

## 快速溶剂萃取法提取土壤中的残留除草剂

### 一、前言

除草剂是指可使杂草彻底地或选择地发生枯死的药剂，又称除莠剂，用以消灭或抑制植物生长的一类物质。常用的品种为有机化合物，可广泛用于防治农田、果园、花卉苗圃、草原及非耕地、铁路线、河道、水库、仓库等地杂草、杂灌、杂树等有害植物。农田喷施除草剂后，不被杂草吸收的的除草剂成分会游离存在于土壤中，不利于农作物生产，比如会使农作物减产，使农作物出现畸形现象，影响农作物的下一代作物。本实验采用 2%的甲酸乙腈溶液，通过快速溶剂萃取土壤样品中的砒嘧磺隆等 13 种除草剂，该方法具有速度快、效率高，试剂用量少等优点，有利于后续检测设备对土壤中除草剂残留量的快速准确测定。

### 二、仪器与试剂

#### 2.1、仪器

新仪 HASE-06 快速溶剂萃取仪，分析天平，水浴锅等。



#### 2.2、试剂

乙腈（色谱纯），甲酸（色谱纯）

2%甲酸-乙腈溶液（体积分数）：取 2mL 甲酸加入乙腈稀释至 100mL。

0.1%甲酸溶液（体积分数）：0.1mL 甲酸加水稀释至 100mL。

0.1%甲酸水-乙腈溶液（90+10，体积比）。

### 三、实验方法

#### 3.1、萃取参数

精确称取 10g 新鲜土壤样品（精确至 0.01g）与 10g 硅藻土，充分混匀后，移入快速溶剂萃取仪的 40mL 萃取池中，萃取溶剂为 2%甲酸-乙腈溶液，设定萃取参数如下：

萃取温度 /°C	萃取压力 /bar	加热平衡时间 /s	萃取时间 /s	冲洗体积 /%	冲洗流速 /mL/min	氮吹时间 /s	循环次数
80	12	300	300	60	30	100	2

### 3.2、浓缩定容

提取结束后，提取液转移至 250mL 梨形瓶中，在 40℃ 水浴中，旋转浓缩至近干，用 5mL 0.1% 甲酸水-乙腈溶液定容，过 0.2 μm 微孔滤膜后，待测。

## 四、注意事项

- 1、装样时用 30-80 目石英砂/高纯二氧化硅打底和铺顶，石英砂过细可能会导致爆沸。
- 2、装样完成后，需确保样品表面与萃取罐口台阶距离不可少于 1cm，建议 2cm 左右。
- 3、实验开始前请检查气源压力在 0.6-1MPa 范围内，如压力过低或尚未通气，会导致无法通过气密性检测。
- 4、实验过程中请勿调整萃取架高度，如需复位仪器，请点击停止键，等待仪器泄压后方可复位。
- 5、更换溶剂时，建议先将整瓶溶剂进行超声波清洗 1-3min，避免溶剂管路溶液出现气泡。

## 五、参考文献

[1]DB15\_T 1475 加速溶剂萃取-液相色谱串联质谱法测定土壤中 13 种除草剂残留量[S].