

反相高效液相色谱法测定土壤中甲黄隆残留

马 利, 孙长华, 李春娟
(黑龙江省质量监督检测研究院, 黑龙江哈尔滨 150050)

摘要: 建立了反相高效液相色谱测定土壤中甲黄隆残留量的方法。试验以甲醇:水:冰乙酸(60:40:1, 体积比)为流动相进行洗脱, 采用 C₁₈ 柱分离, 利用紫外检测器在 227 nm 波长下检测。该方法在 0.50~10.0 mg·L⁻¹ 范围内呈良好线性, 相关系数为 0.9997, 检测限为 0.005 mg·kg⁻¹, 方法的回收率为 86%~98%, 精密度为 2.32%~4.04%, 用于土壤中甲黄隆残留检测效果良好。

关键词: 高效液相色谱法; 土壤; 残留; 甲黄隆

中图分类号: O658 文献标识码: A 文章编号: 1002-2767(2009)05-0065-02

Determination for Metsulfuron Residue in Soil by High Performance Liquid Chromatography

MA Li, SUN Chang-hua, LI Chun-juan
(Heilongjiang Provincial Quality Supervision and Test Institute, Harbin, Heilongjiang 150050)

Abstract: The high performance liquid chromatography method was developed for the determination of metsulfuron in soil. The chromatographic analysis was carried out using the mobile phase consisted of methanol, water and acetic acid (60:40:1, v/v), and the detection at 227 nm. The linear range was 0.50~10.0 mg·L⁻¹, and the detection limit was 0.005 mg·kg⁻¹, spiked recoveries rate was 86%~98%, and the RSDs was 2.32%~4.04%. This method operated simple and detection effect of metsulfuron in soil was good.

Key words: HPLC; soil; residue; metsulfuron

甲黄隆除草剂(metsulfuron-methyl)属黄酰脲类农药,具有用药量少、选择性强等特点^[1]。但是在施用过程中发现,低浓度的甲黄隆对下茬的水稻、玉米、蔬菜等作物仍有危害,有的地区相当严重,因此,了解其在土壤中的环境行为,对合理用药,防止作物受害和保护环境是非常必要的^[2],建立土壤中甲黄隆的分析方法就更为必要。目前,检测土壤中残留甲黄隆的方法较少,一般用液相色谱法,使用甲醇-水(70:30, V/V)作流动相^[3]。本文采用反相高效液相色谱法测定土壤中甲黄隆的残留,对液相色谱法进行了改进,建立的方法检测甲黄隆峰形好、操作简单,灵敏度、精密度和回收率良好,可满足土壤中甲黄隆的监测。

1 实验

1.1 仪器和试剂

Agilent1200 液相色谱仪(美国安捷伦公司生产,配

紫外检测器),甲黄隆标样(纯度为99.5%,国家标准物质中心提供);甲醇为液相色谱纯,无水硫酸钠(在马弗炉内350℃烘烤3h,放入干燥器待用)、冰乙酸、三氯甲烷(均为分析纯,天津科密欧化学试剂有限公司提供)。

1.2 标准溶液的配制

储备液:准确称取甲黄隆标样10.0mg,用甲醇溶解定容,配成浓度为100mg·L⁻¹的标准溶液,作为储备液。

标准工作系列:分别移取甲黄隆标准储备液0.25、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL,以甲醇稀释定容至50mL,标准工作系列中甲黄隆的浓度分别为0.5、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0mg·L⁻¹。

1.3 样品处理

土壤样品在阴凉通风处自然风干后,称取40g(过40目)置于100mL锥形瓶中,加入三氯甲烷70mL,以振荡器振荡3h。过滤并用30mL甲醇洗涤样品及滤纸,滤液及洗涤液经无水硫酸钠干燥脱水后,在45℃下旋转蒸发浓缩至干,以甲醇溶解转移残渣并定容至2mL。

收稿日期:2009-06-15
第一作者简介:马利(1953-),女,辽宁省辽阳市人,高级实验师,主要从事质量管理工作。E-mail: lidg86@yahoo.com.cn

1.4 色谱条件

色谱柱: C₁₈(4.6 mm×150 mm, 5 μm); 流动相为 甲醇∶水∶冰乙酸(体积比为 60∶40∶1); 流速: 1.0 mL·min⁻¹; 检测波长: 227 nm; 柱温: 30℃; 进样量: 10 μL; 外标法定量。

2 结果与讨论

2.1 检测波长的确定

在 200~300 nm 波长范围内, 比较不同检测波长下甲黄隆峰面积, 选择 227 nm 作为最佳检测波长。

2.2 流动相的选择

选用甲醇+水作流动相, 流动相中水比例增大、分析时间增长, 色谱峰变宽; 甲醇比例增加, 而分离效果变差。试验比较了流动相中甲醇和水的比例为 90∶10、80∶20、70∶30、60∶40、50∶50 的分析时间和峰形, 结果显示流动相中甲醇和水的比例为 60∶40 时, 峰形最好但仍有一定程度拖尾, 在流动相中加入 1%醋酸, 峰形明显改善。试验确定, 流动相的组成中甲醇∶水∶冰乙酸的体积比为 60∶40∶1。

2.3 柱温的选择

试验比较了 25、30、35、40℃不同柱温对甲黄隆响应值和保留时间的影响, 变化不明显, 本试验柱温为 30℃。

2.4 典型标样及样品色谱图

在所建立的试验条件下, 甲黄隆的保留时间为 5.16 min, 获得标样、样品的色谱图见图 1、图 2。

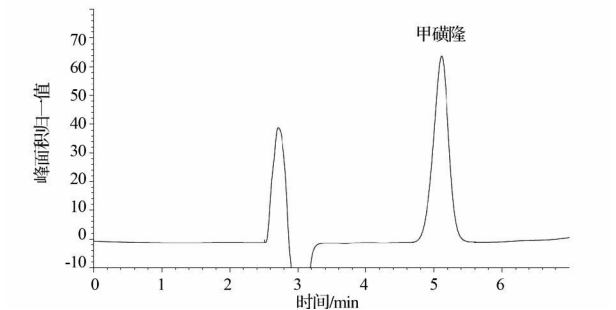


图 1 甲黄隆标样色谱图

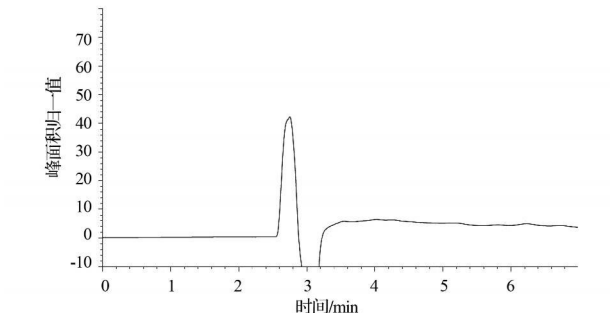


图 2 土壤样品典型色谱图

2.5 线性关系与检测限

在上述色谱条件下测试标准工作系列, 以甲黄隆峰面积 y 对浓度 x 绘制标准工作曲线, 线性方程为 $y=24.1x+140.6$ 相关系数为 0.9997, 方法在 0.50~10.0 mg·L⁻¹ 浓度范围内呈良好线性。通过测试 0.50 mg·L⁻¹ 甲黄隆标准溶液, 以 $S/N=3$ 计算仪器的最小检测浓度为 0.10 mg·L⁻¹, 根据样品处理过程计算, 方法的检测限为 0.005 mg·kg⁻¹。

2.6 方法的回收率和精密度

取经检测未检出甲黄隆的土壤样品, 分别添加 3 个浓度水平(0.050、0.200、1.00 mg·kg⁻¹), 按照上述方法检测, 考察方法的回收率以及方法的精密度(见表 1)。

表 1 方法的回收率和精密度(n=6)

| 本底值 X / mg·kg ⁻¹ | 添加浓度 C / mg·kg ⁻¹ | 实测值 X ₁ / mg·kg ⁻¹ | 实测添加值 C ₁ / mg·kg ⁻¹ | 回收率 r / % | 精密度 RSD/ % |
|--------------------------------|---------------------------------|---|---|--------------|---------------|
| 0.00 | 0.050 | 0.043 | 0.043 | 86 | 4.04 |
| 0.00 | 0.20 | 0.18 | 0.18 | 90 | 3.85 |
| 0.00 | 1.00 | 0.98 | 0.98 | 98 | 2.32 |

3 结论

研究并建立了一种反相高效液相色谱法测定土壤中甲黄隆残留的方法, 该方法具有操作简单、分离效果好、准确度和灵敏度高的特点。在土壤中添加浓度分别为 0.05~1.00 mg·kg⁻¹, 回收率和精密度良好, 方法的检出限为 0.005 mg·kg⁻¹, 可满足农残测定的要求。

参考文献:

[1] 邓金保. 黄酰脲类除草剂综述[J]. 世界农药, 2003, 25(3): 224-229.
[2] 郎印海, 蒋新, 赵其国, 等. 黄酰脲除草剂在土壤中的环境行为研究进展[J]. 应用生态学报, 2002, 13(9): 1187-1190.
[3] 刘志坚, 陈道文, 蒋木庚, 等. 甲黄隆在麦田的残留动态研究[J]. 南京农业大学学报, 1993, 16(2): 96-99.

中央下拨 10 亿元支持农村环境整治

从人民网获悉: 环保部负责人表示, 继 2008 年农村环保专项资金设立后, 近日 10 亿元中央财政专项资金已陆续下达各地, 由此可带动农村环保投资近 15 亿元。

该负责人介绍, 10 亿元专项资金中, 约 9.2 亿元用于支持 1 200 多个环境问题突出的村庄开展环境综合整治, 其中近 70% 的村庄位于水污染防治重点流域、区域和国家扶贫开发工作重点县范围内; 约 0.8 亿元支持 170 多个全国环境优美乡镇、国家级生态村开展生态示范建设, 将有 900 多万民众直接受益。