用在线固相萃取系统（online-SPE HPLC），搭配紫外检测器，自动化程度高，灵敏度高，稳定性好，可用于测定水中甲萘威。

一、仪器 Leaps 在线固相萃取系统（online-SPE HPLC）

P60 双三元泵、A10C 自动进样器、C10V6 柱温箱、P40 四元梯度泵、D10 紫外检测器）



二、在线固相萃取

初始阀位 1-6 位，800μL 样品直接进样至 HLB1 柱，经过在线萃取，富集和净化后，阀切至 1-2 位，HLB1 柱上的目标分析物被冲入分析流路，待分析物全部进入分析流路后，在分析柱

进行分离测定。阀再次切回至 1-6 位，HLB1 柱进行净化，为下一针样本做准备。

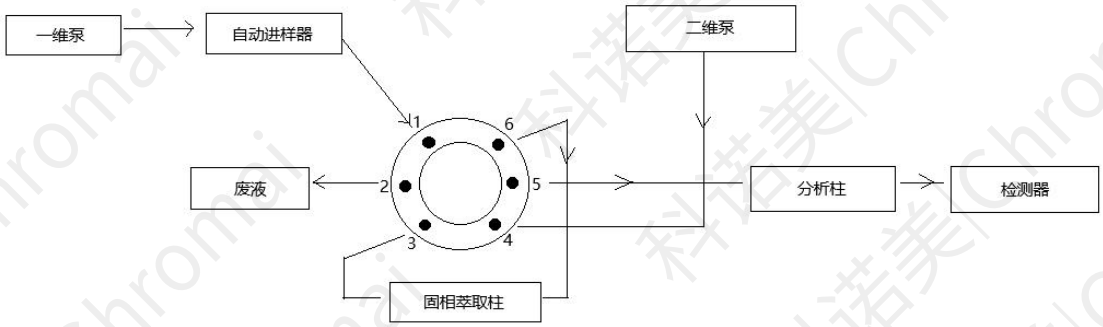


图 1 在线固相萃取流程图

三、色谱条件：

1D 色谱柱：HLB（2.1*30mm，25μm）

2D 色谱柱：Lotus C18（4.6mm*250mm，5μm）

1D 流动相 A：水，流动相 B：甲醇

梯度表：

时间（min）	流速（mL/min）	A%	B%
0.0	1.0	100	0
0.02	3.0	100	0
1	3.0	100	0
1.1	0.5	0	100
10	0.5	0	100
10.1	0.5	100	0
18	0.5	100	0

2D 流动相 A：水，流动相 B：甲醇

梯度表：

时间（min）	流速（mL/min）	A%	B%

0.0	1.0	90	10
10	1.0	10	90
13	1.0	10	90
13.1	1.0	90	10
18	1.0	90	10

进样量：800 μL

波长：280 nm

柱温：40℃

柱温箱时间程序：

时间（min）	功能	参数
1	切阀	切阀：下阀–（1–>2）
1	开出	开出：开出所有
6	切阀	切阀：下阀–（1–>6）

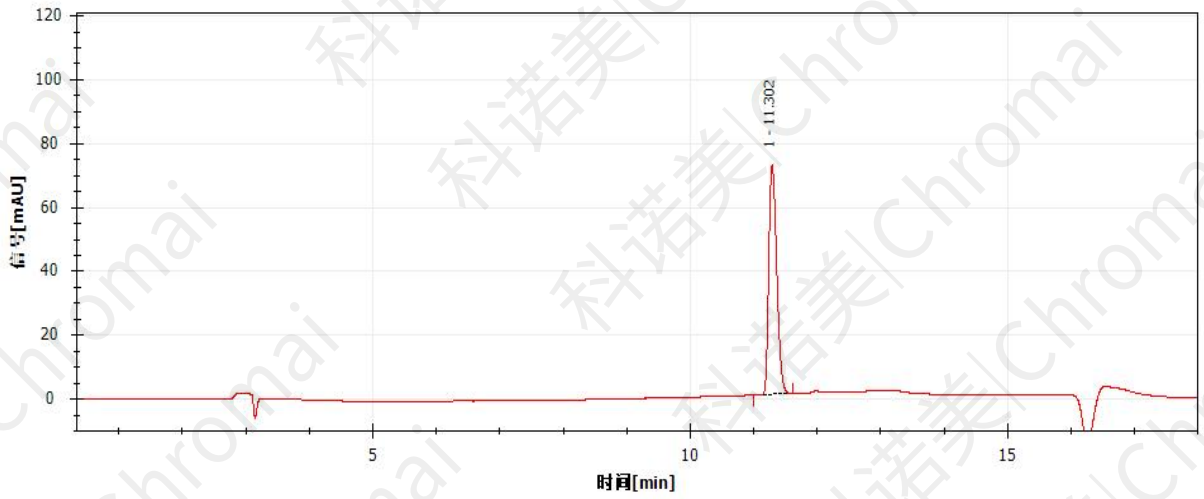


图 1 甲萘威标准溶液谱图

（1–甲萘威）

四、线性及检出限

由表 1 可知，甲萘威在 10~750 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 1 ng/mL。

化合物	浓度范围（ng/mL）	回归方程	相关系数	检出限（ng/mL）
甲萘威	10~750	Y=1.254X−1.2594	0.9999	1

表 1 甲萘威线性及检出限结果表

五、重复性

将 100 ng/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	0.12	1.16

六、样品及回收率测试

对北京市怀柔区雁栖湖湖水样品进行测试，甲萘威未检出。在空白样品中添加 50 ng/mL，加标回收率分别为 92.8%。

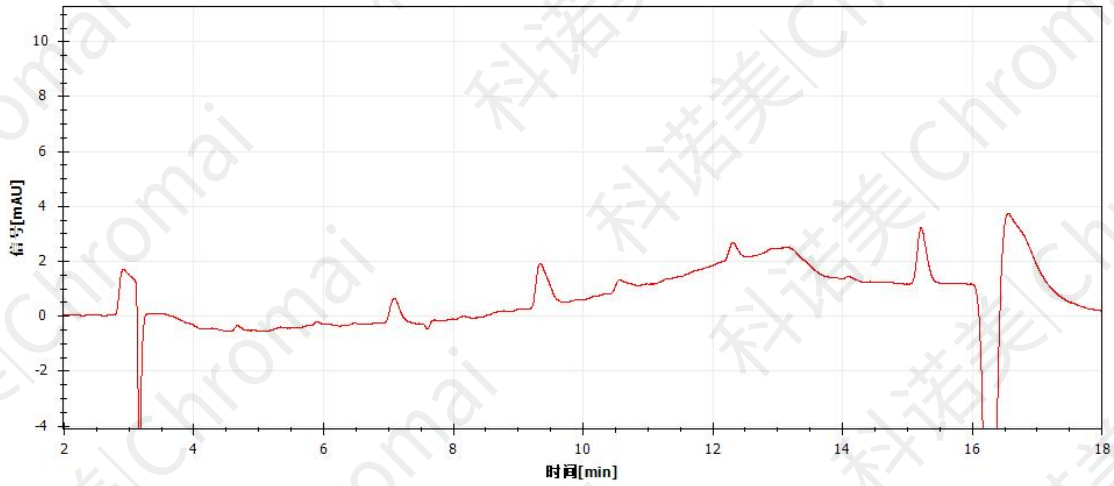


图 2 湖水样品测试色谱图

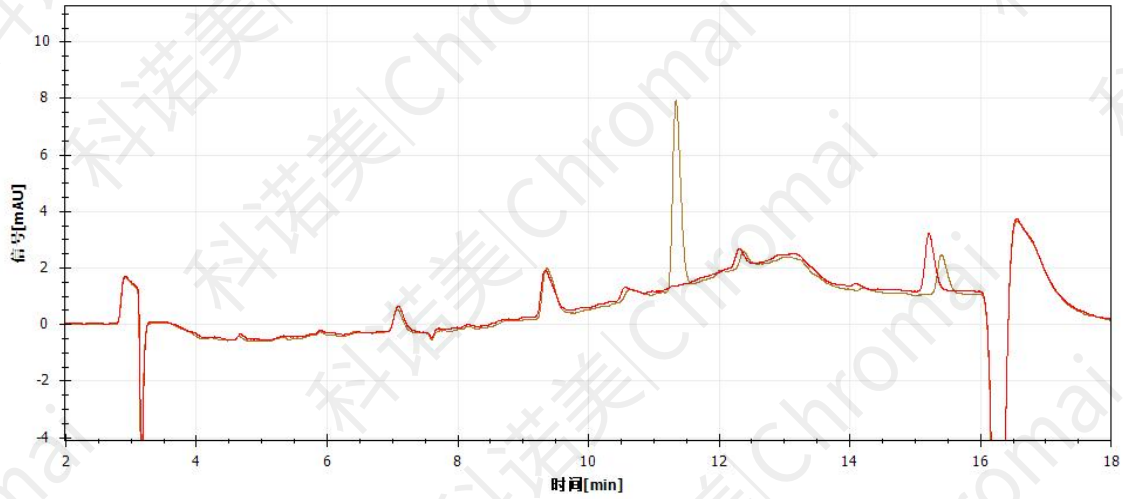


图 3 湖水样品加标回收测试色谱图

结论：本方案采用科诺美在线固相萃取-高效液相色谱法，利用样品在线浓缩和净化，通过阀切换方式，将富集的化合物在线转移至分析流路进行定量分析。该方法线性良好，相关系数大于 0.999；保留时间重复性为 0.12%，峰面积重复性为 1.16%；北京市怀柔区雁栖湖湖水的加标回收率为 92.8%。与国标方法比较，在线固相萃取法前处理简单，稳定性好，灵敏度高，更适用于水中甲萘威的测定。