



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3788—2014

进出口纺织品中四种有机氯农药的测定 气相色谱法

Determination of four organochlorine pesticides on import and export textiles—
Gas chromatography method

2014-01-13 发布

2014-08-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国河北出入境检验检疫局、中华人民共和国四川出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈宝喜、孙雷、高友军、杨霖、冯金艳、张燕、俞凌云、季伟、严家庆、贾方、刘江。

进出口纺织品中四种有机氯农药的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了纺织品中异艾氏剂(Isodrin)、十氯酮(Kepon)、乙滴涕(Perthan)和碳氯灵(Telodrin)四种有机氯农药的气相色谱测定方法。

本标准适用于各种纺织材料及其产品中异艾氏剂、十氯酮、乙滴涕和碳氯灵四种有机氯农药的测定。

2 原理

试样用丙酮-正己烷溶液(1+4,体积分数)经超声提取、浓缩,正己烷溶解定容过膜后,用配有电子俘获检测器的气相色谱仪(GC/ECD)测定,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯。

3.1 正己烷:高效液相色谱级。

3.2 丙酮:高效液相色谱级。

3.3 丙酮-正己烷(1+4,体积分数):取正己烷 80 mL,加入丙酮 20 mL,混匀。

3.4 标准品:纯度不低于 97.0%,见附录 A。

3.5 标准储备溶液:分别准确称取适量的每种标准物质(精确至 0.1 mg),用丙酮(3.2)分别配制成质量浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。

注:标准储备溶液于 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 以下避光保存,有效期为 12 个月。

3.6 混合标准工作溶液:根据需要再用正己烷逐级稀释成适用浓度的系列混合标准工作溶液。

注:混合标准工作溶液于 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 以下避光保存,有效期为 6 个月。

3.7 微孔滤膜:0.22 μm 。

4 仪器与设备

4.1 气相色谱仪:配有电子俘获检测器。

4.2 分析天平:感量分别为 0.1 mg 和 0.01 g。

4.3 超声波发生器:工作频率 50 Hz。

4.4 旋转蒸发仪。

4.5 鸡心瓶:100 mL。

4.6 锥形瓶:具磨口塞,50 mL。

5 分析步骤

5.1 提取

取代表性样品,将其剪碎至5 mm×5 mm以下,混匀。称取1.0 g(精确至0.01 g)试样,置于50 mL具塞锥形瓶(4.6)中,加入20 mL丙酮-正己烷溶液(3.3),超声提取20 min,将提取液过滤,收集于鸡心瓶(4.5)中。残渣再用20 mL丙酮-正己烷溶液(3.3)超声提取10 min,合并滤液。滤液在40℃水浴旋转蒸发仪(4.4)浓缩至近干,用正己烷(3.1)溶解并定容至5.0 mL,过0.22 μm滤膜(3.7)后,供气相色谱仪测定。

5.2 测定

5.2.1 气相色谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出气相色谱分析的通用参数。设定的参数应能保证色谱测定时被测组分与其他组分有效地分离,下列给出的参数证明是可行的:

- a) 色谱柱:HP-5(30 m×0.32 mm×0.25 μm)石英毛细管柱或相当者。
- b) 升温程序:初始温度50℃,保持1 min,以20℃/min的速率升至180℃,不保持,再以10℃/min的速率升至280℃,保持5 min。
- c) 进样口温度:250℃。
- d) 检测器温度:300℃。
- e) 载气:氮气,纯度大于或等于99.999%,流量1.0 mL/min。
- f) 尾吹气:50 mL/min。
- g) 进样方式:不分流进样,1.0 min后开阀。
- h) 进样量:1 μL。

5.2.2 色谱测定

根据样液中被测物的含量情况,选定浓度相近的标准工作溶液(3.6),按5.2.1规定的条件,分别对标准工作溶液与样液等体积参插进样。标准工作溶液和待测样液中被测物的相应值均应在仪器检测的线性范围内,外标法定量。在上述气相色谱条件下,四种标准品的参考保留时间参见附录B。

5.2.3 空白实验

除不加试样外,均按上述测定步骤进行。

6 结果计算

用色谱工作站或按式(1)计算试样中被测化合物的残留量。

$$X = \frac{A \times c_s \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中被测农药残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A ——样液中被测农药的响应峰面积;

c_s ——标准工作液中被测农药的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——最终样液定容体积,单位为毫升(mL);

A_s ——标准工作液中被测农药色谱峰的峰面积；

m ——最终样液所代表的试样量，单位为克(g)。

计算结果应扣除空白值。

7 测定低限、回收率及精密度

7.1 测定低限

本方法对纺织品中异艾氏剂、十氯酮、乙滴涕和碳氯灵的测定低限分别为 0.01 mg/kg、0.02 mg/kg、0.05 mg/kg 和 0.01 mg/kg。

7.2 回收率

本方法对纺织品中四种有机氯农药平均回收率范围分别为：异艾氏剂为 73.5%~109.6%；十氯酮为 84.7%~109.5%；乙滴涕为 70.3%~108.1%；碳氯灵为 76.3%~108.8%。

7.3 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算数平均值的 20%，以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

SN/T 3788—2014

附 录 A
(规范性附录)
四种有机氯农药清单

表 A.1 四种有机氯农药清单

序号	杀虫剂名称	英文名称	CAS号	化学分子式	相对分子质量
1	异艾氏剂	Isodrin	465-73-6	$C_{12}H_8Cl_6$	364.7
2	十氯酮	Kepon	143-50-0	$C_{10}Cl_{10}O$	490.7
3	乙滴涕	Perthan	72-56-0	$C_{18}H_{20}Cl_2$	307.3
4	碳氯灵	Telodrin	297-78-9	$C_9H_4Cl_8O$	411.7



附 录 B
(资料性附录)

异艾试剂、十氯酮、乙滴涕和碳氯灵标准气相色谱图

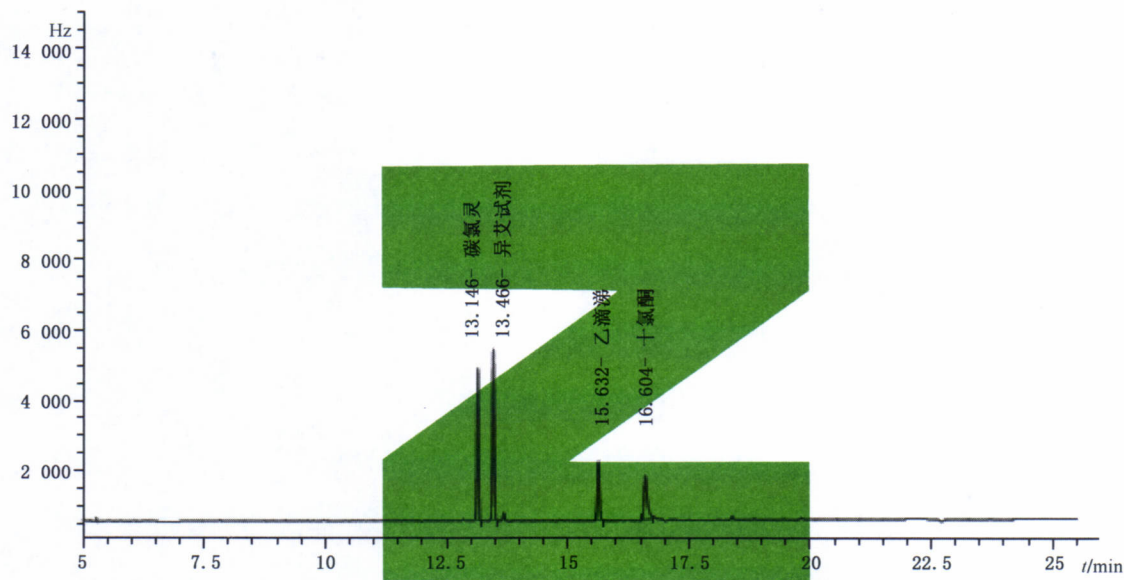


图 B.1 异艾试剂、十氯酮、乙滴涕和碳氯灵标准气相色谱图