

毛细管色谱法测定土壤中 N,N-二甲基甲酰胺残留

刘炜

(富美实(上海)化学技术有限公司, 上海 浦东 200120)

摘要: 本实验建立气相色谱直接进样法测定土壤中的 N,N-二甲基甲酰胺残留量。采用 HP-Innowax 毛细管色谱柱 (30m×0.32mm×0.5μm), 以氦气 (He) 为载气, FID 检测器测定土壤中的 N,N-二甲基甲酰胺残留。实验结果表明, N,N-二甲基甲酰胺在 0.0003mg/g~0.0515mg/g 浓度范围内线性关系良好, 相关系数 R^2 为 1.0000; 精密度好, 相对标准偏差 $RSD\%=0.7\%$; 准确度高, 对样品进行低、中、高三种浓度水平加标, 回收率范围分别为 113.0%~123.1%, 105.8%~109.8% 和 99.5%~101.8%; 检出限为 0.25mg/kg, 测定下限为 1.0 mg/kg。

关键词: N,N-二甲基甲酰胺; 土壤; 气相色谱法; 氢火焰检测器

中图分类号: X53

文献标识码: A

Determination of N, N-dimethylformamide residues in soil by capillary chromatography

Liu Wei

(FMC (Shanghai) Chemical Technology Co., Ltd, Pudong, Shanghai, 200120, China)

Abstract: A method for the determination of N, N-dimethylformamide residue in soil by direct gas chromatography was established. The residues of N, N-dimethylformamide in soil were determined by HP-Innowax capillary column (30m×0.32mm×0.5μm) with helium (He) as carrier gas and FID detector. The experimental results showed that N,N-dimethylformamide had good linear relationship in the concentration range of 0.0003mg/g~0.0515mg/g, and the correlation coefficient R^2 was 1.0000. The relative standard deviation $RSD\%=0.7\%$; The results showed that the recovery rates were 113.0%~123.1%, 105.8%~109.8% and 99.5%~101.8%, respectively. The limit of detection was 0.25mg/kg and the limit of determination was 1.0 mg/kg.

Keywords: N, N-dimethylformamide; Soil; Gas chromatography; FID detector

N,N-二甲基甲酰胺 (DMF) 是一种具有独特物理性质的溶剂, 由于其能溶解大多数有机物和部分无机物, 因此被广泛用作溶剂, 有万能溶剂之称。而且由于 N,N-二甲基甲酰胺本

身结构中含有醛基和二甲胺基团, 所以其经常被用作各种化学转化的催化剂以及合成有机化学中许多官能团的供体, 例如杀虫脒等农药杀虫剂^[1]。N,N-二甲基甲酰胺对体会造成危害, 长期接触会对人的中枢神经系统、肝肾功能造成损伤^[2-3], 同时也会对动植物及生态环境造成危害。在农业生产活动中常常会大量使用农药, 从而可能会将 N,N-二甲基甲酰胺从施用的农药中迁移至土壤中, 属于一种潜在的环境污染物。本文通过用气相色谱法对土壤中的 N,N-二甲基甲酰胺进行测定分析, 证明了该分析方法的稳定性和可靠性, 为土壤中潜在污染物 N,N-二甲基甲酰胺的分析测定提供了技术依据。

1 实验部分

1.1 试剂与耗材

乙腈 (99.95%, HPLC 级, ThermoFisher scientific); N,N-二甲基甲酰胺 (99.8%, HPLC 级, ThermoFisher scientific)、棕色 VOA 瓶 (40ml、60ml) 带有聚四氟乙烯硅胶垫螺旋盖, 探索平台); 2ml 进样小瓶 (上海安谱实验科技); 针式过滤器 (0.45 μ m, 探索平台); 针筒注射器 (5ml, 探索平台)。

1.2 仪器与设备

气相色谱仪 FID 检测器 (Agilent 7890B); HP-Innowax 毛细管色谱柱 (30m \times 0.32mm \times 0.50 μ m, 美国安捷伦); 十万分之一天平 (梅特勒托利多 XPR226DRQ/AC); 离心机 (上海飞鸽)。

1.3 色谱参数

进样口温度: 260 $^{\circ}$ C; 进样量: 1.0 μ L; 进样模式: 不分流; FID 检测器温度: 280 $^{\circ}$ C; 载气: 氦气 (He); 柱流量: 1.5ml/min; 氢气流量: 30ml/min; 空气流量: 300ml/min; 升温程序: 60 $^{\circ}$ C (保持 2min), 以 10 $^{\circ}$ C/min 的速度升至 140 $^{\circ}$ C, 再以 15 $^{\circ}$ C/min 的速率升至 250 $^{\circ}$ C (保持 3min)。

1.4 样品前处理

称取约 1g 土壤样品至 40ml 棕色瓶内, 加入约 9g 的乙腈溶剂, 盖上瓶盖后将其超声提取 20 分钟, 然后放入离心机以 2000 转/分钟的速率离心 5 分钟, 用针筒注射器取上清液过 0.45 μ m 针式过滤器至 2ml 安捷伦进样小瓶内, 然后自动进样器吸取 1 μ L 进行测试。

2 结果与讨论

2.1 色谱柱的选择

本实验一共选择了 4 种不同型号的色谱柱进行试验, 分别为 HP-1、HP-5、DB-wax 以及