农业环境保护 xZZZs xEo yp HΔZ ~Ew
Ξυ6 3 μσ2 0 χ6 3 2 1 σ2 8 ξ0 φ6 3 8σπ8χ3 2

反相高效液相色谱法检测水、土壤中的除草醚

渠 锋 莫汉宏* 安凤春

（中国科学院生态环境研究中心，北京 xτααιEB）

摘 要 介绍了应用反相高效液相色谱检测水、土壤中除草醚的方法。该方法对除草醚在水和土壤中的回收率分别为ZZ ιαω%和Zy ιB%，最小检出浓度分别为x ια ×xω⁻ʸ 1 υv ∂ 和wιαx 1 υvωυ 。

关键词 除草醚 反相高效液相色谱 水 土壤

除草醚化学名称为ys A—二氯苯基—A—硝基苯基醚，英文名为ys A—ρχπφ0 3 6 3 4 φσ2 3 0 —A—2χ8 6 3 4 φσ2 3 0σ8φσ6 ，通用名为2χ8 6 3τσ2 。常用于稻田、棉田、菜地、松树苗圃、花生、大豆、谷类作物地除草，是我国使用的除草剂的主要品种之一。

美国在xZEB 年Z 月E 日后已禁止使用除草醚，法国规定其在蔬菜中的最高残留限量为wιx 1 υvωυ ，俄罗斯规定不得检出。我国根据全国农药登记评审委员会建议，农业部、化工部、全国供销合作社决定在yταaω 年xy 月zx 日停止生产除草醚（用作中间体的除外），撤消除草醚农药“生产批准证书”，yταιx 年xy 月zx 日前停止销售和使用除草醚，撤消除草醚“农药登记证”。

这样一来建立各种环境样品中除草醚的分析方法就更为必要。检测环境样品中除草醚的残留，常用的方法为气相色谱法，电子捕获检测器θxκ 或火焰离子化检测器θyκ 。对于液相色谱检测水、土壤中的除草醚，国内报道较少。本文报道用ϱ ϕ —ΦϕΠ 方法检测水、土壤中除草醚的研究结果。

x 实 验

x ια 实验仪器、药品

∂Π—z Ξ 液相色谱仪（s φχ1 ξρ4 9 ），β-γ P —y 型 yBA 2 1 固定波长紫外检测器，yB ×wυAΓoχ ιφ ιφ π1 Π_xE 不锈钢柱；ϰ η ε —Π 空气浴振荡器；旋转蒸发器。

除草醚，德国进口，含量Λ ZZιZ%；甲醇，分析纯，配标用的经全玻璃二次蒸馏；二氯甲烷，分析纯，全玻璃二次蒸馏；二次蒸馏水。

x ιy 实验过程

x ιy ια 水中除草醚的萃取θzκ

yBω 1 ∂ 分液漏斗中加入xταω 1 ∂ 水样和z υ ϑξΠ0 ，混合均匀。加入zω 1 ∂ΠΦ yΠ0 y，充分振荡y 1 χ2 ，收集有机相。水相再以yω 1 ∂ 、xω 1 ∂ΠΦ yΠ0 y 萃取两次。合并萃取液，过无水ϑξ yS ϕ A 干燥柱，用旋转蒸发器浓缩后，甲醇定容至x 1 ∂ 。

x ιy ιy 土壤中除草醚的萃取θzκ

称xωυ 土样置于xταω 1 ∂ 锥形瓶中，加入zω 1 ∂ΠΦ yΠ0 y，恒温振荡器上振荡zω 1 χ2 。倾出有机相，残渣再各用B 1 ∂ΠΦ yΠ0 y 振荡z 次，每次振荡xω 1 χ2 ，合并萃取液，过无水ϑξ yS ϕ A 干燥柱后浓缩，用甲醇定容至x 1 ∂ 。

x ιy ιz 检 测

色谱条件为HΠ_xE 柱，柱温yB ℃，流动相为甲醇：水（Eω：yω），流速x 1 ∂υ 1 χ2 ，检测波

---

* 通讯联系人

收稿日期 HxZZE—ιB—yA
修改稿收稿日期 HxZZE—ιZ—ιΓ

长 yBA ²¹ ，进样量控制在 x xxZuΓ ²υ 以下。除草醚的保留时间为 AuEA ¹χ² ，根据保留时间用外标法峰高定量。

y 结果和讨论

yux 流动相配比的选择

选用甲醇＋水和甲醇＋醋酸钠作流动相，后者峰高低且峰宽度过大。甲醇＋水作流动相，水量增大，分析时间过长，峰宽也增大；甲醇量增大，分离效果差。在甲醇∶水为 Zw∶xw、Ew∶yw、Δw∶zw、Γw∶Aw 的流动相配比中，以甲醇∶水 K Ew∶yw 的峰形良好。色谱图见图 x 。

图x 除草醚的液相色谱图

Ξ H除草醚色谱峰 O 、Π H溶剂峰

yuy 标准工作曲线

分别配制 ΔuAΓ、ΔAuΓ、zΔz uy μυv ¹∂ 除草醚标准溶液，在上述液相色谱条件下进样。实验表明，在 w～x xxZuΓ ²υ 的范围内，除草醚的含量与其峰高呈很好的线性关系，回归方程为³ KwuAyZ Z² ，相关系数⁶ KwuZZZ Δ。

yuz 水、土壤除草醚的添加回收率

表 x 为水添加除草醚回收率实验数据。除草醚在水中的浓度为 wux ～xwuw ¹υv ∂ 时，方法的平均回收率为 ZZuw%，变异系数平均为 ZuZ %。符合回收率 Λ Ew%，x ～xw ¹υv ∂ 变异系数±xw%，wux ～x uw ¹υv ∂ 变异系数±yw%的要求。

土壤中添加除草醚回收率（见表 y）平均为 Zy uB %，变异系数平均为 EuΔ %，符合农药残留分析要求。

表x 水中添加除草醚回收率

浓度 o ¹υ /∂p	实验次数	回收率 o %p	平均回收率 o %p	变异系数 o %p
wux	z	xwwuw±Aux	ZZuw±ZuE	ZuZ
x uw	z	EΔuy ±Bux		
xw	z	xwZuΓ ±wuE		

表y 土壤中添加除草醚回收率

浓度 o ¹υ /∂p	实验次数	回收率 o %p	平均回收率 o %p	变异系数 o %p
x uw	z	EAuΔ ±y ux	Zy uB ±Euw	EuΔ
xw	z	xwwuy ±x uE		

对于某些土壤，用二氯甲烷提取农药残留的提取液颜色较深。可改用甲苯^θzκ^提取，此提取液不需净化，转相成甲醇溶液后直接测定。

本方法对除草醚的最小检出量为 AuB ×xw⁻ᶻ υ ，在进样量为 Aμ∂ 时，除草醚在水中的最小检出浓度为 x ux ×xw⁻ʸ ¹υv∂ ，在土壤中为 wuxx ¹υvωυ 。

z 结 语

使用反相高效液相色谱检测水和土壤中除草醚的方法具有灵敏度高和快速、简便的优点。该方法对水中除草醚的最小检出浓度为 x ux ×xw⁻ʸ ¹υv ∂ ，土壤中为 wuxx ¹υv ωυ ；除草醚在水中的回收率为 ZZuw%，在土壤中的为 Zy uB %，符合农药残留检测要求。

参 考 文 献

x 陶大钧 u 气相色谱法测定丁草胺敌草胺除草醚 u 农业环境保护，xZZy Θx（B） HyzE～yAw

y 赵 莉等 u 西草净－除草醚、禾草丹－除草醚混合颗粒剂气相色谱分析方法研究 u 农药，xZZwΘyZ（x） HyΓ～yΔ

z δ ξ0χ7 4 σ 1 7 ωχ s ϵ σ8 ξ0 u ϵ 3 ρχτχσρ ϵ σ8 φ3 ρ τ3 6 8 φσ ΥΠ Pσ8 σ6 1 χ2 ξ8 χ3 2 3 τ Πφ0 3 6 3 4 φσ2 3 2 3 Ξπσ8 χπ Φσ6 οχπχρσ7 ο ϵ Πφ Ξ ξ2 ρ y sA－Pp χ2 s 3 χ0 ξ2 ρ δ ξ8 σ6 uT6 σ7 σ2 χ9 7 η Ξ2 ξ0 Πφσ 1 sxZEBΘyy HBxw～Bxx

作者简介

渠 峰，男，yB 岁，中国科学院生态环境研究中心 ZB 级硕士生。xZZE 年Δ 月始在国家化学试剂产品质量监督检验测定中心工作。