

ICS 13.080

Z 18

备案号:

DB21

辽宁省地方标准

DB21/T 3305—2020

土壤中毒杀芬残留量的测定 气相色谱法

Determination of toxaphene residue in soil Gas chromatography method

地方标准信息服务平台

2020 - 09 - 30 发布

2020 - 10 - 30 实施

辽宁省市场监督管理局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则》给出的规则编写。

本标准由辽宁省农业农村厅提出并归口管理。

本标准起草单位：沈阳海关技术中心、沈阳农业大学、辽宁省农业科学院。

本标准主要起草人：徐宜宏，付海滨，毕孝瑞，胡姝，吴渺渺，张敏，李丽娜，钟钰

本标准发布实施后，任何单位和个人如有问题和意见建议，均可以通过来电和来函等方式进行反馈，我们将及时答复并认真处理，根据实际情况依法进行评估及复审。

归口管理部门通讯地址：辽宁省农业农村厅（沈阳市和平区太原北街2号），联系电话：024-23447862

标准起草单位通讯地址：辽宁省沈阳市沈河区东滨河路106号，联系电话：024-24808859

地方标准信息服务平台

土壤中毒杀芬残留量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了土壤中毒杀芬残留量的气相色谱检测方法。
本标准适用于土壤中毒杀芬残留量的检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样经正己烷提取，通过无水硫酸镁和PSA净化，浓缩后，用配有电子捕获检测器的气相色谱仪（GC-ECD）测定，归一化法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 正己烷：色谱纯；

4.2 丙酮：色谱纯；

4.3 无水硫酸镁：于 650℃ 灼烧 4h，冷却后贮于密闭容器中，备用；

4.4 毒杀芬标准品 (CAS: 8001-35-2)：100 μg/mL；

4.5 毒杀芬标准储备溶液：将毒杀芬标准溶液用丙酮配制成浓度为 10 μg/mL 的标准储备溶液；该溶液应保存在 0℃~4℃ 条件下；

4.6 毒杀芬标准工作溶液：根据需要，吸取适量的毒杀芬标准溶液，将其稀释成适当浓度的标准工作溶液。

4.7 固相萃取填料 (PSA)：10g，粒径 40~60μm，或相当者。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪 (GC)：配有电子捕获检测器 (ECD)；

- 5.2 分析天平：感量 0.1 mg 和 0.1 g；
- 5.3 氮气吹干仪：可控温；
- 5.4 超声波发生器：可控温；
- 5.5 离心机：转速不低于 4000 r/min；
- 5.6 涡旋混匀机。

6 试样制备与保存

将采集的土壤样品中取出有代表性样品200g，在室温下通风干燥后，通过孔径为0.85mm筛（20目）均分成两份，装入洁净的容器内，作为试样。密封，并标明标记，常温保存。

在抽样及制样的操作过程中，应防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

7 测定步骤

7.1 提取

称取 10g 样品（精确至 0.01g），置于 50 毫升离心管中，加入 20 毫升正己烷，涡混 3min，于超声波发生器中提取 15min。

7.2 净化

向离心管中加入 PSA 填料 0.5g，无水硫酸镁 4.0g，充分混匀，超声 15min，3000r/min 离心 5min；上清液转入 10mL 玻璃离心管，于氮吹仪上 55℃水浴吹干，再用 1mL 正己烷定容，过 0.45μm 滤膜，供 GC 测定。

7.3 测定

7.3.1 气相色谱条件

- a) 色谱柱：HP-5 毛细管柱（30m×0.32mm×0.25μm）；或相当者；
- b) 色谱柱温度：110℃（0.5min） $\xrightarrow{15^\circ\text{C}/\text{min}}$ 300℃（10 min）；
- c) 进样口温度：250℃；
- d) 检测器温度：300℃；
- e) 进样方式：不分流，0.75 min 后开启分流阀；
- f) 进样量：1 μL；
- g) 载气：高纯氮气，纯度大于等于 99.999%，流速 1.0mL/min。

7.3.2 测定

根据样品中毒杀芬含量情况，选定峰面积相近的标准工作溶液。标准工作溶液和试样中毒杀芬响应值均应在仪器线性范围内。在10.45min-15.90min内采用归一化法定量。在7.3.1色谱条件下，毒杀芬标准品在气相色谱上的色谱图参见附录A中图A.1。

7.4 空白试验

除不称取试样外，其余均按上述步骤进行。

7.5 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式（1）计算试样中毒杀芬残留量：

$$X = \frac{A \cdot c \cdot V \times 1000}{A_s \cdot m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —— 试样中毒杀芬残留量，单位为毫克每千克，mg/kg；

A —— 一样液中毒杀芬的峰面积之和；

c —— 标准工作溶液中毒杀芬的浓度，单位为微克每毫升， $\mu\text{g/mL}$ ；

V —— 一样液最终定容体积，单位为毫升，mL；

A_s —— 标准工作溶液中毒杀芬的峰面积之和；

m —— 最终样液所代表的试样量，单位为克，g。

注：计算结果应扣除空白值。

8 定量限和回收率

8.1 定量限

本方法毒杀芬的定量限为0.01 mg/kg。

8.2 添加浓度范围、回收率及精密度

不同添加浓度水平下的回收率实验数据见表1：

表1 土壤中毒杀芬添加实验数据

农药	添加浓度 (mg/kg)	回收率 (%) 范围	变异系数 (%)
毒杀芬	0.01	74.8-95.5	9.3
	0.02	81.3-101.1	8.0
	0.10	93.9-108.5	5.4

附录 A
(资料性附录)

毒杀芬标准品的色谱图

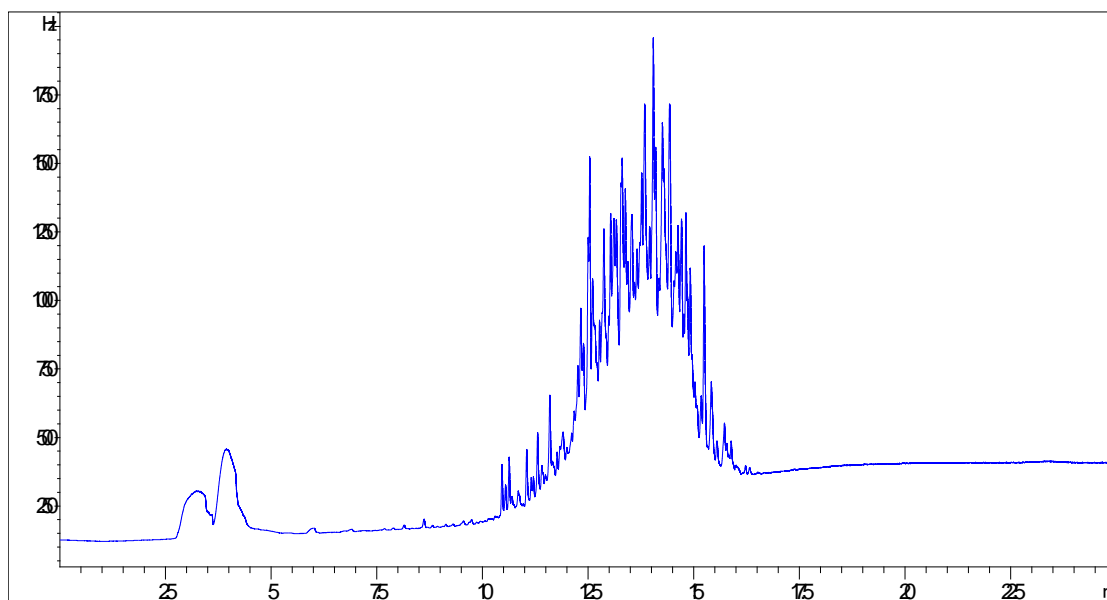


图 A.1 毒杀芬标准品的气相色谱图

地方标准信息服务平台