

# 农用地土壤中六六六和滴滴涕 8 种有机氯农药测定的脱水前处理研究

何媛媛,殷思敏

(江苏省镇江环境监测中心,江苏 镇江 212009)

**摘要:**新鲜农用地土壤经快速溶剂萃取后,萃取溶液中含有水分。建立了采用快速溶剂萃取-气相色谱法测定农用地土壤中六六六和滴滴涕农药残留的方法,在加速溶剂萃取液中加入纯水,用减压蒸馏法将丙酮和正己烷去除,用正己烷液液萃取剩下的溶液,浓缩净化后进气相色谱仪检测。方法检出限为  $4.90 \times 10^{-3} \sim 4.80 \times 10^{-2}$  mg/kg,曲线的相关系数均  $>0.999$ ,方法加标回收率为 76.2%~91.2%,相对标准偏差为 1.2%~6.1%。该方法准确可靠,可用于实际农用地土壤中六六六和滴滴涕的测定。

**关键词:**农用地土壤;有机氯;快速溶剂萃取;水分;气相色谱法

中图分类号:X833

文献标志码:B

文章编号:1674-6732(2024)03-0043-06

## Research on Dehydration of Agricultural Soil Extract During BHCs and DDTs Determination

HE Yuanyuan, YIN Simin

(Jiangsu Zhenjiang Environmental Monitoring Center, Zhenjiang, Jiangsu 212009, China)

**Abstract:** After rapid solvent extraction of fresh agricultural soil, the extraction solution contains water. A rapid solvent extraction-gas chromatography method was established for the determination of BHCs and DDTs residues in agricultural soil. Pure water was added to the accelerated solvent extraction solution, acetone and n-hexane were removed by vacuum distillation, and the remaining solution was extracted by n-hexane using liquid-liquid extraction, after concentrated and purified, the extract was then detected by gas chromatography. The detection limits were  $4.90 \times 10^{-3} \sim 4.80 \times 10^{-2}$  mg/kg, and the correlation coefficients were greater than 0.999. The recoveries were 76.2%~91.2%, and the relative standard deviations were 1.2%~6.1%. The method is accurate and reliable, and can be used for the determination of BHCs and DDTs in soil of actual agricultural land.

**Key words:** Agricultural land; Organochlorine pesticides; Accelerated solvent extraction; Water content; Gas chromatography

有机氯农药是用于防治植物病虫害的高效杀虫剂,其中使用最早、应用最广的产品为六六六和滴滴涕<sup>[1]</sup>。该类农药的氯苯结构性质稳定,在生物体内和自然界半衰期长、降解速度慢,在环境和生物体内容易残留和蓄积,对人体健康和生态环境具有潜在的威胁<sup>[2-4]</sup>。有机氯农药是斯德哥尔摩公约中优先控制的持久性有机污染物之一<sup>[5]</sup>,有机氯被列为我国土壤环境质量的重要监测指标<sup>[6-7]</sup>。

新鲜土壤含有水分,一般情况下需要进行脱水处理<sup>[8-9]</sup>,可采用冻干法和干燥剂法进行前处理。

冻干法是指将土壤放入真空冷冻干燥仪中干燥脱水,通过水的升华去除土壤中的水分,但是在此过程中不可避免地会导致目标物的损失;干燥剂法指用无水硫酸钠或硅藻土对土壤样品进行研磨脱水,但干燥剂法脱水不完全,加速溶剂萃取之后萃取液中依然含有一定量的水分,在浓缩之前还需要用无水硫酸钠进行脱水,无水硫酸钠在使用前需要在 400 °C 下加热数小时,且加入量难以控制,量少会导致水分去除不完全,量多会造成试剂浪费,使用后的无水硫酸钠难以重复利用<sup>[10]</sup>。土壤中有机氯农药的加速溶剂萃取溶剂为丙酮/正己烷(V:V=

收稿日期:2023-02-07;修订日期:2023-05-16

基金项目:江苏省环境监测科研基金项目(2104);镇江市政策引导类计划软科学研究项目(RK2022033)

作者简介:何媛媛(1989—),女,工程师,硕士,从事环境中痕量有机污染物分析工作。

1:1) 的混合溶液,由于丙酮与水互溶,有机氯农药部分溶于丙酮中,直接去除含水溶液会造成目标物的损失。通过减压蒸馏的方式,在降低压力的同时提高温度,可以使溶剂的沸点降低,又由于丙酮与正己烷的沸点低于水溶液和有机氯农药,因此丙酮和正己烷可以分离出来,从而达到去除丙酮的目的,剩下的有机氯农药可以通过正己烷液液萃取进行提取<sup>[11]</sup>。鉴于此,现采用不脱水的处理方法,将含水的加速溶剂萃取液进行加水重新处理,达到上机浓缩液不含水的目的。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

仪器:Agilent 7890A 气相色谱仪(带电子捕获检测器,美国安捷伦公司);DB1701 毛细管柱(30.0 m×0.53 mm,膜厚 1.0 μm,美国安捷伦公司);Flex-HPSE 快速压力溶剂萃取仪(北京莱伯泰科仪器股份有限公司);Sncore Analyst 平行蒸发仪(上海步琦实验室设备贸易有限公司);PreElite-GC/U112020G-168 全自动凝胶净化-定量浓缩联用仪(北京莱伯泰科仪器股份有限公司);Bio-Beads SX3 凝胶净化色谱柱(20 mm×300 mm,北京莱伯泰科仪器股份有限公司)。

试剂:正己烷中六六六和滴滴涕标准贮备液(50.0 mg/L,上海安谱实验科技股份有限公司);丙酮(色谱纯,上海安谱实验科技股份有限公司);正己烷(色谱纯,德国默克公司);石英砂、硅藻土、无水硫酸钠(分析纯,国药集团化学试剂有限公司),使用前置马弗炉中 400 °C 烘烤 4 h。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 试样提取

土壤样品除去异物(石头、叶片等),称取 10 g 新鲜样品,加入一定量的硅藻土,充分混匀,在研钵中反复研磨成细小颗粒,充分拌匀,直至成散粒,全部装进底部放有醋酸纤维滤膜的萃取池中。辅助敲打,将试样填实。在萃取池上端,应保留 0.5~1.0 cm 高的空间,若萃取池上端空间>1.0 cm,应加入适量石英砂。顶部放入醋酸纤维滤膜,拧紧顶盖。将其竖直平稳放入快速压力溶剂萃取仪中。设置快速压力溶剂萃取条件:载气压力为 0.8 MPa,加热温度为 100 °C,萃取池压力为  $8.27 \times 10^6 \sim 1.38 \times 10^7$  Pa,预加热平衡 5 min,静态萃取 5 min,溶剂淋洗体积为 20% 的池体积。以正己烷/丙酮(V:V=

1:1) 的混合溶液为提取剂,静态萃取 2 次,收集合并萃取液。

#### 1.2.2 浓缩液处理

加速溶剂萃取液下层含有一定量的水分,在萃取液中加入纯水至下层溶液量达到 20 mL,设置平行蒸发仪浓缩条件:温度为 40 °C,真空度为 100 bar,转速为 250 r/min,将提取液中的丙酮和正己烷去除,目标物质和水溶液留下,在去除有机溶剂的水溶液中加入 10 mL 的正己烷,液液萃取后,取出上层正己烷溶液,用减压蒸馏法重新浓缩至 1.0 mL,待净化。

#### 1.2.3 净化-浓缩-定容

将浓缩后的提取液经凝胶净化-定量浓缩联用仪进行净化-浓缩-定容一体化处理。凝胶净化方法:紫外检测器波长为 254 nm,淋洗液为环己烷/乙酸乙酯(V:V=1:1),流量为 5.0 mL/min,满环进样(5.0 mL),收集 14~24 min 馏分。同步在线定容浓缩方法:温度为 40 °C,定容至 1.0 mL 待测。若样品基质比较干净,得到的提取液澄清透明无杂质,可忽略净化步骤,直接浓缩至 1.0 mL 待测。若浓缩后溶液有极少量的水分,在减压蒸馏瓶的尾管中可以看到分层,上层为正己烷溶液,将上层溶液定容至 1.0 mL,取上层部分溶液进样。

### 1.3 仪器条件

程序升温:初始温度 150 °C,保持 0 min;以 10 °C/min 升至 250 °C,保持 10 min;进样口温度:210 °C;载气:氮气(纯度>99.999%),1.0 mL/min 恒流;进样量:1.0 μL;进样方式:不分流进样。

#### 1.4 进样口的优化

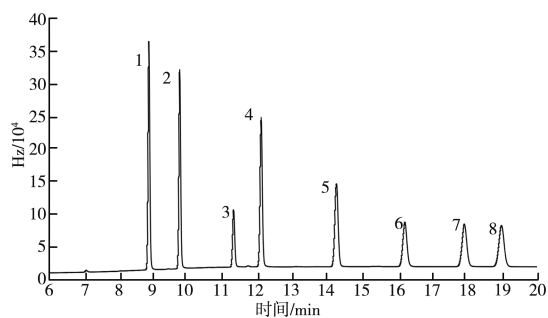
p,p'-DDT 降解会生成 p,p'-DDE 和 p,p'-DDD,如果 p,p'-DDT 的降解率≥15%,须对进样口、衬管和色谱柱头进行维护,系统检查合格后,方可进行样品的测定。

#### 1.5 标准曲线的建立

取一定量六六六和滴滴涕标准贮备液,配制不少于 5 个质量浓度点(0.01,0.02,0.05,0.10,0.20 mg/L)的标准系列,贮存于棕色进样瓶中,依次由低质量浓度到高质量浓度直接进气相色谱仪分析。以目标化合物的质量浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

#### 1.6 标准谱图

8 种有机氯混合标准溶液(0.05 mg/L)的色谱图见图 1。由图 1 可见,各有机氯分离度良好,可以准确定量。



注:1- $\alpha$ -六六六;2- $\gamma$ -六六六;3- $\beta$ -六六六;4- $\delta$ -六六六;  
5-p,p'-DDE;6-o,p'-DDT;7-p,p'-DDD;8-p,p'-DDT。

图 1 8 种六六六和滴滴涕农药色谱图

表 1 上层溶液中的有机氯

	$\alpha$ -六六六	$\gamma$ -六六六	$\beta$ -六六六	$\delta$ -六六六	p,p'-DDE	o,p'-DDT	p,p'-DDD	p,p'-DDT
$\rho$ (上层溶液)/(mg·L <sup>-1</sup> )	0.008 33	0.008 15	0.007 33	0.008 04	0.007 87	0.007 67	0.007 84	0.007 82
$m$ (上层溶液)/ $\mu$ g	0.091 6	0.089 6	0.080 6	0.088 4	0.086 6	0.084 4	0.086 2	0.086 0
上层溶液回收率/%	91.6	89.7	80.6	88.4	86.6	84.4	86.2	86.0

1.0,2.0,3.0 g 的水,使得土壤含水率分别为 5%,10%,20%,30%,取适量六六六和滴滴涕标准贮备液,用正己烷稀释,使六六六和滴滴涕加标量为 0.01 mg/kg,按 1.2 节实验方法进行前处理,结果见图 2。由图 2 可见,土壤含水率在 5%~30%之间,可使用加速溶剂萃取液加水的前处理方法消除水分带来的干扰,8 种六六六和滴滴涕的回收率为 75%~85%。由此可见,该方法适用于含水率较大的土壤。

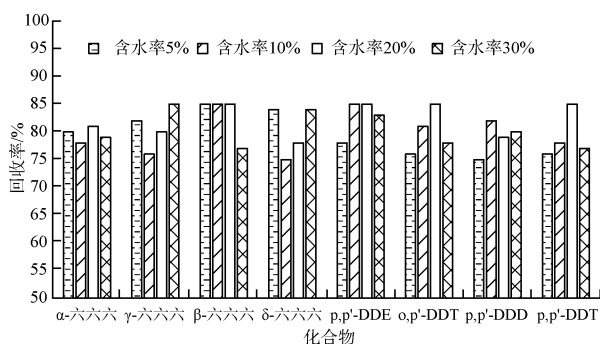


图 2 土壤中不同含水率对六六六和滴滴涕农药回收率的影响

### 2.3 加水量的选择

考察加速溶剂萃取后加水量的不同对 8 种六六六和滴滴涕的回收率影响,对含水率为 30% 的土壤进行加标,使其六六六和滴滴涕的加标质量分数为 0.01 mg/kg,加速溶剂萃取后,分别加水至下

## 2 结果与讨论

### 2.1 萃取液中水分的影响

取 20 mL 正己烷/丙酮溶液,加入 5 mL 水,取适量六六六和滴滴涕标准贮备液,用正己烷稀释,使六六六和滴滴涕加标量为 0.1  $\mu$ g,混匀后分层,上层溶液 11 mL,下层溶液 14 mL,取上层溶液进气相色谱分析,结果见表 1。由表 1 可见,有 10% 左右的有机氯在下层丙酮水溶液中,如果直接将其去除,会造成有机氯的损失。

### 2.2 不同土壤含水率的影响

将新鲜土壤风干后,称取 10 g,分别加入 0.5,

层溶液为 10,15,20,30 mL,经过平行蒸发和液液萃取浓缩后,结果见图 3。由图 3 可见,加水量至 10 mL 时回收率最低,这是因为加水量少时,在平行蒸发时目标物在减压蒸馏过程中有损失,随着加水量的增加,目标物的回收率增加,在下层溶液为 20 和 30 mL 时目标物的回收率达到稳定。为了减少溶液体积,因此选择加水至下层溶液为 20 mL。

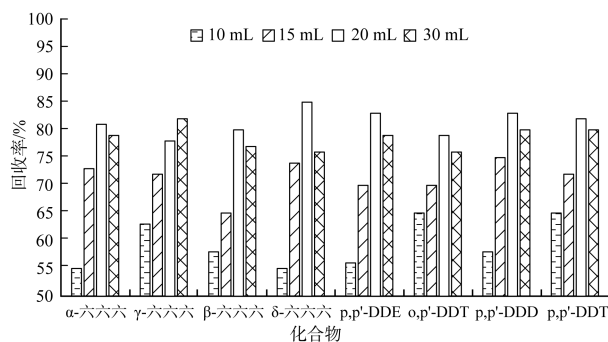


图 3 下层溶液不同加水量对六六六和滴滴涕农药回收率的影响

### 2.4 氮吹和平行蒸发浓缩对比

对含水率为 30% 的土壤进行加标,使其六六六和滴滴涕的加标质量分数为 0.01 mg/kg,分别考察氮吹和平行蒸发 2 种浓缩条件对回收率的影响,结果见图 4。由图 4 可见,氮吹的回收率<平行蒸发的回收率,这是由于将丙酮和正己烷去除的时

候,氮吹难以控制时间,氮吹时间过长,目标物容易损失,氮吹时间过短,难以保证丙酮全部去除,在用正己烷液液萃取时,不能完全萃取出目标物质,而且氮吹时有机溶剂直接挥发至环境中,有机溶剂不能回收处理,危害人体健康。平行蒸发在减压条件下降低有机物的沸点,有机溶剂蒸发速度快,并可以实现溶剂的回收,在较低的饱和蒸汽压下可以保证丙酮和正己烷的去除,操作方便,因此选择平行蒸发作为浓缩条件。

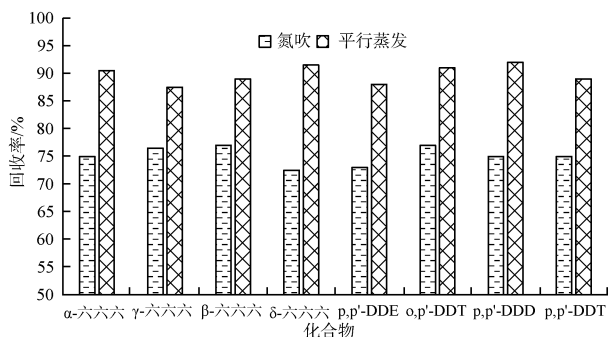


图 4 氮吹和平行蒸发对六六六和滴滴涕农药回收率的影响

## 2.5 无水硫酸钠除水与萃取液加水对比

对含水率为 30% 的土壤进行加标,使其六六六和滴滴涕的加标质量分数为 0.01 mg/kg,对加速溶剂萃取液进行无水硫酸钠除水和萃取液加水实验,结果见图 5。由图 5 可见,经过 2 种方式的处理,六六六和滴滴涕的回收率接近,说明 2 种前处理方式对有机氯的除水都是可行的。但是在实验过程中,无水硫酸钠须提前在马弗炉内用 400 °C 烘烤 4 h,而且使用量很大,使用后的无水硫酸钠还要用正己烷冲洗以保证回收率,操作复杂;而用萃取液加水的方法,将丙酮和正己烷减压蒸馏去除后,剩下有机氯农药和水溶液,再通过液液萃取的方式将目标物质提取出来,操作简单可行。

## 2.6 检出限及校准曲线

用正己烷将六六六和滴滴涕配制成为质量浓度为 0.01, 0.02, 0.05, 0.10, 0.20 mg/L 的标准曲线,换算成 10 g 土壤中六六六和滴滴涕的质量分数分别为 0.001, 0.002, 0.005, 0.010, 0.020 mg/kg。按照《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》(HJ 168—2020)进行检出限测定<sup>[12]</sup>。用气相色谱进行分析,外标法定量,所得校准曲线、线性范围、相关系数及方法检出限见表 2。

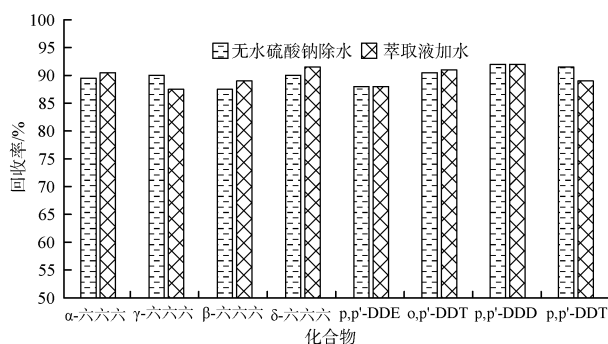


图 5 无水硫酸钠除水与萃取液加水前处理对六六六和滴滴涕农药回收率的影响

表 2 校准曲线、线性范围、相关系数及方法检出限<sup>①</sup>

化合物	校准曲线	相关系数	检出限/ (mg · kg <sup>-1</sup> )
α-六六六	$y = 3.00115 \times 10^6 x - 9557.5$	0.9995	$4.90 \times 10^{-3}$
γ-六六六	$y = 2.53508 \times 10^6 x - 7693.6$	0.9995	$7.40 \times 10^{-3}$
β-六六六	$y = 8.11877 \times 10^5 x - 956.6$	0.9998	$8.00 \times 10^{-3}$
δ-六六六	$y = 2.48679 \times 10^6 x - 7644.6$	0.9995	$1.80 \times 10^{-2}$
p,p'-DDE	$y = 1.87301 \times 10^6 x - 3373.6$	0.9997	$1.70 \times 10^{-2}$
o,p'-DDT	$y = 1.25514 \times 10^6 x - 2171.4$	0.9997	$1.90 \times 10^{-3}$
p,p'-DDD	$y = 1.41479 \times 10^6 x - 3435.8$	0.9996	$4.80 \times 10^{-2}$
p,p'-DDT	$y = 1.51049 \times 10^6 x - 3472.5$	0.9996	$4.87 \times 10^{-3}$

①线性范围为 0.001~0.020 mg/kg。

## 2.7 准确度和精密度实验

称取风干后的土壤 10 g,加水 3.0 g,使其含水率为 30%。分别加入一定量的六六六和滴滴涕标准溶液,制成高、中、低 3 个质量分数的样品,按照 1.2 节实验方法进行前处理,再进行准确度和精密度实验,结果见表 3。由表 3 可见,加标量为 0.001 mg/kg 时,8 种六六六和滴滴涕的回收率为 76.2%~82.3%,相对标准偏差(RSD) ≤ 6.1%;加标量为 0.010 mg/kg 时,8 种六六六和滴滴涕的回收率为 80.7%~83.7%,RSD ≤ 4.5%;加标量为 0.020 mg/kg 时,8 种六六六和滴滴涕的回收率为 87.9%~91.2%,RSD ≤ 4.6%。说明方法的准确度和精密度良好。

表 3 准确度和精密度实验结果 (n=6)

化合物	加标量/ (mg · kg <sup>-1</sup> )	测定结果/ (mg · kg <sup>-1</sup> )	平均回 收率/%	RSD/%
α-六六六	0.001	$8.03 \times 10^{-4}$	80.3	5.3
γ-六六六		$8.23 \times 10^{-4}$	82.3	2.9
β-六六六		$8.10 \times 10^{-4}$	81.0	6.1
δ-六六六		$7.82 \times 10^{-4}$	78.2	6.0

续表

化合物	加标量/ ( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	测定结果/ ( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	平均回 收率/%	RSD/%
p,p'-DDE		$7.62 \times 10^{-4}$	76.2	4.3
o,p'-DDT		$8.15 \times 10^{-4}$	81.5	2.3
p,p'-DDD		$8.10 \times 10^{-4}$	81.0	3.9
p,p'-DDT		$7.85 \times 10^{-4}$	78.5	3.7
$\alpha$ -六六六	0.010	$8.33 \times 10^{-3}$	83.3	2.1
$\gamma$ -六六六		$8.27 \times 10^{-3}$	82.7	3.3
$\beta$ -六六六		$8.32 \times 10^{-3}$	83.2	3.1
$\delta$ -六六六		$8.18 \times 10^{-3}$	81.8	4.0
p,p'-DDE		$8.08 \times 10^{-3}$	80.8	4.5
o,p'-DDT		$8.07 \times 10^{-3}$	80.7	4.0
p,p'-DDD		$8.37 \times 10^{-3}$	83.7	2.2
p,p'-DDT		$8.27 \times 10^{-3}$	82.7	1.5
$\alpha$ -六六六	0.020	$1.78 \times 10^{-3}$	88.8	2.1
$\gamma$ -六六六		$1.78 \times 10^{-3}$	89.0	3.2
$\beta$ -六六六		$1.80 \times 10^{-3}$	89.8	3.5
$\delta$ -六六六		$1.76 \times 10^{-2}$	87.9	4.6
p,p'-DDE		$1.78 \times 10^{-2}$	88.9	3.4
o,p'-DDT		$1.82 \times 10^{-2}$	90.9	2.8
p,p'-DDD		$1.79 \times 10^{-2}$	89.3	2.8
p,p'-DDT		$1.82 \times 10^{-2}$	91.2	1.2

## 2.8 实际样品测定

在镇江市 6 个农用地采样点进行采样检测,测定结果见表 4,质量控制结果见表 5。由表 4 和表 5 可见,土壤测定的质量控制结果符合土壤测定要求,该方法可用于农用地土壤中痕量有机氯农药残留的测定。实际样品检测中,若样品中目标物质的质量分数超过线性范围,则应减少称样量或对上机溶液进行稀释处理。

表 4 实际土壤样品测定结果<sup>①</sup>

样品 编号	含水 率/%	化合物	测定结果/ ( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )
1	5.6	$\alpha$ -六六六	$0.26 \times 10^{-3}$
		$\gamma$ -六六六	ND
		$\beta$ -六六六	$0.56 \times 10^{-3}$
		$\delta$ -六六六	ND
		p,p'-DDE	$0.56 \times 10^{-3}$
		o,p'-DDT	ND
		p,p'-DDD	ND
		p,p'-DDT	ND
2	7.8	$\alpha$ -六六六	$1.85 \times 10^{-4}$
		$\gamma$ -六六六	ND
		$\beta$ -六六六	$1.21 \times 10^{-3}$
		$\delta$ -六六六	ND

续表

样品 编号	含水 率/%	化合物	测定结果/ ( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )		
		p,p'-DDE	$2.49 \times 10^{-3}$		
		o,p'-DDT	ND		
		p,p'-DDD	$2.44 \times 10^{-3}$		
		p,p'-DDT	$2.36 \times 10^{-2}$		
		3	5.4	$\alpha$ -六六六	ND
				$\gamma$ -六六六	ND
				$\beta$ -六六六	ND
				$\delta$ -六六六	ND
		p,p'-DDE	$0.76 \times 10^{-3}$		
		o,p'-DDT	ND		
		p,p'-DDD	ND		
		p,p'-DDT	ND		
4	6.4	$\alpha$ -六六六	ND		
		$\gamma$ -六六六	ND		
		$\beta$ -六六六	ND		
		$\delta$ -六六六	ND		
		p,p'-DDE	$0.35 \times 10^{-3}$		
		o,p'-DDT	ND		
		p,p'-DDD	$0.35 \times 10^{-3}$		
		p,p'-DDT	ND		
5	6.9	$\alpha$ -六六六	$0.31 \times 10^{-3}$		
		$\gamma$ -六六六	ND		
		$\beta$ -六六六	$0.12 \times 10^{-1}$		
		$\delta$ -六六六	ND		
		p,p'-DDE	$0.43 \times 10^{-2}$		
		o,p'-DDT	ND		
		p,p'-DDD	$0.14 \times 10^{-2}$		
		p,p'-DDT	ND		
6	6.3	$\alpha$ -六六六	$0.39 \times 10^{-3}$		
		$\gamma$ -六六六	$0.52 \times 10^{-3}$		
		$\beta$ -六六六	$0.43 \times 10^{-2}$		
		$\delta$ -六六六	$0.64 \times 10^{-3}$		
		p,p'-DDE	$0.63 \times 10^{-3}$		
		o,p'-DDT	ND		
		p,p'-DDD	$0.29 \times 10^{-2}$		
		p,p'-DDT	$0.53 \times 10^{-2}$		

①ND 代表未检出。

表 5 实际土壤样品测定质量控制结果 ( $n=6$ )<sup>①</sup>

样品 编号	化合物 名称	$\omega$ (土壤中)/ ( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	$\omega$ (平均值)/ ( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	平均回 收率/%	RSD/ %
1	$\alpha$ -六六六	$0.26 \times 10^{-3}$	$8.83 \times 10^{-3}$	85.7	1.6
	$\gamma$ -六六六	ND	$8.67 \times 10^{-3}$	86.7	4.1
	$\beta$ -六六六	$0.56 \times 10^{-3}$	$8.91 \times 10^{-3}$	83.5	2.2
	$\delta$ -六六六	ND	$8.00 \times 10^{-3}$	80.0	2.9
	p,p'-DDE	$0.56 \times 10^{-3}$	$8.73 \times 10^{-3}$	81.7	4.8
	o,p'-DDT	ND	$8.13 \times 10^{-3}$	81.3	2.9
	p,p'-DDD	ND	$8.47 \times 10^{-3}$	84.7	3.0

续表

样品 编号	化合物 名称	$\omega$ (土壤中)/ ( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	$\omega$ (平均值)/ ( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	平均回 收率/%	RSD/ %
	p,p'-DDT	ND	$8.18 \times 10^{-3}$	81.8	2.1
6	$\alpha$ -六六六	$0.39 \times 10^{-3}$	$8.91 \times 10^{-3}$	85.2	2.4
	$\gamma$ -六六六	$0.52 \times 10^{-3}$	$9.27 \times 10^{-3}$	87.5	3.1
	$\beta$ -六六六	$0.43 \times 10^{-2}$	$8.78 \times 10^{-3}$	83.5	2.2
	$\delta$ -六六六	$0.64 \times 10^{-3}$	$8.67 \times 10^{-3}$	80.3	3.6
	p,p'-DDE	$0.63 \times 10^{-3}$	$8.86 \times 10^{-3}$	82.3	3.2
	o,p'-DDT	ND	$8.03 \times 10^{-3}$	80.3	2.8
	p,p'-DDD	$0.29 \times 10^{-2}$	$1.13 \times 10^{-2}$	83.7	4.5
	p,p'-DDT	$0.53 \times 10^{-2}$	$1.34 \times 10^{-2}$	81.0	3.2

①ND 代表未检出,加标量为  $0.010 \text{ mg/kg}$ 。

### 3 结语

建立了农用地土壤中有机氯农药测定前处理脱水的方法,在加速溶剂萃取液中加入纯水,用减压蒸馏的方式将丙酮和正己烷去除,用正己烷液液萃取剩下的水溶液,浓缩净化后进气相色谱测定。考察了土壤含水率、加速溶剂萃取液加水量、氮吹与平行蒸发浓缩条件的影响以及无水硫酸钠脱水与萃取液加水的前处理比较。方法检出限为  $4.90 \times 10^{-3} \sim 4.80 \times 10^{-2} \text{ mg/kg}$ , 相关系数均  $> 0.999$ , 加标回收率为  $76.2\% \sim 91.2\%$ , RSD 为  $1.2\% \sim 6.1\%$ 。该方法准确可靠,操作简单,回收率好,能够满足农用地土壤中有机氯农药残留痕量分析的要求。

### 【参考文献】

[1] 秦明友. 快速溶剂萃取-分子筛脱水净化-气质联用法测土

壤有机氯农药[J]. 中国环境监测, 2015, 31(5): 134-139.

- [2] 朱洁羽,王栋,王远坤,等. 太湖流域持久性有机污染物特征分析和生态与健康风险评估[J]. 南京大学学报(自然科学), 2016, 52(2): 370-381.
- [3] 欧阳敏,喻庆国,赵晓慧,等. 剑湖沉积物中有机氯农药的分布特征与风险评估[J]. 环境科学学报, 2019, 39(12): 4075-4087.
- [4] 杨代凤,刘腾飞,谢修庆,等. 我国农业土壤中持久性有机氯类农药污染现状分析[J]. 环境与可持续发展, 2017, 42(4): 40-43.
- [5] ATMACA E, DAS Y K, YAVUZ O, et al. An evaluation of the levels of organochlorine compounds (OCPs and PCBs) in cultured freshwater and wild sea fish eggs as an exposure biomarker for environmental contamination[J]. Environmental Science and Pollution Research, 2019, 26(7): 7005.
- [6] 生态环境部. 土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准(试行): GB 15618—2018[S]. 北京: 中国环境出版集团, 2018.
- [7] 生态环境部. 土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准(试行): GB 36600—2018[S]. 北京: 中国环境出版集团, 2018.
- [8] 环境保护部. 土壤和沉积物 有机氯农药的测定 气相色谱-质谱法: HJ 835—2017[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2017.
- [9] 国家环境保护局. 土壤质量 六六六和滴滴涕的测定 气相色谱法: GB/T 14550—93[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 1993.
- [10] 王洪宇. 土壤或沉积物半挥发性有机物测定过程中提升准确度的前处理方法研究[J]. 能源与环境, 2022, 20(19): 109-112.
- [11] 环境保护部. 水质 有机氯农药和氯苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法: HJ 699—2014[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2014.
- [12] 环境保护部. 环境监测 分析方法标准制订技术导则: HJ 168—2020[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2010.

(上接第 42 页)

- [21] 国家质量监督检验检疫总局. 渔业污染事故经济损失计算方法: GB/T 21678—2018[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [22] 信阳市浉河区人民政府. 兰考县河南鑫宏保温材料有限公司发生一起爆燃事故[EB/OL]. (2018-11-13) [2023-12-14]. <https://www.shihe.gov.cn/2018/11-13/2474092.html>.
- [23] 河北张家口中国化工集团盛华化工公司“11·28”重大爆燃事故调查组. 河北张家口中国化工集团盛华化工公司“11·28”重大爆燃事故调查报告[R/OL]. (2019-02-03) [2023-12-14]. <http://yjgl.gd.gov.cn/attachment/0/367/367446/2514391.pdf>.

- [24] 中华人民共和国生态环境部. 甘肃省平凉市泾川县“4·9”交通事故致柴油罐车泄漏次生重大突发环境事件调查报告[EB/OL]. (2018-08-02) [2023-12-14]. [https://www.mee.gov.cn/ywgz/hyjy/yjxy/201808/t20180802\\_447589.shtml](https://www.mee.gov.cn/ywgz/hyjy/yjxy/201808/t20180802_447589.shtml).
- [25] 中华人民共和国应急管理部. 包茂高速陕西延安“8·26”特别重大道路交通事故调查报告[EB/OL]. (2013-04-11) [2024-02-24]. [https://www.mem.gov.cn/gk/sgcc/tbzdsgdcbg/2013/201304/t20130412\\_245225.shtml](https://www.mem.gov.cn/gk/sgcc/tbzdsgdcbg/2013/201304/t20130412_245225.shtml).

栏目编辑 谭艳 周立平 邓爱萍