

LC-15C 用于农药喷雾液中的三嗪类除草剂的含量检测

LC-133

摘要：本文建立了一种使用岛津高效液相色谱仪 LC-15C 测定农药喷雾液中 6 种三嗪类除草剂的方法。本方法在 8 min 内快速分离 6 种三嗪类除草剂；不同浓度的精密度实验得到的保留时间和峰面积相对标准偏差分别在 0.02%~1.04% 和 0.38%~4.85% 之间，结果表明仪器精密度良好；基质加标校准曲线在 0.10~20 mg/L 范围内相关系数均大于 0.9997，方法检出限和方法定量限分别介于 0.0065~0.019 mg/L 和 0.021~0.060 mg/L 之间。

关键词：三嗪类除草剂农药喷雾液高效液相色谱仪

三嗪类除草剂是一类广泛用于农业生产中的选择性除草剂，目前在世界范围内广泛使用，约占农用除草剂的 30%。三嗪类除草剂用量大、性质稳定、持效期长，容易在环境和农产品中残留。该类农药一般要制成一定浓

度的喷雾进行喷洒，但浓度不宜过高，以免产生过量的残留。本文使用岛津高效液相色谱仪 LC-15C，建立了对农药喷雾液中三嗪类除草剂的检测方法，供相关检测人员参考。

实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津高效液相色谱仪 LC-15C。具体配置为：LC-15C 输液泵 ×2，SIL-10AF 自动进样器，CTO-15C 柱温箱，SPD-15C 紫外检测器，CBM-20A Lite 控制器，LCSolution 15C 色谱工作站。

1.2 分析条件液相条件

色谱柱：Inertsil ODS-SP 4.6 mm I.D.×250 mm L., 5 μm
流动相：A - 水；B - 乙腈；
流速：1.0 mL/min
柱温：40℃
进样量：10 μL

检测波长：225 nm 洗脱方式：等度洗脱，B 浓度为 70%。

1.3 样品制备

1.3.1 基质标准工作曲线配制

用乙腈配制浓度为 200 mg/L 的上述 6 种农残，用乙腈稀释制备得到 20 mg/L 的混合标样；再依次用水稀释得到浓度点分别为 0.10、0.20、0.50、1.0、5.0、10、20 mg/L 的标准工作液用于建立基质曲线。

1.3.2 样品前处理方法

准确量取 5mL 水样于离心管中，10000 rpm 高速离心 5 min，取上清液过 0.22μm 滤膜后待测。

结果讨论

2.1 标准样品的色谱图

三嗪类除草剂混合标样的色谱图如图 1 所示。

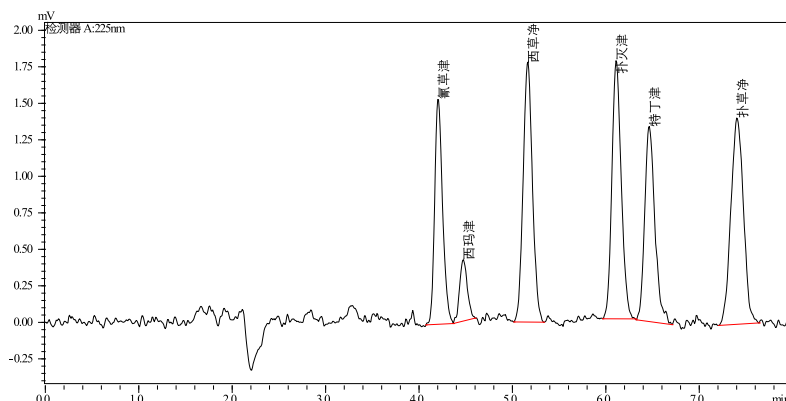


图1 浓度为 0.10 mg/L 的三嗪类除草剂标准样品色谱图

2.2 线性关系

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，采用外标法建立校准曲线，如图 2 所示，6 种三嗪类除草剂在 0.10~20 mg/L 的线性浓度范围内，线性相关性良好，相关系数在 0.9997~0.9999 之间，方法检出限和定量限分别介于 0.0065~0.019 mg/L 和 0.021~0.060 mg/L 之间（见表 1）。

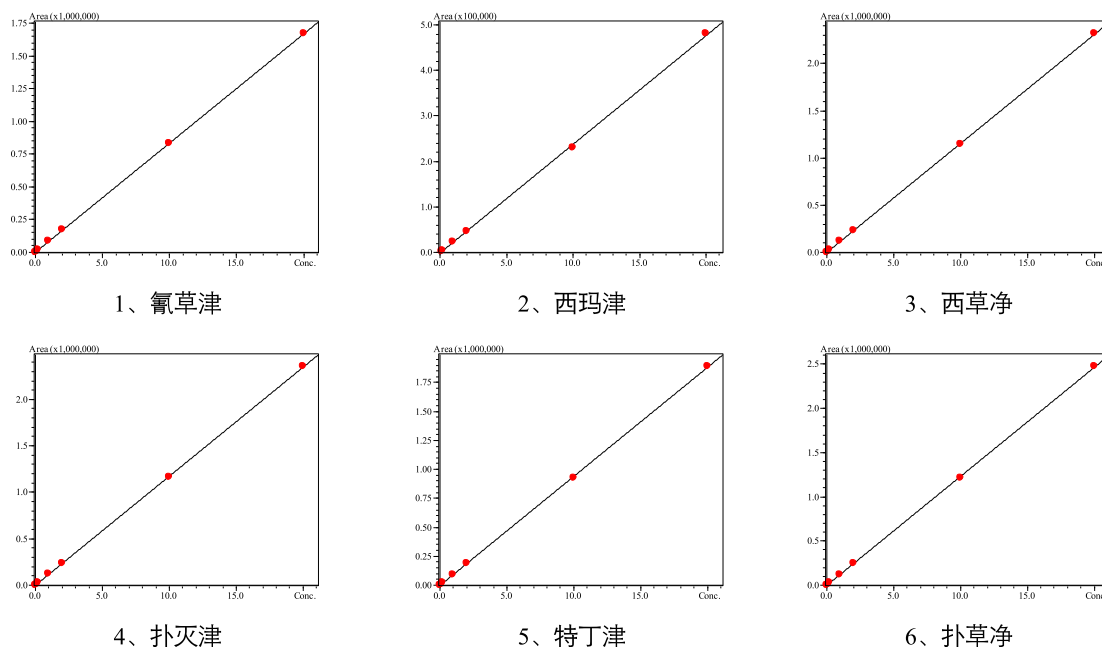


图2 6种三嗪类除草剂的标准曲线

表1 三嗪类除草剂的校准曲线参数、检出限及定量限

名称	校准曲线	线性范围 (mg/L)	相关系数 (R)	检出限 (mg/L)	定量限 (mg/L)
氰草津	$Y = (83374)X + (1012)$	0.10~20	0.9999	0.0065	0.021
西玛津	$Y = (23898.8)X + (-1387.62)$	0.20~20	0.9997	0.017	0.055
西草净	$Y = (115477)X + (-311.875)$	0.10~20	0.9999	0.009	0.029
扑灭津	$Y = (117341)X + (-470.65)$	0.10~20	0.9999	0.0088	0.028
特丁津	$Y = (94108.7)X + (-1506.32)$	0.10~20	0.9999	0.012	0.037
扑草净	$Y = (123232)X + (-1484.24)$	0.10~20	0.9999	0.019	0.060

2.3 精密度实验

配制低中高不同浓度的混合标样依次进样（浓度见表 2），平行测定 6 次，6 种物质的保留时间相对标准偏差和峰面积的相对标准偏差分别在 0.02%~1.04% 和 0.38%~4.85% 之间，结果表明系统具有良好的精密度。

表4 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

样品名称	RSD%(0.1 mg/L)		RSD%(1.0 mg/L)		RSD%(10 mg/L)	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
氰草津	1.04	2.30	0.09	0.73	0.03	0.38
西玛津	0.79	4.85	0.08	2.02	0.02	1.68
西草净	0.85	2.37	0.10	0.85	0.23	0.46
扑灭津	0.96	1.75	0.14	0.42	0.04	0.50
特丁津	0.92	2.81	0.14	0.41	0.04	0.51
扑草净	0.84	2.49	0.15	0.61	0.23	0.48

2.4 基质加标实验

图3为农药喷雾液基质按照1.3中样品制备方法所得色谱图。往水基质中添加6种三嗪类除草剂混合标样，加标色谱图如图4所示，从图4中可以看到，基质加标样品在定量限以上均有很好的响应，加标回收率结果见表3。

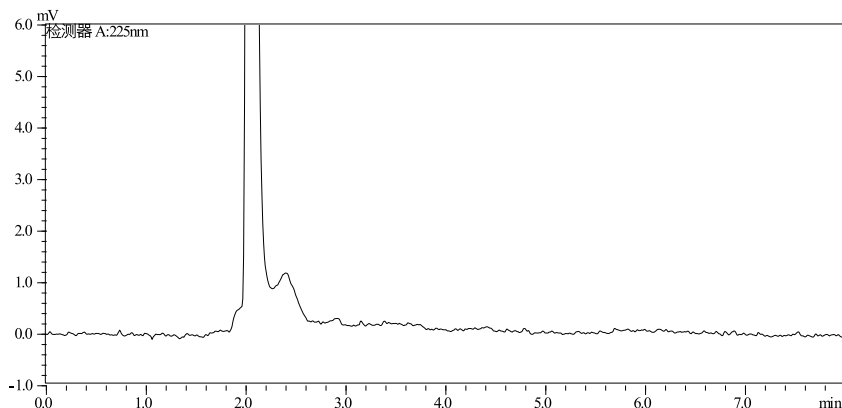


图3 空白喷雾水基质色谱图

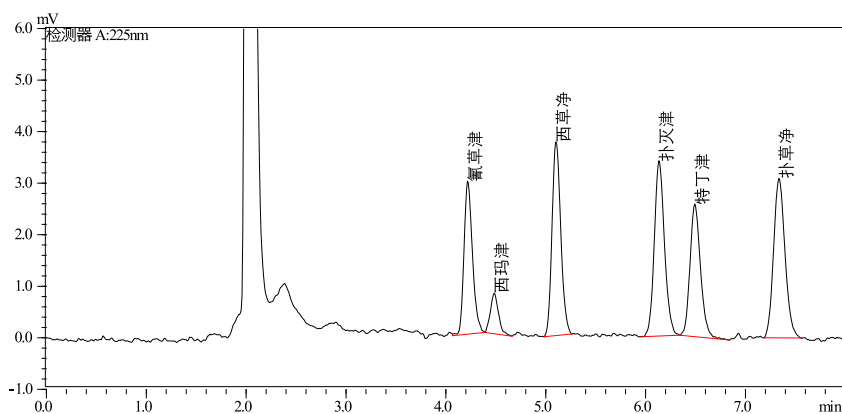


图4 喷雾水基质加标 0.20 mg/L 色谱图

表3 农药喷雾液中三嗪类除草剂检测与加标回收率结果（空白水样中未检出目标物，n=3）

名称\加标浓度	0.2 mg/L		2.0 mg/L	
	回收率(%)	RSD (%)	回收率(%)	RSD (%)
氰草津	97.0	2.3	105.4	0.3
西玛津	120.3	3.1	103.3	0.4
西草净	104.7	3.7	104.9	0.4
扑灭津	104.2	0.3	105.0	0.3
特丁津	105.6	1.9	105.2	0.6
扑草净	106.6	1.9	104.4	0.6

■ 结论

本文建立了一种使用岛津高效液相色谱仪测定农药喷雾液中三嗪类除草剂的分析方法。6种三嗪类除草剂在0.10~20 mg/L线性范围内,相关系数在0.9997~0.9999之间,方法检出限和定量限分别介于0.0065~0.019 mg/L和0.021~0.060 mg/L之间。对低中高不同浓度的混合标准溶液进行精密度实验,连续6次进样保留时间和峰面积的相对标准偏差分别在0.02%~1.04%和0.38%~4.85%之间,仪器精密度良好。6种三嗪类除草剂农药喷雾液不同浓度加标回收率在97.0%~120.3%之间。实验结果表明该方法可以满足农药喷雾液中三嗪类除草剂的检测需求。