

气相色谱法测定水中有机磷农药和阿特拉津

张冬未

海宁万润环境检测有限公司

DOI:10.32629/eep.v2i8.391

[摘要] 在具有持续污染性的有机农药-有机氯农药被禁用后,当前我国农业劳作生产中最常见的农药种类为有机磷农药,其在当前市场中的占比非常大,由于有机磷农药对于人体的毒害作用比较大,并且在中毒后救治过程比较复杂,所以对相关水源进行有机磷农药的测定是非常必要的,阿特拉津作为当前使用频率较高的除草剂,其化学性质决定了其也具有较强的危害作用,所以对水中阿特拉津的测量也应该进行重点关注。

[关键词] 有机磷农药; 阿特拉津; 气相色谱法

对水中有机磷农药及阿特拉津进行测定,我们在当前技术条件下普遍采用气相色谱法进行,本文将针对敌敌畏、乐果、马拉硫磷、甲基对硫磷、对硫磷这五种有机磷农药进行气相色谱法测定研究,同时针对除草剂阿特拉津也进行相关分析,分析在具体情况下以上几种农药的分离测定相关操作,根据国家规定的《生活饮用水卫生标准》对相关检测样本的具体规格进行测定,在处理方式上我们采取的固相萃取方式来对样本进行预处理,下面我们来对具体实验过程进行流程上的分析。

1 仪器与试剂

首先是主要检测仪器气相色谱仪,我们在本实验中需要使用带有PND功能的气相色谱仪,该仪器主要针对水中的氮磷元素及其化合物进行检测,具有灵敏度高科学方便的相关优势。色谱柱,色谱柱是一种分离仪器,色谱本身是一种分离过程,色谱柱作为分离过程中的核心仪器其主要作用自然也是分离,一般情况下色谱柱装有固定相用分离混合组合的柱管,其主要形态一般是毛细玻璃管柱,我们对于色谱柱的要求是柱效高,分离效果好和分析速度快,这样不仅能够增强实验中的数据准确性同时也能缩短实验整体流程用时。氮吹蒸发仪,该仪器的主要作用是将氮气吹入需要检测的样品表面来进行样品浓缩,以获取更好的检测精确度,它的控制比较方便,整体用时较少,具有良好的实验特性,并且在科学合理的操作下通过氮吹仪能够很好地达到预期实验效果,充分满足

了实验数据准确性的要求^[1]。

在实验试剂上,我们选择了五种有机磷农药以及阿特拉津进行测定,在实际的选择上除了有出自同一公司的相关农药同时还需要用到的有用来进行浓度稀释的正己烷,作为化学溶剂,其具有低毒性、溶解性好等相关优点,但是需要注意的是该物质仍然对人体存在一定的毒害作用,在使用过程中应该注意相关防护工作,同时在萃取过程中还需要用到二氯甲烷,作为良好的化学萃取剂其在实验中的主要作用时进行萃取操作,相关萃取剂在级别上采用农残级,不仅在纯度上符合试验相关要求,同时也确保了不会引入农残污染^[2]。

2 色谱条件

在进行色谱条件分析的过程中,我们主要是对以下几个重要的数据情况进行控制,首先是柱升温程序,在温度控制上我们需要进行初始温度的保持,在五十摄氏度的初始温度上保持至少两分钟,同时进行升温处理,升温过程中需要注意温度上升的均匀性,一般情况下我们以25摄氏度每分钟来进行匀速升温操作,在这个升温速度下我们要将温度调至120摄氏度,在进行升温操作时需要将温度上升速率改变为12摄氏度每分钟,保持该加热速率让温度上升至180摄氏度,同时在温度达到180摄氏度的情况下需要进行恒温保持,保持该温度状态下的6分钟稳定时长,之后继续进行升温,将升温速率调整至20摄氏度每分钟,以该速率将在

工业工艺源(化工、金属冶炼等工艺过程排放)、二次无机源(除钾离子外,只含有二次无机离子(氨根、硫酸根、硝酸根等)的颗粒)和其它。

由图3可见,监测期间对总颗粒物浓度贡献占比最高的为燃煤源,占比为23.4%;其次为机动车尾气源,占比为22.7%;第三为扬尘源,占比为21.4%;总体贡献相当;此外,工业工艺源占比为13.4%,二次无机源占8.0%,生物质燃烧源占5.2%,餐饮源贡献为2.4%。

2.3 不同质量浓度水平的污染来源解析

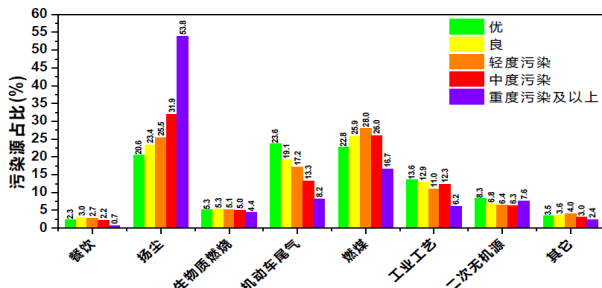


图4 不同PM_{2.5}质量浓度水平颗粒物来源解析

由图4可见,监测期间随着PM_{2.5}质量浓度升高、污染程度增加,扬尘源占比持续升高;此外由优到轻度污染时,燃煤源贡献也有小幅的增加,

且一直作为首要污染源;而达到中度污染时,工业工艺源占比也有所增加。

3 结语

从监测期间单颗粒成分分析,占前三位的分别为颗粒物成分分别是有机碳(38.8%),元素碳(22.6%),富钾(13.2%)。对总颗粒物浓度贡献较大的前三位污染源分别为燃煤源、机动车尾气源和扬尘源,占比分别为23.4%、22.7%和21.4%。

初步推断,监测期间PM_{2.5}质量浓度的升高主要与扬尘源颗粒的增加有关,此外燃煤源和工业工艺源的持续贡献也不容忽视。关于PM_{2.5}的来源需开展进一步的监测研究。

[参考文献]

- [1]World Bank Report.Cost of pollution in China[R].Washington D C: Office of the Publisher of the World Bank,2007.
- [2]乔宝文,刘子锐,胡波,等.北京冬季PM_{2.5}中金属元素浓度特征和来源分析[J].环境科学,2017,38(3):876-883.
- [3]ARMISTEAD G.RUSSELL.A focus on particulate matter and health [J].Environmental Science & Technology,2009,43(13):4620-4625.
- [4]环境空气质量标准[GB3095-1996][J].广西质量监督导报,2006,(8):39.

温度升至260摄氏度并且保持五分钟的稳定时长。其次我们需要进行控制的条件是气体流量,这里我们对空气、氢气以及氮气三种气体流量进行分析。首先是空气,这是非常重要的常规充入气体,在实验过程中对于空气的充入应该保持一个稳定的速率,一般情况下我们将空气充入速率控制在100ml/min,其次是氢气,氢气作为极为活跃的气体成分一定要注意其安全性,在该实验中我们需要的氢气流量为120ml/min,切记不可擅自增多或者减少氢气的充入量和充入速率,最后是氮气,作为稳定性气体,我们对于氮气的利用比较少,在该实验中氮气的充入速率保持在3ml/min即可满足实验要求。最后要进行控制的是无分流进样,对于进样量的控制比较关键,一般在实际操作过程中我们将进样量控制在1 μ L,并且控制气化室的温度,将温度保持在240摄氏度,检测仪器温度要相较于其华氏温度更高一些,一般控制在310摄氏度^[3]。

3 具体实验流程

3.1 标准曲线绘制

进行标准曲线绘制之前,我们需要对待测相关物质进行标准浓度系列的配置,在本实验中我们对于敌敌畏、乐果、马拉硫磷、甲基对硫磷、对硫磷和阿特拉津集中物质分别进行了标准浓度系列配置,其相关的标准系列浓度分别为:0.05、0.10、0.20、0.50以及1.00 μ g/ml,在进行精确配置后,我们将上述物质进行上机测定,相关试验标准遵照上文相关色谱测定条件来进行,各个过程中必须保持对相关操作的严格准确执行,在气相色谱仪的分析检测下绘制相关农药含量与色谱峰面积的相关曲线,进而得出有机磷标准色谱图供实验参考^[4]。

3.2 样品处理与分析

进行样品处理是保障整个实验过程数据精确的重要环节,由于实验方式及相关实验技术的限制,我们对于相关样品必须进行一系列的适应化处理才能将其应用于相关实验测定之中,在该实验的整个样品处理过程中,我们需要用到分液漏斗、氯化钠、二氯甲烷、干燥柱(相关干燥剂为无水硫酸钠)、正己烷、氮吹蒸发仪,整体处理流程如下,首先将1000ml自然沉淀水样(不需任何特殊处理)倒入分液漏斗中,在其中计入氯化钠,轻摇至完全溶解,下一步需要加入60ml的二氯甲烷进行萃取操作,该操作为液液萃取,整个萃取时长需要持续十分钟,同时完成液萃取后将其放置十分钟,之后将萃取后的有机相分离出来,对有机相继续进行同样的液液萃取操作,再重复进行两次之后,将所有有机相整合,将这些有机相进行干燥处理,通过无水硫酸钠干燥柱,过程中不要进行任何人为干扰,静置放置等待所有有机相通过干燥柱完成干燥操作,之后进行有机相萃取液的浓缩处理,以四十摄氏度的温度持续对有机相萃取相进行浓缩处理,之后在其中加入正己烷,浓缩至总体量为1ml,之后进行氮气吹干操作,将正己烷定容在1ml,之后将其进行上机测定对样本进行有机磷农药的测定,并记录相应结果^[5]。

4 结果分析

4.1 标准样品谱图

通过对不同检测物质的不同保留时间控制,我们得出相应的检测物响应值与保留时间的相关关系,通过实验结果我们可以了解到,相关实验方式对于水中集中有机磷农药都能做到较好的分离检测,能够达到良好的分离效果,这说明了我们对相关测定方式的选择没有问题,在对上述集中物质进行分离的过程中都能达到完全分离,实现了精准的数值测量,保障了相关实验数据的准确度和实验整体的科学性^[6]。

4.2 水样分析

在本次实验中我们一共对六处不同区域的地表水进行取样检测,在完全遵照以上实验规则和相关操作流程的情况下,我们对相关检测结果与国家相关饮用水标准进行了比对,发现六处取样点地表水都能符合相关的饮用水标准,目标检测无均未发现,检出限为0.005~0.01 μ g/L,从检测结果上来看,我们整体采用的实验方式和相关实验技术能够对取样水样进行良好的分离,进而使之达到相关饮用水标准,整体效果良好,时长短,能够满足我们对于上述用水的检测要求,达到了最初的实验目的并且获得了较为科学的实验数值^[7]。

5 结束语

文中所提及的几种有机磷农药及阿特拉津都属于现阶段我们在农业种植过程中使用比较广泛的农药品种,它们在农业种植中有很高的现实意义,但是其毒性还是非常值得我们关注的,所以我们要重视相关水资源的有机磷农药及阿特拉津的检测,重视水资源尤其是饮用水资源的相关农药污染情况,确保相关水资源的整体成分符合国家相关用水标准,切实维护人民群众的用水安全。

[参考文献]

- [1]金大伟,郁玫慧,任健.气相色谱法测定中成药中甲醇含量[J].科技创新与应用,2019,(2):141-142.
- [2]苏美玲,刘海旭,丁勇宝,等.气相色谱法测定大豆中甲基毒死蜱残留量[J].食品安全质量检测学报,2018,9(21):5608-5613.
- [3]马晓燕.毛细管柱气相色谱法测定水中丙烯酰胺[J].环境与发展,2018,30(12):120-121.
- [4]吴学玲.气相色谱-质谱法测定中药有机磷农药残留[J].化工设计通讯,2018,44(12):154-158.
- [5]李恒,毛林夏,李显贤,等.气相色谱法测定水果中多种有机磷农药残留分析[J].安徽农业科学,2019,47(3):193-195.
- [6]汪智,张扬忠,李亚强,等.铁粉催化过硫酸盐降解水中阿特拉津研究[J].环境保护前沿,2018,8(5):370-380.
- [7]赵菁,刘剑,张敏,等.除草剂阿特拉津的免疫毒性及其对大鼠免疫功能的影响[J].吉林大学学报(医学版),2018,44(6):1163-1168.