# 土壤中有机氯农药残留采用气相色谱法的测定

来源：网络 作者：九曲桥畔 更新时间：2024-01-07

*由于土壤中的基质复杂，土壤萃取液中往往会有色素等干扰物被一起萃取出来，下面是小编搜集整理的土壤中有机氯农药残留测定方法探究的论文范文，供大家阅读查看。 有机氯农药曾被广泛应用于农业杀虫和疾病预防控制上，但是，由于其具有不易分解、高残留、...*

由于土壤中的基质复杂，土壤萃取液中往往会有色素等干扰物被一起萃取出来，下面是小编搜集整理的土壤中有机氯农药残留测定方法探究的论文范文，供大家阅读查看。

有机氯农药曾被广泛应用于农业杀虫和疾病预防控制上，但是，由于其具有不易分解、高残留、化学性质稳定的特点，因此，对环境造成了一定的影响。本文结合具体的实验，对气相色谱法测定土壤中有机氯农药残留进行了探讨，希望能给相关人员提供一定的帮助。

1实验部分

1.1实验仪器和试剂

实验仪器：气质联用仪、Agilent气相色谱仪7890A-Agilent质谱5975C、BUCHIE916加速溶剂萃取仪、40mL萃取池、BUCHIR-215旋转蒸发仪。

实验试剂：TEDIA公司的农残级正己烷、丙酮、二氯甲烷，有机氯混合标准溶液(含硫丹I、4,4-DDE、七氯、氯甲桥萘、狄氏剂、异狄氏剂、-BHC、-BHC、-BHC、环氧七氯、-BHC、硫丹II、4,4-DDD、硫酸硫丹、4,4-DDT)，内标为supelco公司的SVOC-InternalStandards(2000g/mL)，无水硫酸钠(分析纯，在400℃的温度下烘烤4h后冷却备用)，弗罗里硅土。

1.2实验条件

1.2.1色谱条件

进样口280℃，检测器温度280℃，HP-5毛细柱(30m0.25mm0.25升温60℃后停留2min,以30℃/min升温到210℃;以10℃/min升温到290℃，停留9min;载气为He气，柱流速为1mL/min;不分流。

1.2.2质谱条件

离子源温度230℃，四极杆温度150℃，EI电压70eV,电子倍增管电压1306V;溶剂延迟5min,选用离子选择模式(SIM)，调谐采用DFTPP调谐。

1.2.3加速溶剂萃取条件

萃取温度100℃，压力100bar,加热1min,静态保持5min,使用二氯甲烷-丙酮混合溶剂(1∶1)，循环2次。

1.3实验步骤

在萃取池底部加入一片纤维素滤膜，依次添加2g弗罗里硅土、20g与硅藻土充分混匀的土壤样品、回收率指示物、2g石英砂，然后将纤维素滤膜置于萃取池顶端;打开加速溶剂萃取仪萃取，完成后，将萃取液经无水硫酸钠过滤脱水后，再经旋转蒸发仪浓缩至1mL,取200L,加入10L内标，待GC-MS分析。

2结果和讨论

2.1色谱分离效果

选用HP-5MS色谱柱，在上述色谱条件下，分离效果良好，有机氯标准色谱峰见图1.

2.2提取条件的选择

比较了常见的土壤萃取溶剂，包括正己烷、丙酮、丙酮/二氯甲烷(1∶1)、丙酮/正己烷(1∶1)的萃取效果。结果表明，丙酮/二氯甲烷或丙酮/正己烷的萃取效果比正己烷或丙酮等单一溶剂的萃取效果好。

由于加速溶剂萃取在高温下进行，因此，热降解是一个值得关注的问题。DDT在高温下会裂解为DDD和DDE.分别在温度为60℃、80℃和100℃的条件下萃取土壤中的有机氯，结果均未发现DDT降解为DDD和DDE.在100℃的温度下，有机氯可以提取完全，因此，将萃取温度选为100℃。

2.3净化方法的选择

由于土壤中的基质复杂，土壤萃取液中往往会有色素等干扰物被一起萃取出来。这些萃取物可能会干扰分析，或沉积在进样口和柱头，导致仪器分析性能下降。通常，通过凝胶色谱(GPC)或层析柱净化。其中，GPC净化成本过高，难以推广;而层析柱净化步骤烦琐，处理时间长。为简化净化步骤，在向萃取池中加样品前，先加入2g弗罗里硅土，其结果证实有机氯的回收率未受影响，而土壤中的干扰物有所减少，从而达到了在萃取过程中同步完成净化的目的。

2.4质谱条件的选择

检测土壤中的有机氯通常使用电子捕获检测器(ECD)，质谱检测器的灵敏度低于ECD检测器，但是质谱检测器的定性能力远强于ECD检测器。为了保留质谱检测器的定性优势，同时得到接近于ECD检测器的灵敏度，采用了离子选择模式(SIM)。

2.5方法的检出限、回收率和精密度

用空白土壤样品进行加标(10g/kg)实验，重复6次，以测定结果的相对标准偏差的3倍作为方法检出限，并同步计算回收率和精密度，结果如表2所示。

由表2可知，15种有机氯的方法检出限为0.9~1.9g/kg,回收率为74.3%~87.9%,精密度为1.0%~3.6%.

3结束语

综上所述，如果土壤中存在有机氯农药残留，将会对土壤土质造成一定的破坏。因此，我们需要采用气相色谱法对土壤进行测定，以检查土壤有机氯农药的残留量，从而为土壤净化提供帮助，大大降低净化难度。

参考文献

[1]董冀川，杨琼.气相色谱法同时分析测定土壤中15种有机氯农药残留[J].中国环境监测，202\_(04)

[2]贾丽娟，邓芸芸.气相色谱-串联质谱法测定土壤中的有机氯农药[J].色谱，202\_(06)

本DOCX文档由 www.zciku.com/中词库网 生成，海量范文文档任你选，，为你的工作锦上添花,祝你一臂之力！