

ICS

备案号:

DB21

辽 宁 省 地 方 标 准

DB21/T 1544—2007

土壤中苄嘧磺隆残留量的测定 (高效液相色谱法)

2007-07-01 发布

2007-08-01 实施

辽宁省质量技术监督局 发布

前 言

本标准由辽宁省农委提出并归口。

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：齐 伟、王世成、李 波、李文清、王颜红。

土壤中苄嘧磺隆残留量的测定 (高效液相色谱法)

1 范围

本标准规定了土壤中苄嘧磺隆残留量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于土壤中苄嘧磺隆残留量的测定。

本标准的方法检出限为0.01 mg/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

试样经二氯甲烷和丙酮混合溶剂提取后，经液-液萃取、C₁₈固相萃取柱净化，用高效液相色谱反相分离，紫外检测器检测，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，均应符合GB/T 6682 中一级用水的要求。

4.1 正己烷。

4.2 乙腈。

4.3 乙腈：色谱纯。

4.4 乙酸。

4.5 二氯甲烷+丙酮混合溶剂（v+v,7+3）。

4.6 氨水溶液：0.15mol/L。

4.7 苄嘧磺隆标准物质：纯度≥99%。

4.8 标准溶液

4.8.1 苄嘧磺隆标准贮备液，浓度为100 μg/mL。准确称取苄嘧磺隆0.0100g，置于100.0mL容量瓶中，加乙腈（4.3）溶解并定容至刻度。贮存于0~5℃的冰箱中。

4.8.2 苄嘧磺隆标准中间溶液：浓度为10 μg/mL。准确移取1.0mL苄嘧磺隆标准贮备溶液（4.8.1）于10.0mL容量瓶中，用乙腈（4.3）定容。贮存于0~5℃的冰箱中。

4.8.3 苄嘧磺隆标准曲线工作液：分别准确移取0.1、0.2、0.5、1.0、2.0mL苄嘧磺隆标准中间溶液（4.8.2）于5个10.0mL容量瓶中，用乙腈（4.3）定容，混和均匀。临用前配制。此标准系列的苄嘧磺隆浓度分别为0.1、0.2、0.5、1.0、2.0 μg/mL。

4.9 C₁₈固相萃取柱(MT型, 250MG)：使用前依次用25mL乙腈（4.2），25mL氨水（4.6）淋洗，备用。

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 固相萃取装置。
- 5.3 旋转蒸发仪。
- 5.4 真空泵。
- 5.5 超声波振荡器。

6 分析步骤

6.1 样品的采集、贮存及制备方法

样品采集、贮存、及制备按NY/T 788 规定执行。粉碎后的土壤样品过60目筛。

6.2 样品处理

6.2.1 提取

准确称取25g(±0.1g)制备好的试样于锥形瓶中。向锥形瓶中加入100mL混合提取液(4.5)，超声提取10min，过滤。再重复超声提取两次，每次用50mL混合提取液，合并三次滤液。滤液用旋转蒸发仪于35℃水浴下浓缩至近干。

6.2.2 净化

用50mL乙腈(4.2)溶解残渣，超声2min，移入125mL分液漏斗中，用正己烷萃取三次，每次50mL，振摇2min，弃去正己烷相，乙腈相用旋转蒸发仪于35℃水浴下浓缩至近干。残渣用10mL氨水溶液(4.6)超声溶解，过预处理好的C₁₈固相萃取柱(4.9)，控制流速小于1.0mL/min。再用10mL氨水溶液(4.6)清洗所用浓缩瓶，同样过C₁₈固相萃取柱。然后用约10mL乙腈(4.2)洗脱，收集洗脱液，用旋转蒸发仪于35℃水浴下浓缩至近干。最后用乙腈(4.2)定容至2.0mL，过0.45μm滤膜，供液相色谱测定。

6.2.3 测定

6.2.4 液相色谱参考条件

色谱柱：C₁₈, 5μm, 3.9×150mm或相当者。

流动相：乙腈+0.5%的醋酸水溶液(v+v, 50+50)。

流速：0.9mL/min。

柱温：30℃。

检测波长：234nm。

进样量：10μL。

6.2.5 液相色谱测定

取苄嘧磺隆标准工作溶液系列(4.8.3)及样品溶液各10μL，注入高效液相色谱仪进行分析，用外标法定量。

7 结果计算

试样中的苄嘧磺隆含量按下式计算：

$$d = \frac{c \cdot v}{m}$$

式中：

d ——样品中苄嘧磺隆残留量，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苄嘧磺隆的浓度，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

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%。

9 液相色谱参考图

色谱参考图，见图1。

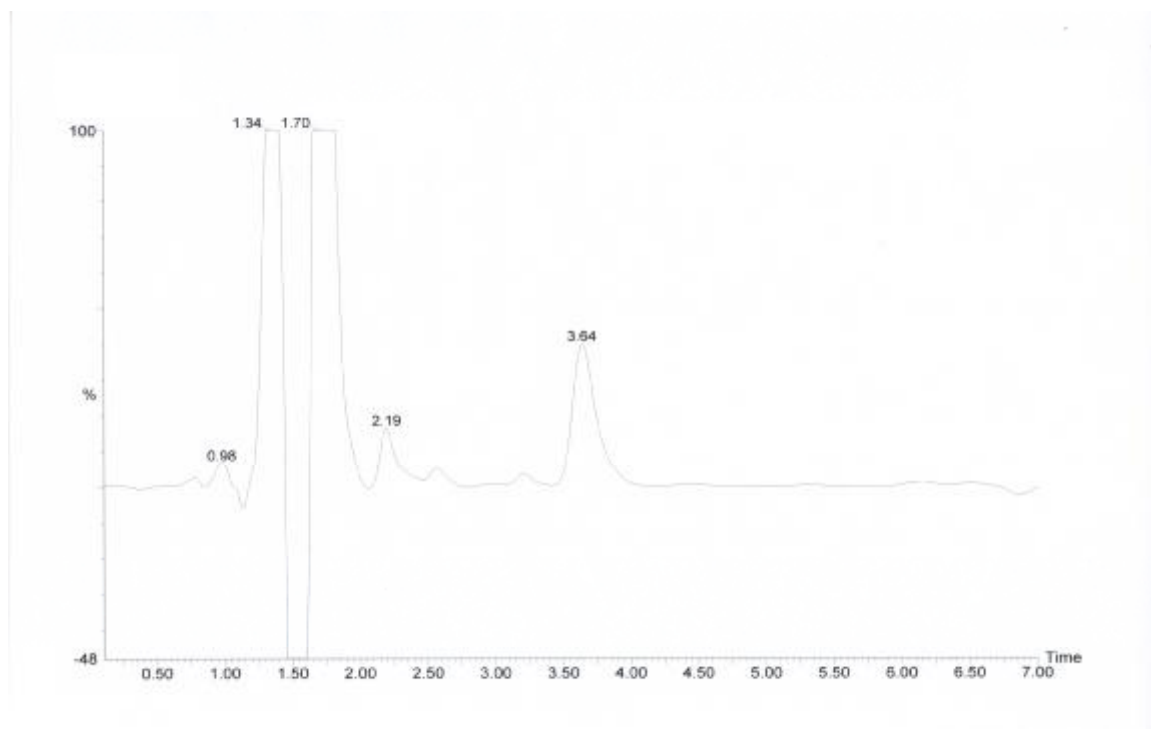


图1 苄嘧磺隆(2.0 μg/mL)的标准色谱图，其保留时间为 3.64min。