

反相高效液相色谱法检测土壤中的咪草烟

张 浩, 王 岩, 逯忠斌, 徐 威

(吉林农业大学农商学院, 吉林 长春 130118)

摘 要: 介绍了反相高效液相色谱检测土壤中咪草烟的方法。该方法对咪草烟在土壤中的回收率为 82.0%—84.73%, 最小检出浓度为 0.01 mg · kg⁻¹。

关键词: 咪草烟; 反相高效液相色谱; 土壤

中图分类号: X839.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000 – 0267(2001)04 – 0264 – 02

Determination of Imazethapyr Residue in Soil by Reversed – Phase High Performance Liquid Chromatography

ZHANG Hao, WANG Yan, LU Zhong-bin, XU Wei
(Jilin Agricultural University, Changchun 130118 China)

Abstract: A new method for determination residues of imazethapyr in soil by reversed – phase high performance liquid chromatography was developed. The residue was extracted by a mixture of methanol plus carbonate buffer, and cleaned up by liquid – liquid partition. The quantification of the herbicide residue was established by reversed – phase high performance chromatography with a C₁₈ column, a mixture of methanol + water + acetic acid (70 + 30 + 1%, *v/v/v*) as mobile phase, with detection of UV wavelength at 230 nm. The result showed that the recovery was in a range of 82.0% –84.73%, with a minimum detection limit of 0.01mg · kg⁻¹.

Keywords: imazethapyr; reversed-phase high performance liquid chromatography; soil

咪草烟 (imazethapyr) 化学名称为 5 – 乙基 2 – (4 – 异丙基 – 4 – 甲基 – 5 – 氧 – 2 – 咪唑啉酮 – 2 – 基) 烟酸, 它是美国氰胺公司研制的一种内吸选择性除草剂。它对 20 多种单、双子叶杂草均有较好的防除效果, 尤其适用于大豆^[1]。但经过使用后发现, 它在土壤中残效期比较长^[2], 后茬作物种植选用不当很容易发生药害, 为此建立咪草烟在土壤中分析方法就更为必要。关于咪草烟的残留分析方法, 常用的为气相色谱法^[3,4]。对于液相色谱法检测土壤中的咪草烟国内外均未见报道。本文报道了用 RP – HPLC 方法检测土壤中咪草烟的研究结果。

1 实验

1.1 实验仪器与药品

岛津 LC – 6A 高效液相色谱仪, 带可调紫外检测器, 40 × 0.46 (i. d.) cm C₁₈ 不锈钢柱, 旋转真空蒸发器。

咪草烟纯品含量 99.6%、甲醇 (光谱纯)、二氯甲

烷 (分析纯)、二次蒸馏水。

1.2 实验过程

1.2.1 样品前处理

称取 40 g 风干土样 (过 40 目) 置于 100 mL 锥形瓶中, 加入 0.1 mol · L⁻¹ Na₂CO₃ + 甲醇 (体积比为 1:1) 混合溶液 70 mL, 振荡 1 h。在铺有助滤剂的漏斗中抽滤。用上述混合液 50 mL 淋洗 3 次, 滤液移入 500 mL 分液漏斗中, 用二氯甲烷萃取 3 次 (50 × 40 × 40 mL), 弃去二氯甲烷, 用磷酸调溶液 pH = 2, 再用二氯甲烷萃取 3 次 (50 × 40 × 40 mL), 弃去水相, 二氯甲烷经无水 Na₂SO₄ 脱水, 在 35 ℃ 下减压浓缩至 5 mL 用空气吹干, 甲醇定容 1 mL。

1.2.2 检测

色谱条件为: C₁₈ 柱, 柱温 25 ℃, 流动相为甲醇: 水: 醋酸 (体积比为 70: 30: 1%), 流速 0.35 mL · min⁻¹, 检测波长 230 nm, 咪草烟保留时间为 11.88 min, 采用两点校正曲线法定量。

2 结果和讨论

2.1 流动相配比的选择

选用甲醇 + 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 90: 10、80: 20、70: 30、60: 40 的配比中, 以 70: 30 分离比较好, 但峰稍有拖尾, 加 1% 醋酸, 峰形明显改善, 以甲醇: 水: 醋酸 = 70: 30: 1% 的峰形良好。色谱图见图 1。

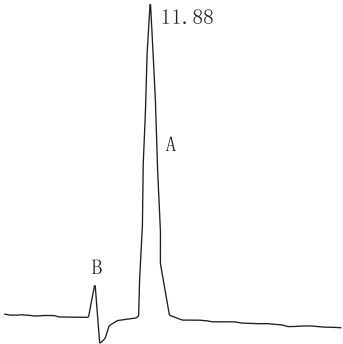


图 1 咪草烟的液相色谱图

Figure 1 High performance liquid chromatogram of imazethapyr
A. 咪草烟色谱峰 B. 溶剂峰

2.2 标准工作曲线

咪草烟标准品用流动相配制成 $5\text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 标准溶液, 以峰面积 y 对进样量 x 绘制标准曲线, 得线性方程 $y = 1.13x + 1$, 相关系数 $r = 0.9997$ 。

2.3 土壤中咪草烟添加回收率

土壤中咪草烟添加回收率(见表 1)平均为 82.0%—84.73%, 变异系数为 2.5%—2.8%, 符合农药残留分析要求。

土壤中提取剂选用甲醇, 提取效果不好。改用

表 1 土壤中咪草烟添加回收率

Table 1 Recovery from soils fortified with known amounts of imazethapyr

浓度 / $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	回收率 /%			平均回收率 /%	标准差 (S)	变异系数 (CV)
0.1	80.2	84.3	81.5	82.0	20.9	2.5
1	84.6	82.4	87.2	84.73	2.40	2.8

Na_2CO_3 作提取剂, 过滤困难, 最后选用 Na_2CO_3 与甲醇混合液提取效果很好。

本方法对咪草烟最小检出量为 $1.1 \times 10^{-9}\text{ g}$, 取样 40 g, 定容 2 mL, 进样 $5\text{ }\mu\text{L}$, 最低检出浓度为 $0.01\text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

3 结论

使用反相高效液相色谱检测土壤中咪草烟的方法具有灵敏度高和快速、简便的优点。该方法对土壤中咪草烟最小检出浓度为 $0.01\text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, 在土壤中的回收率为 82.0%—84.73%, 符合农药残留检测要求。

参考文献:

[1] 丁 辉. Ac263,499 防除土豆杂草应用技术研究[J]. 杂草学报, 1988,2(4):15-25.
[2] 苏少泉. 长残留除草剂对后茬作物安全性问题[J]. 农药,1998,(12):4-7.
[3] 李伟格. 咪草烟在大豆上的残留动态[J]. 农村生态环境(学报), 1995,11(2):32-34.
[4] O Novakova. Determination of imazethapyr and Imazapyr residues in soil by coupled - coulumn liquid chromatography[J]. Chromatographia, 1994, (1/2).

(上接第 263 页)
将起积极作用。这需要政府提供适当的政策, 促进生态农业的建立和发展。目前, 最迫切的是解决土地的流转问题, 使土地转移到能更好利用它的农户手中。

4.3 成立废弃物资源化利用中心, 为资源化利用提供服务

废弃物资源化利用中心可同国家、产业界、学术界、消费者等保持密切合作关系, 为促进废弃物资源化利用开展多种实验, 积极开发资源再生技术, 收集情报, 推广资源化利用成果。

4.4 加强废弃物安全利用研究, 减缓废弃物利用的环境负效应

对废弃物的资源化利用进行跟踪研究, 除应注意短期的安全应用技术, 还需注意长期利用的环境(水体、土壤)效应, 对其进行长期定点实验以了解长期利用后重金属等污染物在环境中的迁移、积累规律。

参考文献:

[1] 贾晓葵. 有机废弃物的农业利用[J]. 农业环境保护, 1991,10(2).
[2] 刘 红. 养猪场对环境的污染改善对策及处理利用技术[J]. 农业环境保护, 2000,19(2): 101-103.
[3] 钱素文, 缪荣蓉, 李 柱, 等. 姜堰市作物秸秆综合利用研究初报[J]. 农业环境保护, 2000,19(2): 114-115.
[4] 刘 芳. 畜牧产业发展对环境的影响[J]. 农业环境与发展, 2000,17(1): 30-33.
[5] 万晓红, 邱 丹, 赵小明. 太湖流域规模畜禽养殖场污染情况的解析[J]. 农业环境与发展, 2000,17(2):35-38.
[6] 沈明珠. 国内外资源综合利用情况[J]. 农业环境保护, 1992,11(1): 37-38.
[7] 廖宗文. 工业废物的农用资源化: 理论、技术和实践[M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1996.

致谢: 资料收集人员有: 刘一明、齐敏、江春利、牛宝俊; 在调研的过程中得到了广东省新兴县农办、温氏集团及广东德隆有机生物肥料厂的大力支持, 在此一并致谢!