

ICS

备案号:

DB21

辽 宁 省 地 方 标 准

DB21/T 1675—2008

土壤中阿特拉津残留量的测定
(高效液相色谱法)

2008-10-28 发布

2008-11-01 实施

辽宁省质量技术监督局 发布

前 言

本标准A为资料性附录。

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。

本标准起草人：张 红、齐 伟、王世成、林桂凤、李 波、王颜红。

土壤中阿特拉津残留量的测定 (高效液相色谱法)

1 范围

本标准规定了土壤中阿特拉津残留量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于土壤中阿特拉津残留量的测定。

本标准的方法检出限为0.02mg/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

3 原理

试样经甲醇水溶液提取，液-液萃取净化后，高效液相色谱紫外检测器测定，外标法定量。

4 试剂和材料

所有的试剂如未注明规格，均为分析纯；实验用水，如未注明，应符合GB/T 6682中一级用水的要求。

4.1 甲醇：色谱纯。

4.2 二氯甲烷。

4.3 石油醚（60℃～90℃）。

4.4 无水硫酸钠：优级纯，经550℃灼烧，干燥器中贮存。

4.5 甲醇+水（v+v）：1+1。

4.6 二氯甲烷+石油醚（60℃～90℃）（v+v）：3.5+6.5。

4.7 硫酸钠4%水溶液。

4.8 阿特拉津标准物质：纯度≥99%。

4.9 标准溶液

4.9.1 阿特拉津标准贮备液

准确称取阿特拉津0.0100 g，甲醇（4.1）溶解并定容至100.0 mL。浓度为100 μg/mL。于0℃～4℃贮存，贮存期3个月。

4.9.2 阿特拉津标准中间溶液

准确移取1.0 mL阿特拉津标准贮备溶液（4.9.1）于10.0 mL容量瓶中，用甲醇（4.1）定容，浓度为10 μg/mL。于0℃～4℃贮存。贮存期1个月。

4.9.3 阿特拉津标准曲线工作液

分别准确移取0.1 mL，0.2 mL，0.5 mL，1.0 mL，2.0 mL阿特拉津标准中间溶液（4.9.2）于5个10.0 mL容量瓶中，用甲醇（4.1）定容，混和均匀，用前现配。此标准系列的阿特拉津浓度分别为0.1，0.2，0.5，1.0，2.0 μg/mL。

4.10 滤膜：0.45 μm。

5 仪器设备

- 5.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器。
- 5.2 离心机。
- 5.3 旋转蒸发仪。
- 5.4 真空泵。
- 5.5 超声波发生器。

6 分析步骤

6.1 样品制备方法：土壤样品研磨后过 60 目筛。

6.2 试样处理

6.2.1 提取

称取5g(±0.001g)试样于锥形瓶中，加入混合提取液(4.5) 30 mL，超声提取30 min，4000 r/min 离心5 min。取上清液，残渣加入混合提取液20 mL，再重复超声提取两次，每次提取15min，合并上清液，35℃旋转蒸发至约35mL。

6.2.2 净化

将浓缩后的溶液移入250mL分液漏斗中，硫酸钠4%水溶液(4.7) 50mL分2次~3次洗浓缩瓶，洗液并入分液漏斗中，混匀。再用二氯甲烷-石油醚(4.6)萃取三次，每次40mL，振摇1min，合并有机相。将有机相过无水硫酸钠(4.4)，35℃旋转蒸发至近干。残渣用甲醇(4.1)定容至2.0mL，过0.45μm滤膜，供高效液相色谱测定。

6.3 测定

6.3.1 高效液相色谱参考条件

色谱柱：C18, 5μm, 4.6×150mm。

流动相：甲醇+水(v+v, 1+1)。

流速：1.0mL/min。

柱温：30℃。

检测波长：220nm。

进样量：10μL。

6.3.2 高效液相色谱测定

取阿特拉津标准工作溶液系列(4.9.3)及样品溶液各10μL，分别注入高效液相色谱仪进行分析，以保留时间定性，以浓度峰面积做标准曲线，外标定量。

7 结果计算

试样中的阿特拉津含量质量分数按下式计算：

$$X = \frac{C \cdot V}{m}$$

式中：

X ——样品中阿特拉津残留量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

C ——从标准曲线上得到的待测样液中阿特拉津的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V ——样液最终定容体积，单位为毫升(mL)；

m ——称取的试样量，单位为克(g)。

8 精密度、回收率、检出限

在重复性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的10%，回收率在90%以上，检出限为0.02mg/kg，精密度RSD<5%。

附 录 A
资料性附录
液相色谱参考图

A.1 色谱参考图

见图A.1。

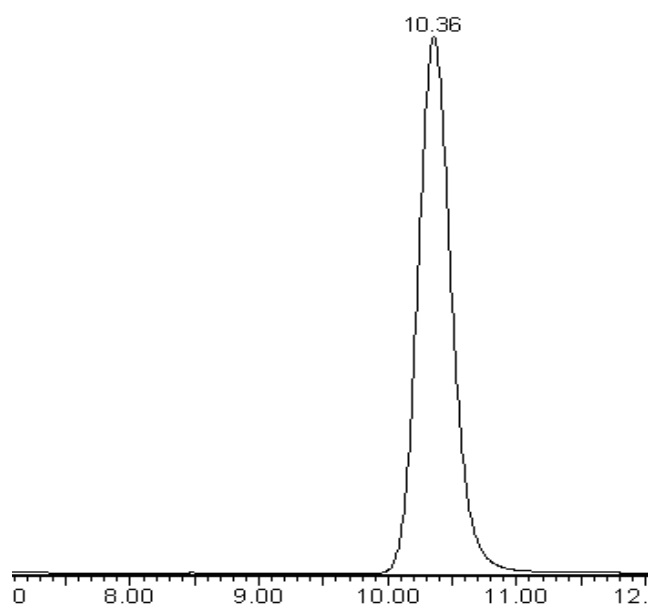


图1 阿特拉津(1.0 μ g/mL)的标准色谱图，其保留时间为 10.36min。