ICS 65.100.01
G 23
备案号：37814-2013

DB22

吉　林　省　地　方　标　准

DB 22/T 1753—2012

土壤中莠去津和乙草胺的测定 气相色谱法

Determination of atrazine and acetochlor residues in soils－Gas chromatography

本标准仅供内部使用 不得翻印
本标准仅供内部使用 不得翻印

2012－12－31 发布　　2013－01－31 实施

吉林省质量技术监督局　　发布

本标准仅供内部使用 不得翻印
本标准仅供内部使用 不得翻印

前　言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 和 GB/T 20001.4-2001 给出的规则起草。

本标准由吉林省农业委员会提出并归口。

本标准起草单位：吉林农业大学（农业部参茸产品质量监督检验测试中心）。

本标准主要起草人：李月茹、潘浦群、许煊炜、于晓斌、孟欣欣、初丽伟、赵丹、钟岩。

本标准仅供内部使用　不得翻印
本标准仅供内部使用　不得翻印

本标准仅供内部使用 不得翻印
本标准仅供内部使用 不得翻印

土壤中莠去津和乙草胺的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了土壤中莠去津和乙草胺残留量的气相色谱检测方法。

本标准适用于土壤中莠去津和乙草胺残留量的测定。

本标准的方法定量限：莠去津 0.02 mg/kg,乙草胺 0.005 mg/kg。

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，仅所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（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T 395 农田土壤环境质量监测技术规范

3 原理

土壤试样中莠去津和乙草胺用丙酮和水混合溶剂提取，经三氯甲烷萃取，气相色谱仪检测，外标法定量。

4 试剂与材料

除非另有说明，所有试剂均为分析纯，水应达到GB / T 6682二级水的要求。

4.1 丙酮（C_3H_6O）：应用前进行蒸馏。

4.2 三氯甲烷($CHCl_3$)。

4.3 正己烷(C_6H_{14})：色谱纯。

4.4 氯化钠：分析纯。

4.5 无水硫酸钠（Na_2SO_4）： 550℃干燥 2h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，干燥器内保存。

4.6 丙酮+水＝90+10（v+v）。

4.7 氯化钠水溶液：10% NaCl。

4.8 农药标准物质：莠去津（Atrazine）标准物质：≥99.7%;乙草胺（Acetochlor）标准物质：≥99.7%。

4.9 标准溶液

本标准仅供内部使用 不得翻印

4.9.1 单一标准储备液：准确称取 10 mg 的莠去津或乙草胺标准品,用正己烷溶解并转移至 100 mL 容量瓶中,用正己烷定容,配成质量浓度为 100 mg/L 的莠去津和乙草胺的标准储备液，4 ℃以下避光贮存，保存期：6 个月。

4.9.2 混合标准储备液：分别准确移取 1 mL 单一农药标准储备液与 10 mL 容量瓶中，用正己烷定容至刻度，4 ℃以下避光贮存，保存期为一个月。

4.9.3 标准工作液：准确吸取 1 mL 单一农药标准储备或混合标准储备液，按 4.9.2 稀释得到，需现用现配。

4.10 无水硫酸钠层析柱：玻璃层析柱（长 15 cm，内径 1.5 cm）中装有 1 cm 厚的无水硫酸钠。

4.11 Celite 545 助滤剂。

5 仪器设备

5.1 气相色谱仪：配有电子捕获检测器。

5.2 电子天平，感量 0.01 g 和 0.0001 g。

5.3 粉碎机。

5.4 0.25 mm 筛。

5.5 超声波发生器。

5.6 旋转蒸发仪。

5.7 恒温水浴振荡器。

5.8 氮吹仪。

6 试样制备

6.1 样品采集

应按NY/T 395的规定采集土壤样品。

6.2 试样制备

土壤试样采集后在室温条件下风干，除去石块、秸秆、草根等杂物，粉碎，并过0.25 mm筛，置于密闭容器中-18 ℃条件下保存。

7 分析步骤

7.1 提取

称取 20 g（精确至 0.01 g）土壤试料，置于 150 mL 具塞三角瓶中，加水 8 mL，摇匀，加 40 mL 丙酮，超声提取 10 min，继续在 30 ℃水浴振荡器中振荡提取 1 h，将提取液倒入铺有滤纸及一层助滤

本标准仅供内部使用 不得翻印

剂（4.11）的布氏漏斗中，减压过滤。残渣再分别用 40 mL、30 mL 混合溶剂（4.6）在 30 ℃水浴振荡器中振荡提取 30 min，过滤，15 mL 丙酮分三次冲洗残渣，合并滤液,待净化。

7.2 净化

将上述滤液置于 500 mL 分液漏斗中，加入 20 mL10% NaCl 溶液（4.7），用 120 mL 三氯甲烷分三次萃取，每次振摇 1 min-2 min，充分静置分层，收集有机相，合并，有机相过无水硫酸钠（4.10），然后旋转蒸发器浓缩至近干，氮气吹干后立即用正己烷定容至 2mL,待测。

7.3 测定

7.3.1 气相色谱参考条件

7.3.1.1 检测器温度：300 ℃。

7.3.1.2 进样口温度：280 ℃。

7.3.1.3 色谱柱：50%聚苯基甲基硅氧烷(DB-17)柱，0.25 mm×0.25 μm×30 m（或相当者）。

7.3.1.4 程序升温：$70℃(1\text{min}) \xrightarrow{25℃/\text{min}} 180℃(10\text{min}) \xrightarrow{10℃/\text{min}} 260℃(25\text{min})$

7.3.1.5 进样体积：1.0 μL。

7.3.1.6 进样方式：不分流进样。

7.3.2 定量测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，不间断地连续注入数针标准溶液，计算各针相对响应值的重复性，待相邻两针的相对响应值的相对偏差小于±5%，每一平行试样按照标准溶液、样本溶液、标准溶液的顺序分别进行测定，莠去津、乙草胺标准谱图参见附录 A。

7.4 空白试剂试验

不添加土壤样品按上述步骤进行空白试剂试验。

8 分析结果计算

8.1 定性分析

样品溶液待测组分的保留时间与标准溶液相应组分保留时间比较，如果样品溶液中某组分保留时间与标准溶液的某一待测组分保留时间相差在±1%内，可认定为相同组分。若出现阳性结果可用另外极性不同的色谱柱或色谱-质谱仪确证。

8.2 定量计算结果

样品中莠去津或乙草胺的残留量，按式（1）计算：

$$\omega = \frac{c \times A_1 \times V_1 \times V}{m \times A_2 \times V_2} \times f \quad \text{.....(1)}$$

本标准仅供内部使用 不得翻印

式中：

ω—莠去津或乙草胺残留量；单位以毫克每千克（mg/kg），

c—标准溶液中莠去津或乙草胺的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

A_1—样品测定液中莠去津或乙草胺的峰面积；

A_2—标准溶液中莠去津或乙草胺的峰面积；

V—待测试样的定容体积，单位为毫升（mL）；

V_1—标准溶液的进样体积，单位为微升（μL）；

V_2—样品溶液的进样体积，单位为微升（μL）；

m—试料的质量，单位为克（g）；

f —稀释倍数。

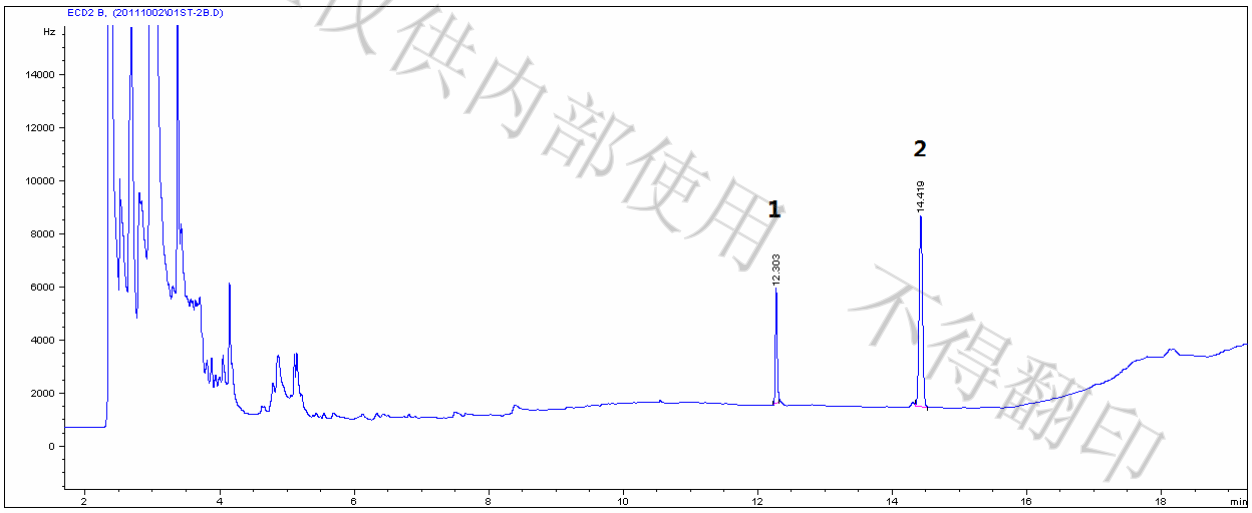
计算结果保留两位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定结果的算术平均值的15%，本方法精密度数据参见附录B。

本标准仅供内部使用 不得翻印

附　录　A
（资料性附录）
莠去津（0.5μg/mL）、乙草胺（0.1μg/mL）标准溶液色谱图



说明：

1—莠去津；

2—乙草胺。

图A.1　莠去津（0.5μg/mL）、乙草胺（0.1μg/mL）标准溶液色谱图

本标准仅供内部使用　不得翻印

附 录 B
（资料性附录）
莠去津和乙草胺的精密度数据

表B.1 莠去津和乙草胺的精密度数据

农药名称	添加水平（mg/kg）	重复性限 r	再现性限 R	添加水平（mg/kg）	重复性限 r	再现性限 R
莠去津	0.05	0.007	0.012	1	0.14	0.21
乙草胺	0.01	0.0013	0.0019	1	0.12	0.17

本标准仅供内部使用 不得翻印
本标准仅供内部使用 不得翻印