

ICS 13.080
Z 18



中华人民共和国国家标准

GB/T 14550—2003
代替 GB/T 14550—1993

土壤中六六六和滴滴涕测定的 气相色谱法

Method of gas chromatographic for determination of
BHC and DDT in soil

2003-11-10 发布

2004-04-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准是对 GB/T 14550—1993《土壤质量 六六六和滴滴涕的测定 气相色谱法》进行下述内容的修订：

- 原标准中 2.3 制备色谱柱时使用的试剂和材料和 3.6 色谱柱及 5.2.3 校准数据表示的内容全部删去；
- 在第 5 章色谱测定操作步骤中增加了测定条件 B、毛细管色谱柱及图谱；
- 把 6.2.2 精密度、6.2.3 准确度和 6.2.4 检测限的数据表格全部放到附录 A 中，原精密度用标准偏差表示改为采用相对标准偏差表示。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准的起草单位：农业部环境保护科研监测所。

本标准的主要起草人：黄士忠、刘潇威、黄永春、王继军、买光熙、徐应明、李治祥、张克强。

土壤中六六六和滴滴涕测定的 气相色谱法

1 范围

本标准规定了土壤中六六六和滴滴涕残留量的测定方法。
本标准适用于土壤样品中有机氯农药残留量的分析。

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 17332—1998 食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留的测定

NY/T 395 农田土壤环境质量监测技术规范

3 原理

土壤样品中的六六六和滴滴涕农药残留量分析采用有机溶剂提取,经液、液分配及浓硫酸净化或柱层析净化除去干扰物质,用电子捕获检测器(ECD)检测,根据色谱峰的保留时间定性,外标法定量。

4 试剂与材料

4.1 载气:氮气(N₂)纯度≥99.99%。

4.2 标准样品及土壤样品分析时使用的试剂和材料。所使用的试剂除另有规定外均系分析纯,水为蒸馏水。

4.2.1 农药标准品:

α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC、P、P'-DDE、O、P'-DDT、P、P'-DDD、P、P'-DDT,纯度为98.0%~99.0%。

4.2.1.1 农药标准溶液制备:准确称取(4.2.1)的每种100 mg(准确到±0.000 1 g),溶于异辛烷或正己烷(β -BHC先用少量苯溶解),在100 mL容量瓶中定容至刻度,在冰箱中贮存。

4.2.1.2 农药标准中间溶液配制:用移液管量分别取八种农药标准溶液,移至100 mL容量瓶中,用异辛烷或正己烷稀释至刻度,八种储备液的体积比为: $V_{\alpha\text{-BHC}} : V_{\beta\text{-BHC}} : V_{\gamma\text{-BHC}} : V_{\delta\text{-BHC}} : V_{\text{P,P'-DDE}} : V_{\text{O,P'-DDT}} : V_{\text{P,P'-DDD}} : V_{\text{P,P'-DDT}} = 1 : 1 : 3.5 : 1 : 3.5 : 5 : 3 : 8$ (适用于填充柱)。

4.2.1.3 农药标准工作溶液配制:根据检测器的灵敏度及线性要求,用石油醚或正己烷稀释中间标液,配制成几种浓度的标准工作溶液,在4℃下贮存。

4.2.2 异辛烷(C₈H₁₈)。

4.2.3 正己烷(C₆H₁₄):沸程67℃~69℃,重蒸。

4.2.4 石油醚:沸程60℃~90℃,重蒸。

4.2.5 丙酮(CH₃COCH₃):重蒸。

4.2.6 苯(C₆H₆):优级纯。

4.2.7 浓硫酸(H₂SO₄):优级纯。

4.2.8 无水硫酸钠(Na₂SO₄):在300℃烘箱中烘烤4 h,放入干燥器备用。