

ICS

备案号:

DB21

辽 宁 省 地 方 标 准

DB21/T 1546—2007

土壤中乙草胺、丁草胺残留量的测定 (气相色谱法)

2007-07-01 发布

2007-08-01 实施

辽宁省质量技术监督局 发布

前 言

本标准由辽宁省农村经济委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国科学院沈阳应用生态研究所农产品安全与环境质量检测中心。

本标准主要起草人：王莹、张红、崔杰华、曾青、王颜红。

土壤中乙草胺、丁草胺残留量的测定 (气相色谱法)

1 范围

本标准规定了土壤中乙草胺和丁草胺残留量的测定方法。

本标准适用于土壤中乙草胺和丁草胺残留量的测定。

本标准的方法检出限：乙草胺0.01mg/kg，丁草胺0.01mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

NY/T 788 农药残留试验准则

3 原理

试样用丙酮和正己烷的混合溶剂提取，经弗罗里硅土和中性氧化铝混合层析柱净化，用具电子捕获检测器的气相色谱仪测定，外标法定量。

4 试剂与材料

方法所用试剂，凡未指明规格者，均为分析纯；水为蒸馏水。

4.1 丙酮：重蒸馏。

4.2 正正烷：重蒸馏。

4.3 丙酮+正己烷（v+v, 4+1）

4.4 丙酮+正己烷（v+v, 2+98）

4.5 丙酮+正己烷（v+v, 4+96）

4.6 正己烷：色谱纯。

4.7 无水硫酸钠：600℃烘 3h，放入干燥器中，冷却备用。

4.8 弗罗里硅土：取层析用 100 目~200 目，550℃烘 4h，干燥器内备用。使用前，140℃烘 3h，加 3%水减活，剧烈振摇至完全混匀，装柱。

4.9 中性氧化铝：取层析用 100 目~200 目，550℃烘 4h，干燥器内备用。使用前，140℃烘 3h，加 3%水减活，剧烈振摇至完全混匀，装柱。

4.10 脱脂棉：将脱脂棉放入索氏提取器中，加入混合溶剂（4.5），于水浴上回流 4h，自然挥干备用。

4.11 农药标准品：纯度>95%。

4.12 农药标准溶液配制：分别准确称取标准品乙草胺、丁草胺 0.0100、0.0100g，溶于 100mL 容量瓶中，得标准储备液 100.0 μg/mL。用正己烷（4.6）配制成浓度均为 10.0 μg/mL 的乙草胺和丁草胺的混合标准储备液，贮存在-18℃以下冰箱中。配置标准工作液前，将储备液放置至室温后，再用正己烷（4.6）稀释成所需浓度的标准工作液。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱仪：具电子捕获检测器（ECD，⁶³Ni）。
- 5.2 电动振荡器（频率为 240 次/min）。
- 5.3 旋转蒸发器。
- 5.4 层析柱：内径 1cm，长 30cm。
- 5.5 具塞锥形瓶：100mL。
- 5.6 分析天平，感量 0.0001g。
- 5.7 鸡心瓶：200mL。

6 分析步骤

6.1 样品的采集、制备及贮存方法

土壤田间样品采集、贮存、缩分按照标准 NY/T 788-2004 执行。粉碎后的土壤样品过 60 目筛。

6.2 试样的前处理

6.2.1 提取

准确称取土壤 20.0g（精确至 0.1g），置于 100mL 具塞锥形瓶中，加入丙酮+正己烷混合溶剂（4.3）40mL，在振荡器上振荡 20min，滤液过滤至鸡心瓶中。试样分别再用丙酮+正己烷混合溶剂（4.3）30mL、30mL 振荡 15min，10min。合并滤液。提取液在旋转蒸发器中，35℃ 水浴浓缩至约 2mL。

6.2.2 净化

层析柱下端放少许脱脂棉后，加入 1cm 高无水硫酸钠（4.7），再加入 0.5g 3% 减活弗罗里硅土（4.8）和 0.5g 3% 减活中性氧化铝（4.9）混合吸附剂，轻轻敲柱，使吸附剂填充均匀密实，再加入 1cm 高无水硫酸钠（4.7）。先用 8mL 丙酮+正己烷混合溶剂（4.4）淋洗层析柱，当溶剂液面接近柱内吸附层表面时，再将上述提取浓缩液转移至柱内。原容器用 5mL 丙酮+正己烷混合溶剂（4.5）多次洗涤，并转入柱内，待液面接近柱内吸附层表面时，再用 25mL 丙酮+正己烷混合溶剂（4.5）溶液以 15~20d/min 的速度洗脱。将收集的洗脱液于旋转蒸发器中，35℃ 水浴浓缩至近干。用正己烷（4.6）定容至 2.0mL，待测。

6.3 色谱参考条件

- 色谱柱：DB-1701 30m×0.25mm×0.25μm。
- 柱温：60℃；20℃/min，150℃；8℃/min，230℃，5.5min。
- 进样口温度：240℃。
- 检测器温度：300℃。
- 恒流方式，流速：1mL/min。
- 进样量：1.0μL。
- 分流比：1：50。
- 载气：氮气，纯度（99.999%）。

6.4 测定

将标准储备液用正己烷稀释成 0.01、0.1、0.5、1.0、2.0μg/mL 的乙草胺和丁草胺的混合标准系列，分别取 1.0μL 进样，记录保留时间，并根据保留时间定性。用峰面积对两种除草剂的含量求出直线回归方程。同时取经过前处理的样品液 1.0μL 进样，将峰面积值带入回归方程，求出样品中乙草胺和丁草胺的含量。采用相同方法，除不加试料外，作空白实验。

6.5 结果计算

按下式计算。

$$X = \frac{A_i}{A_s} \times C_s \times \frac{V}{W}$$

式中:

X ——试样中乙草胺(或丁草胺)的残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_i ——注入色谱试样中乙草胺(或丁草胺)的峰面积;

A_s ——标准使用液中乙草胺(或丁草胺)的峰面积;

C_s ——标准使用液中乙草胺(或丁草胺)的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——待测试样定容体积,单位为毫升(mL);

W ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果最终保留两位有效数字。

7 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值 10%。

8 色谱图

色谱图见图 1。

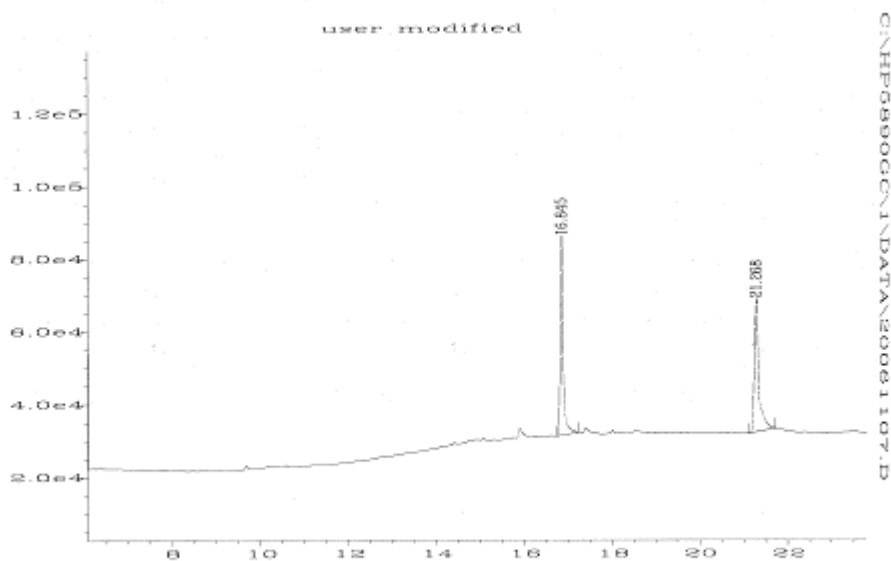


图1 乙草胺、丁草胺混合标准溶液(0.5 $\mu\text{g/mL}$)谱图
注:乙草胺保留时间:15.645mi n,丁草胺保留时间21.268mi n。