

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB 37/T 642—2006

土壤中丙硫克百威、克百威和 3-羟基克百威残留测定 气相色谱法

Determination of residues of benfuracarb, carbosulfan and 3-hydroxy carbosulfan in soil by gas chromatography

2006 - 08 - 01 发布

2006 - 11 - 01 实施

山东省质量技术监督局

发布

前 言

本标准由山东省农业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：农业部食品质量监督检验测试中心（济南）。

本标准主要起草人：陈子雷、王文博、吕潇、杜红霞、刘宾、谷晓红、岳晖、万春燕、郭栋梁、王剑、张红。

山东省地方标准公开

土壤中丙硫克百威、克百威和3-羟基克百威残留测定-气相色谱法

1 范围

本标准规定了土壤中丙硫克百威、克百威和3-羟基克百威残留量气相色谱测定方法。

本标准适用于土壤中丙硫克百威、克百威和3-羟基克百威残留量的测定。

本标准的方法检出限为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试验方法

GB 15618 土壤环境质量标准

3 原理

样品中丙硫克百威及其代谢物经丙酮提取，提取液浓缩净化后，供气相色谱-氮磷检测器（NPD）检测，外标法定量。

4 试剂与材料

除非另有说明，仅使用分析纯试剂；水为GB/T 6682规定的三级水。

4.1 丙酮。

4.2 二氯甲烷。

4.3 乙酸乙酯。

4.4 石油醚（60℃~90℃）。

4.5 0.1mol/L 硝酸银溶液。

4.6 饱和氯化钠溶液。

4.7 无水硫酸钠。

4.8 硅镁吸附剂（层析用）：0.15~0.2 mm，650℃灼烧 3h，贮于干燥器中，用前 130℃烘 5h，加 5% 蒸馏水脱活后使用。

4.9 农药标准品：纯度均≥99%。

4.9.1 农药标准溶液配制

准确称取一定量农药标准品（精确至0.0001g）分别用丙酮（4.1）溶解，定容，配成浓度为1000mg/L单一农药标准储备液。贮存于-18℃冰柜中。根据各农药的在检测器上的响应值，用丙酮配成混合储备溶液。使用前用丙酮稀释成所需浓度的标准工作液。

5 仪器设备

5.1 气相色谱仪：配有氮磷检测器（NPD）。

5.2 超声波提取器。

5.3 氮吹仪。

5.4 旋转蒸发器。

6 试样制备与保存

取不少于1000g土壤样品（不风干），除去植物残物、石块及其它杂物，充分混匀后过1mm筛，四分法缩分，保留不少于500g，作为试样，装入干净容器备用。

7 测定步骤

7.1 提取

准确称取20g（精确至0.01g）试样放入250mL三角瓶中，加入10mL水，充分润湿后，加入2.0mL 0.1mol/L硝酸银溶液（4.5）和50mL丙酮。用超声波提取仪提取15min，过滤于500烧瓶中，用丙酮洗残渣3次，合并滤液，再加入0.1mol/L硝酸银2.0mL，于40℃水浴中用旋转蒸发器浓缩至约10mL。浓缩液转移至500mL分液漏斗中，加入饱和氯化钠溶液（4.6）50mL，蒸馏水150mL，分别有用50mL、30mL、30mL二氯甲烷（4.2）萃取三次，合并下层有机相。有机相经无水硫酸钠（4.7）脱水后，收集于250mL烧瓶中，加3-5滴乙酸乙酯（4.3），旋转蒸发至近干。

7.2 净化

在净化柱中加入1g硅酸镁吸附剂（4.8），上下两端各加入1g无水硫酸钠。先用5mL石油醚（4.4）预淋洗，再将待净化浓缩物用2mL乙酸乙酯溶解，移入净化柱中。用10mL石油醚淋洗，弃去。再用乙酸乙酯淋洗，收集前10mL淋出液。浓缩后用乙酸乙酯定容至2mL，进行气相色谱分析。

7.3 测定

7.3.1 色谱参考条件

7.3.1.1 色谱柱：DL OV-101 15m×0.53mm×0.7μm 石英毛细管色谱柱或相当者。

7.3.1.2 色谱柱温度：200℃保持5min，以30℃/min速度升温至260℃，保持5min。

7.3.1.3 进样口温度：280℃。

7.3.1.4 检测器温度：300℃。

7.3.1.5 载气：氮气，纯度≥99.999%，流速为2mL/min。

7.3.1.6 燃气：氢气，纯度≥99.999%，流速为2mL/min。

7.3.1.7 助燃气：空气，流速为100mL/min。

7.3.1.8 进样方式：分流进样，分流比3:1。

7.3.1.9 进样量：5μL。

7.3.2 色谱分析

以保留时间定性，样品溶液响应值与标准溶液响应值之比定量。

8 结果计算

样品中被测农药残留量以质量分数 ω 计，单位为毫克每千克（mg/kg），按公式（1）计算。

$$\omega = \frac{\rho \times V_1 \times A \times V_3}{V_2 \times A_s \times m} \times \frac{1000}{1000} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

ρ ——标准溶液中被测组分的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

A ——样品中被测农药的响应值；

A_s ——农药标准溶液中被测农药的响应值；

V_1 ——提取溶剂的总体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——吸取出用于检测的提取溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_3 ——样品定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品质量，单位为克（g）。

计算结果保留三位有效数字。当含量小于1mg/kg时，保留两位有效数字。

9 精密度

将三个水平农药混合标准溶液添加到土壤样品中，使其最终浓度分别为1.0mg/kg、0.1mg/kg和0.02mg/kg（3-羟基克百威为0.05mg/kg），进行方法精密度试验，方法添加回收率在80%~110%之间，变异系数小于15%。

10 色谱图

农药的标准色谱图见图1。

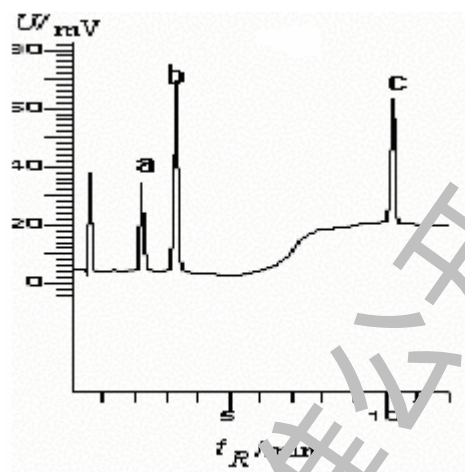


图1 农药的标准色谱图

a—克百威 b—3-羟基克百威 c—丙硫克百威