

文章编号 :1003- 8701(2012)01- 0044- 02

玉米田土壤中阿特拉津和乙草胺的测定

潘浦群¹, 肖真民², 韩永忠³, 马裕滨³, 逯忠斌^{4*}

(1. 吉林农业大学农业部参茸产品质量监督检验测试中心, 长春 130118; 2. 吉林省通化市农业技术推广总站, 吉林 通化 134000; 3. 吉林省参茸办公室, 长春 130021; 4. 吉林农业大学资源与环境学院, 长春 130118)

摘要: 利用毛细管气相色谱法检测土壤中阿特拉津和乙草胺残留量。结果表明, 阿特拉津和乙草胺在土壤中的添加回收率为 85.9%~87.6% 和 87.4%~89.4%, 变异系数分别为 3.93%~4.67% 和 4.67%~5.60%。回收率均大于 80%, 符合残留分析要求。

关键词: 土壤; 阿特拉津和乙草胺; 农药残留; 气相色谱

中图分类号: S482.4

文献标识码: A

Determination of Atrazine and Acetochlor in Corn Field Soil

PAN Pu-qun¹, XIAO Zhen-min², HAN Yong-zhong³, MA Yu-bing³, LU Zhong-bin⁴

(1. *Jilin Agricultural University, Ginseng and Antler Products Testing Centre of the Ministry of Agriculture, PRC, Changchun 130118*; 2. *Agricultural Technology Extension Station of Tonghua City, Jilin Province, Tonghua 134000*; 3. *Office of Jilin Ginseng, Changchun 130021*; 4. *College of Resources and Environment, Jilin Agricultural University, Changchun 130118, China*)

Abstract: Atrazine and Acetochlor residues in corn field soil were determined by gas chromatography. Results showed that the fortified recoveries of Atrazine and Acetochlor were 85.9~87.6% and 87.4~89.4%. Coefficient of variation were 3.93~4.67% and 4.67~5.60%. Recoveries ratio were more than 80%, which meet with requirements of pesticide residue analysis.

Keywords: Soil; Atrazine; Acetochlor; Chemical residue; Gas chromatography

阿特拉津和乙草胺, 是我国乃至世界上都应用很广泛的两种选择性除草剂, 均已被广泛应用于玉米、大豆、高粱等的杂草控制。阿乙合剂由于在玉米地安全、高效、低成本等原因, 一直以来是我国玉米田除草剂的当家品种^[1-3]。阿特拉津属低毒除草剂, 动物实验数据结果具有致癌、致畸作用, 对人有致突变作用^[4], 在土壤中残效期长。乙草胺具有较长的降解周期, 对人、动植物有一定的毒害作用。常年的实践和研究表明, 这两种除草剂对土壤及水生生物有比较明显的危害作用^[5-8], 破坏生态系统。阿特拉津和乙草胺如果土壤中残留量高,

对倒茬作物产生严重药害; 如果灌溉水中残留量高, 可使水稻大面积死亡, 因其对人体的致突变作用, 也对人类健康造成威胁。

1 材料与方法

1.1 试剂和仪器

试剂: 所有试剂正己烷、三氯甲烷、丙酮、氯化钠均为分析纯。乙草胺标准品含量为≥ 96%, 阿特拉津≥ 97%, 均由农业部环境质量监督检验测试中心(天津)提供。

仪器: 美国 Agilent-6890N 气相色谱仪, 配微池电子俘获检测器 μ -ECD, Chemstations 工作站; SHZ-88 水浴恒温振荡器; SHZ-88 型循环水用真空泵; RE-52AA 型旋转蒸发器(上海); 配自动进样器。

1.2 试验方法

1.2.1 仪器参数和测定条件

收稿日期: 2011-05-12

作者简介: 潘浦群(1976-), 男, 硕士, 实验师, 主要从事农产品质量安全研究。

通讯作者: 逯忠斌, 男, 教授, E-mail: luzhong1979@yahoo.com.cn

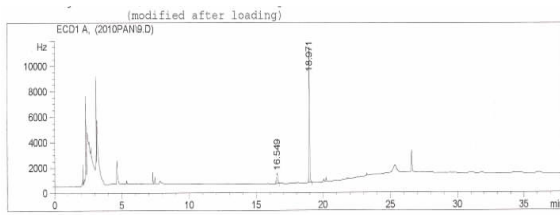


图1 阿特拉津和乙草胺标样色谱图

Agilent6890N 气相色谱仪(美国 Agilent 公司)带 μ -ECD 检测器;色谱柱:DB-17, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m 毛细管柱;进样口温度 280 $^{\circ}$ C; μ -ECD 检测器温度 300 $^{\circ}$ C;柱程序升温如下:起始温度 70 $^{\circ}$ C(保持 10 min),以升温速率 25 $^{\circ}$ C/min 升温至 180 $^{\circ}$ C(保持 10min),再以升温速率 10 $^{\circ}$ C/min 升至 260 $^{\circ}$ C(保持 25 min)。载气 (N_2) 流速:1.0mL/min,进样量:1 μ L,不分流。阿特拉津和乙草胺保留时间分别是 16.549、18.971 min。详见图 1。

1.2.2 样品前处理方法

准确称取土样 50.00 g,置于 250 mL 具塞三角瓶中,加水 15 mL,摇匀静置 10 min。加 70 mL

丙酮,放置在振荡机振荡 1 h,将提取液倒入铺有滤纸一层助滤剂的布氏漏斗减压抽滤。将抽滤液定容到 100 mL,取 50 mL 倒入 250 mL 分液漏斗中加 20 mL,10%NaCl,分别用 30 mL 三氯甲烷萃取 3 次,每次振 1~2 min,静置分层,分离出下层有机相,依次合并三氯甲烷相。然后用旋转蒸发器浓缩至近干,用正己烷定容至 5 mL,供气相色谱分析用。

2 结果与分析

2.1 添加回收实验

按照上述前处理方式和仪器条件,取空白土壤添加 2 个浓度水平(0.1 mg/kg、0.01 mg/kg)阿特拉津和乙草胺混合标准溶液,5 次重复,同时做空白样品对照,结果见表 1。从表 1 得知,阿特拉津和乙草胺在土壤中的添加回收率为 85.9%~87.6%和 87.4%~89.4%,变异系数分别为 3.93%~4.67%和 4.67%~5.60%。回收率均大于 80%,符合残留分析的要求。

表 1 土壤中阿特拉津和乙草胺添加回收率及精密度结果(n=5)

农药名称	添加水平 (mg/kg)	回收率(%)					平均回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
		1	2	3	4	5		
阿特拉津	0.01	90.2	88.4	90.6	82.1	86.7	87.6	3.93
	0.1	80.9	83.5	89.3	90.5	85.1	85.9	4.67
乙草胺	0.01	86.3	93.2	83.3	95.6	88.5	89.4	5.60
	0.1	90.2	88.5	87.8	80.4	90.3	87.4	4.67

2.2 线性范围、相关系数及检测限

分别用 0.1、0.25、0.5、1.0、2.0、5.0 mg/L 的阿特拉津和乙草胺混合标准溶液在上述仪器条件下分别进样 1 μ L,以响应值为纵坐标和标准溶液浓度为横坐标,制得标准曲线。结果表明,阿特拉津和乙草胺进样量与峰面积呈线性相关性,线性回归方程分别为 $y=12.4x+0.36$ 和 $y=8.6x+0.49$,相关系数分别为 0.991 和 0.989。最低检出量分别为 2×10^{-11} g 和 3×10^{-12} g,该方法具有较高的准确度和精确度,均能满足检测玉米田土壤中阿特拉津和乙草胺农药残留的要求。

3 结论

采用气相色谱法同时测定玉米田中阿特拉津和乙草胺的农药残留量,阿特拉津和乙草胺的回收率和精密度均符合有关要求。该方法具有分离效果好、准确度高、灵敏度高、选择性强、操作简单等优点,实现了土壤中阿特拉津和乙草胺除草剂

的同时测定,可满足国内外阿特拉津和乙草胺残留检测的需要。

参考文献:

- [1] 李香菊. 玉米及杂粮田杂草化学防除[M]. 北京:化学工业出版社,1999.
- [2] 关成鑫. 玉米化学除草技术进展[J]. 现代农业,1997(9): 6-10.
- [3] 姜德锋,潘仕清. 除草剂混用在玉米田的应用研究[J]. 莱阳农学院学报,1998,15(4):261-264.
- [4] 奚芳明,张明园. 中国化工医药产品大全[M]. 北京:科学出版社,1991.
- [5] 于建垒,宋国春,万鲁长,等. 乙草胺对土壤微生物的影响研究[J]. 环境污染治理技术与设备,2000,1(5):28-33.
- [6] 叶常明,雷志芳. 含莠去津和乙草胺河水灌溉对苗期水稻危害的研究[J]. 环境科学进展,1997,5(5):51-57.
- [7] Barry Gruessner. Patterns of herbicide contamination in selected Vermont Streams detected by enzyme immunoassay and gas chromatography/mass spectrometry[J]. Environ.Sci.Tech., 1995(29):2806-2813.
- [8] 陈良燕,林玉锁. 莠去津乙草胺和甲磺隆 3 种除草剂对青菜危害的生物测试[J]. 农业环境保护,2001,20(2):111-114.