

GC-FPD 法测定地表水中有机磷农药残留

GC-033

摘要：本文采用二氯甲烷萃取水中微量有机磷农药，使用 RTX-1701 毛细管色谱柱，FPD 检测器进行测定。6 种有机磷农药的平均加标回收率在 80%~105%，平行 6 次测定相对标准偏差小于 4%，方法最低检出限在 0.0014~0.0024 mg/L，可用于地表水中有机磷农药的测定。

关键词：气相色谱 有机磷农药 地表水

有机磷类农药在防治病虫害方面具有不可替代的作用，因此广泛用于农业生产。但过分滥用农药以及交通运输事故、工厂违规排放等因素导致水体污染进而危及饮水安全。在我国水处理技术未趋完善，各地水平不一的情况下，更要加强监测。GB/T 5750.9-2006《生活饮用水标准检验方法 农药指标》中使用填充柱但分离效果不尽理想，且采用单一色谱条件可测量的有机磷农药数量不多等缺点，本文使用二氯甲烷萃取水中有机磷农药，并用 DB-1701 石英毛细管柱，程序升温气相色谱法同时对 GB 3838-2002《地表水环境质量标准》中 6 种有机磷农药进行定量测定，结果良好，可应用于环境监测行业地表水中有机磷类农药的检测。

氢气流量：62.5 mL/min

空气流量：90.0 mL/min

1.3 样品制备

1.3.1 标准溶液配制：

6 种有机磷标样购自美国 Restek 公司，浓度为 100 ppm。用色谱纯的二氯甲烷稀释混合标样，配置成浓度为 0.05、0.1、0.2、0.5、1.0、2.0 ug/mL 的标准工作溶液。

1.3.2 水样品前处理方法，如图 1. 所示

实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2010 Plus 带 FPD 检测器

1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-1701, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度：280℃

柱温程序：60℃ (1 min) - (20℃ / min) - 150℃ - (10℃ / min) - 260℃ (5 min)

恒线速度方式：40 cm/sec

进样方式：不分流进样，1 min

检测器温度：280℃

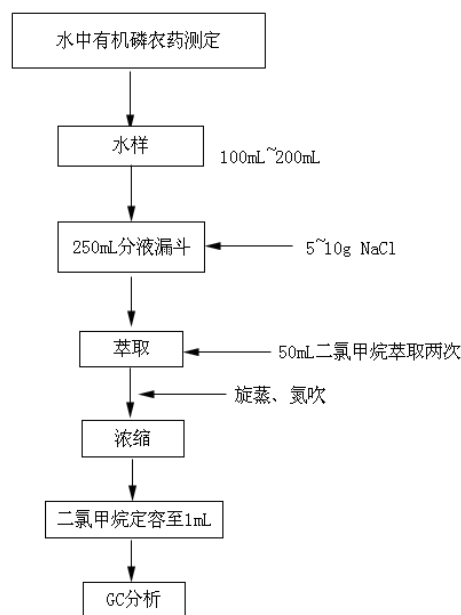


图 1. 水样品前处理流程图

结果讨论

2.1 标准样品的色谱图

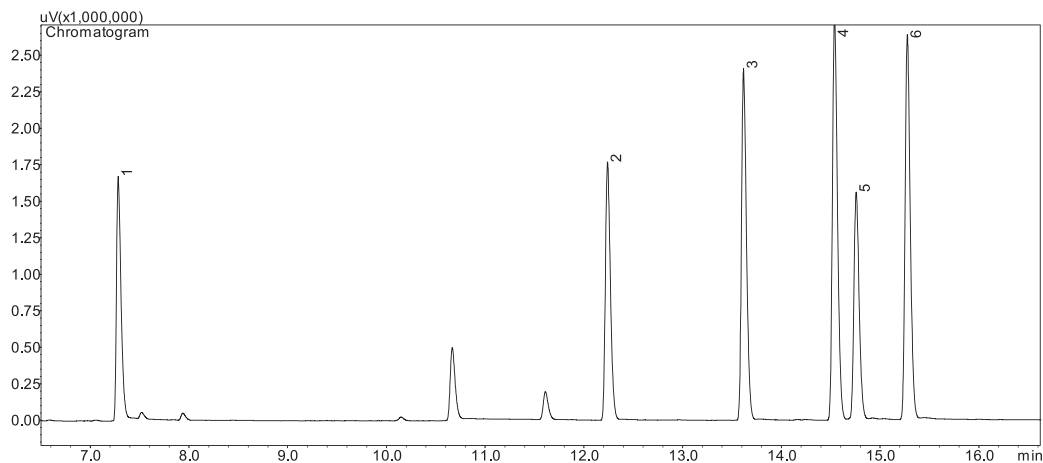
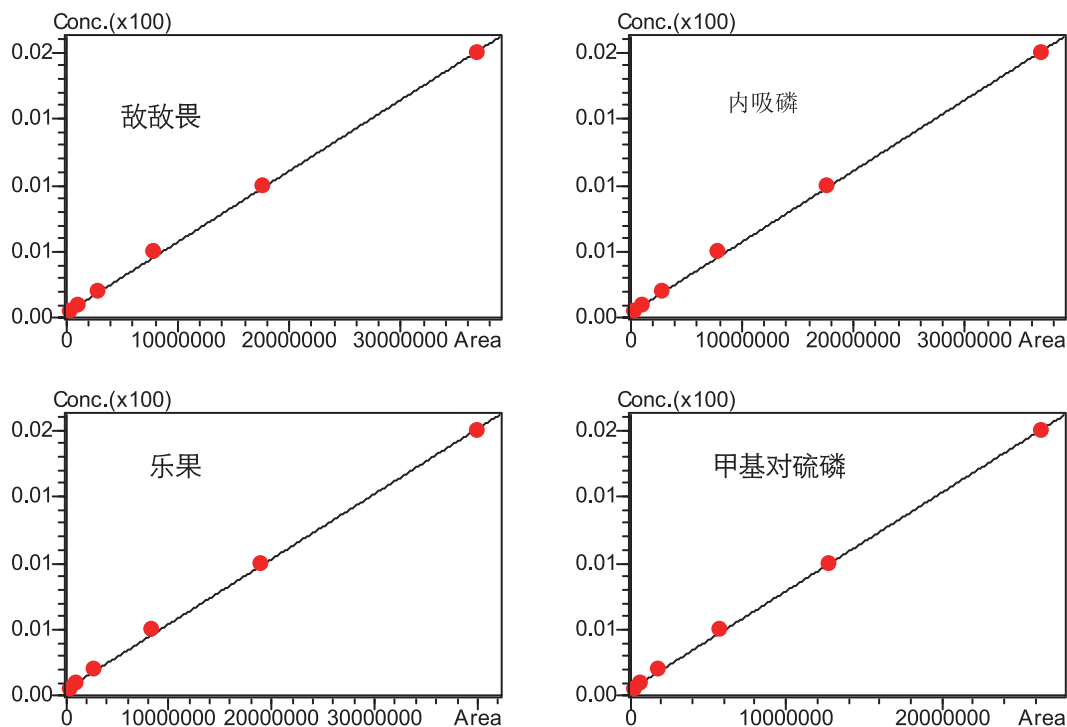


图 2. 混合标样色谱图 (0.5 ug/mL)

1 敌敌畏 2 内吸磷 S 3 乐果 4 甲基对硫磷 5 马拉硫磷 6 对硫磷

2.2 标准曲线

将浓度为 0.05、0.1、0.2、0.5、1.0、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准工作液按 1.2 中的分析条件进行测定，以峰面积为横坐标，浓度为纵坐标，绘制校准曲线如图 3 所示。6 种有机磷农药在 0.05 ~ 2.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内所得校准曲线线性关系良好，相关系数及检出限如下表 1 所示。



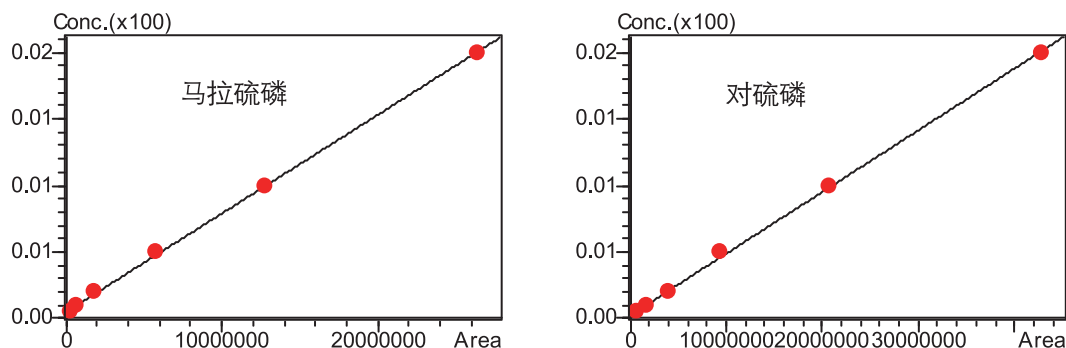


图3 6种有机磷农药的标准工作曲线

表1 6种有机磷农药校准曲线相关系数及检出限

No.	名称	相关系数 r	检出限(mg/L)
1	敌敌畏	0.9986	0.0024
2	内吸磷	0.9995	0.0022
3	乐果	0.9996	0.0016
4	甲基对硫磷	0.9997	0.0014
5	马拉硫磷	0.9998	0.0023
6	对硫磷	0.9997	0.0014

2.3 回收率测试

将混合标准溶液添加到水中，按照样品前处理方法制备，加标量分别为 0.05 ug 和 0.5 ug。各浓度加标样品平行制样 6 次。回收率及平行样相对标准偏差结果见表 2。

表2 有机磷农药加标回收率

序号	名称	加标1 平均回收率%		加标2 平均回收率%	
		0.05ug	RSD%(n=6)	0.5ug	RSD%(n=6)
1	敌敌畏	86.7	2.68	93.3	1.56
2	内吸磷	83.4	3.15	90.6	2.35
3	乐果	92.6	2.39	104.3	2.25
4	甲基对硫磷	87.1	1.24	95.3	1.37
5	马拉硫磷	85.3	2.83	101.2	2.47
6	对硫磷	93.8	1.25	98.5	1.48

结论

采用岛津公司 GC-2010 Plus 气相色谱仪 FPD 检测器对地表水中有机磷农药残留进行测定，前处理方法操作简单，检测灵敏度高，重现性好。本方法可用于地表水中有机磷农药残留的检测。