

水中三唑类农药残留的测定

(1.PromoChrom Technologies Ltd 2.北京绿绵科技有限公司)

三唑类农药杀菌剂广泛使用于水果、蔬菜和粮食作物上，是目前我国使用量较大的一类农药。由于三唑类农药会干扰内分泌系统，大量使用会对人类健康和环境产生危害。

本文使用 PromoChrom SPE-03 全自动固相萃取仪，GC-MSD 对水中的三唑类农药进行测定。不仅方法结果回收率良好，而且相较于传统的手工固相萃取方式，既省去了人工繁琐的操作，提高效率，又减小了人工误差。

关键词：三唑类农药，水，SPE-03 全自动固相萃取仪

1、仪器与试剂

GC-MSD: Agilent 5975B GC- MS，配置 7683 自动进样器，HP-5 MS UL 色谱柱。

全自动固相萃取仪：SPE-03，PromoChrom Technologies

三唑类农药混合标液：三唑酮、多效唑、己唑醇、烯效唑、腈菌唑、氟硅唑、丙环唑、戊唑醇，浓度为 5 微克/毫升，溶剂为甲醇。

SPE 小柱：C18 500mg/6mL，Supelco。

2、水样品制备方法

取 500 毫升自来水，加入 100 微升混合标液，超声混合后，得到水中三唑类农药浓度为 1ppb 的农药水溶液。手动固相萃取方式和 SPE-03 各处理 3 个样品和一个空白。

2.1 手动方法

手动方法 (气密室固相萃取装置加真空泵)：SPE 柱先用 10 毫升甲醇活化，再用 10 毫升水平衡，上水样 500 毫升。用空气吹干后先用 3 毫升甲醇洗脱，再用 7 毫升乙酸乙酯洗脱。合并两个组分后用氮吹仪浓缩近干，然后用丙酮+正己烷 (1: 1) 定容至 1 毫升。



2.2 SPE-03 全自动方法

将上述 2.1 中的手动方法转换为 SPE-03 方法如下：

行号	操作	流速	体积	注释
0	Elute 1	5	10.0	用溶剂 1（甲醇）淋洗 10 毫升, 流速 5 毫升/分。
1	Elute 2	5	10.0	用溶剂 2（水）淋洗 10 毫升, 流速 5 毫升/分。
2	Add samp	5	500.0	加样 500 毫升, 流速 5 毫升/分。
3	Blow air	20	40	用 40 毫升空气吹干 SPE 柱
4	Elute 1	5	0.2	将淋洗溶剂切换到甲醇。
5	Collect 1	5	3.0	继续用甲醇淋洗, 收集 3 毫升组分到试管 1。
6	Elute 3	5	0.2	将淋洗溶剂切换到乙酸乙酯。
7	Collect 1	5	7.0	继续用乙酸乙酯淋洗, 收集 3 毫升组分到试管 1。

后续的浓缩定容和仪器分析与手动处理相同。

3、结果与讨论

图 1 为：8 种三唑类农药的色谱图，黑色为标样图谱，蓝色为手动方法图谱，红色为 SPE-03 自动方法图谱。

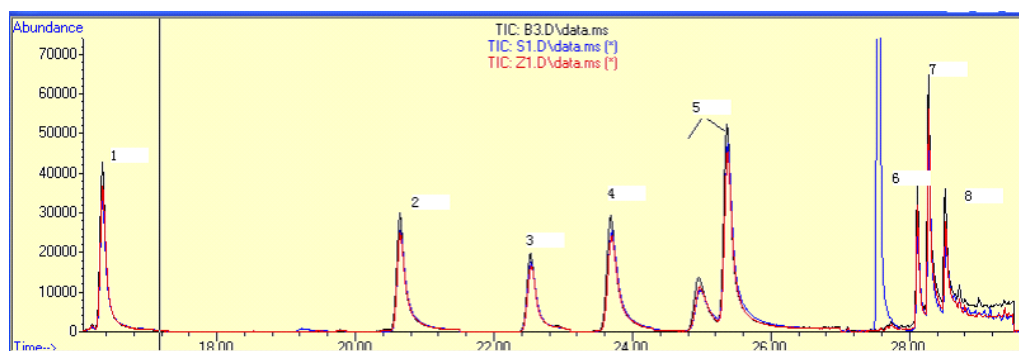


图 1 八种三唑类农药的 GC-MS 图谱

（出峰顺序为三唑酮、多效唑、己唑醇、烯效唑、腈菌唑、氟硅唑、丙环唑、戊唑醇）

以下手动和 SPE-03 两种处理的结果比较：

序号	农药名称	手动回收率%	SPE-03 回收率%	手动 RSD%	SPE-03 RSD%
1	三唑酮	76	99	8	2
2	多效唑	83	97	14	6
3	己唑醇	88	100	14	5
4	烯效唑	83	93	13	5
5	腈菌唑	77	95	10	5
6	氟硅唑	90	93	5	6
7	丙环唑	83	101	15	7
8	戊唑醇	82	93	6	4

本方法用采用 SPE-03 全自动固相萃取仪自来水中浓度为 1ppb 的八种三唑类农药进行萃取富集, 其加标回收率 93~101%, RSD 2~7%。SPE-03 全自动固相萃取仪完全符合该方法的应用要求, 并且在回收率和重复性上表现优异。由于 SPE-03 可以稳定控制流速, 回收率和重复性都要明显优于手动处理。