

草甘膦测试报告

草甘膦 (分子式 $C_3H_8NO_5P$) 化学名称为 N-(磷酰基甲基)氨基乙酸, 具有广谱高效、低毒、易分解、无残留等特性, 是农业生产中应用最为广泛的除草剂之一。草甘膦在陆地应用后经雨水冲刷或淋溶作用而进入地表水或浅层地下水, 对生物体造成危害。我国生活饮用水卫生标准 (GB5749-2006) 中草甘膦的卫生标准限值为 0.7mg/L。本文利用 LC-5510 液相色谱仪、荧光检测器及柱后衍生装置检测水中草甘膦含量。方法检出限、进样重复性及线性相关系数等指标均可达到国标要求。

测试条件

样品名称: 草甘膦标准品、自来水

仪器设备:

带有自动进样器的 LC-5510 高效液相色谱仪(含高压二元泵)、荧光检测器、柱后衍生装置、LC-5510 (Offline) 色谱工作站。

色谱条件:

色谱柱: SH-AS-4 阴离子交换柱

流动相: pH2~3 的磷酸二氢钾的甲醇水溶液

柱温: 室温

进样量: 200 μ l

流速: 0.7mL/min

衍生剂 1 流速: 0.5mL/min

衍生剂 2 流速: 0.5mL/min

柱后衍生温度: 60 $^{\circ}$ C

激发波长: 335nm 发射波长: 422nm

流动相梯度: 等度洗脱

测试结果

标准谱图:

如图 1 所示, 该谱图为 200 μ l 进样量下 1mg/L 草甘膦的标准谱图, 信噪比较高且峰型对称。

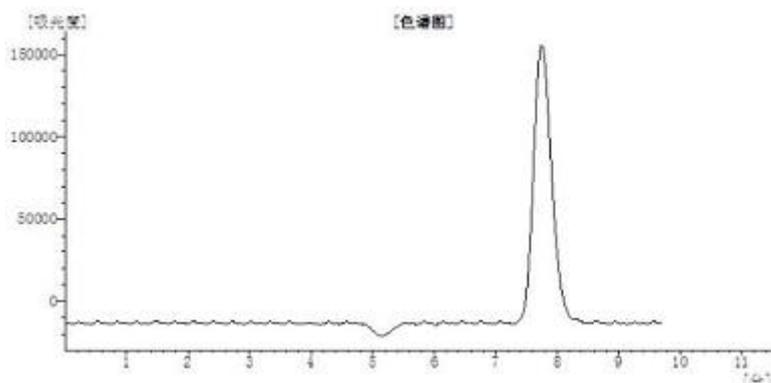


图 1 1mg/L 草甘膦标准谱图

线性关系:

精密称取草甘膦标准品配制标准系列溶液, 浓度分别为 0.025、0.05、0.10、0.50、1.00 μ g/mL。分别进样标准系列溶液, 进样量 200 μ l。进样结果见表 1, 线性关系良好。

序号	浓度 $\mu\text{g/mL}$	峰面积
1	0.025	89017
2	0.05	163895
3	0.10	313025
4	0.50	1676372
5	1.00	3416460

曲线方程： $Y=170090.22X+0.00$ 相关系数： 0.99993

表1 草甘膦标准品线性关系

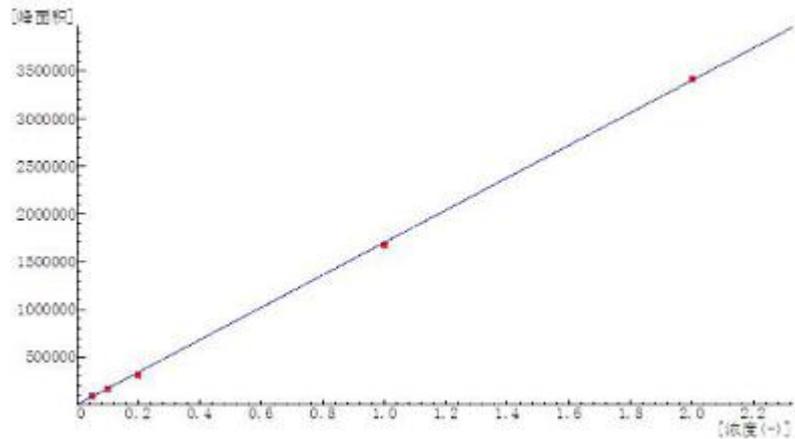


图2 草甘膦标准曲线

重复性考察：

1mg/L草甘膦标准溶液重复进样5次,记录峰保留时间及峰面积,计算保留时间及峰面积的标准偏差,得到草甘膦进样重复性,保留时间及峰面积重复性均在1%以内。见图3：



图3 草甘膦重复性

水样测试：

自来水直接进样,草甘膦未检出。谱图见图4：

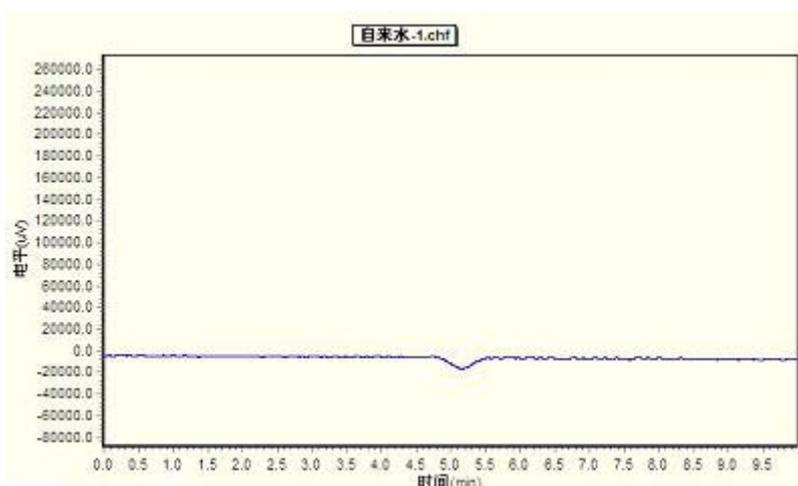


图4 自来水谱图

加标回收率：

自来水中加标 $0.10\mu\text{g/mL}$ ，进样测试，4次此加标测试回收率分别为98.3%、104.6%、101.9%和105.7%，回收率在（98.3~105.7）%之间，结果良好。