

ICS 13.060.01
Z 16



中华人民共和国国家标准

GB/T 14552—2003
代替 GB/T 14552—1993

GB/T 14552—2003

水、土中有机磷农药测定的 气相色谱法

Method of gas chromatographic for determination of
organophosphorus pesticides in water and soil

中华人民共和国
国家标准
水、土中有机磷农药测定的
气相色谱法

GB/T 14552—2003

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字

2004年3月第一版 2004年3月第一次印刷

印数 1—1 500

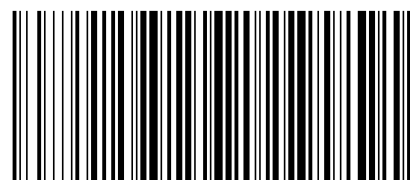
*

书号: 155066·1-20255 定价 12.00 元

网址 www.bzcbbs.com

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 14552—2003

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

A.3 方法的最小检测量和最小检测浓度见表 A.4,最小检测浓度计算见式(A.1)。

表 A.4 方法检测限

农药名称	最小检测量(g)	最小检测浓度	
		水(mg/L)	土壤(mg/kg)
速灭磷	3.4461×10^{-12}	0.8600×10^{-4}	0.4308×10^{-3}
甲拌磷	3.8736×10^{-12}	0.9600×10^{-4}	0.4843×10^{-3}
二嗪磷	5.6615×10^{-12}	0.1415×10^{-3}	0.7078×10^{-3}
异稻瘟净	1.0080×10^{-11}	0.2520×10^{-3}	0.1260×10^{-2}
甲基对硫磷	7.5733×10^{-12}	0.1893×10^{-3}	0.9468×10^{-3}
杀螟硫磷	9.4857×10^{-12}	0.2372×10^{-3}	1.1858×10^{-3}
溴硫磷	1.1428×10^{-11}	0.2860×10^{-3}	0.1428×10^{-2}
水胺硫磷	2.2880×10^{-11}	0.5720×10^{-3}	0.2860×10^{-2}
稻丰散	1.7600×10^{-11}	0.4400×10^{-3}	0.2200×10^{-2}
杀扑磷	1.6948×10^{-11}	0.4240×10^{-3}	0.2118×10^{-2}

$$\text{方法最小检测浓度} = \frac{\text{最小检测量(g)} \times \text{样本溶液定容体积(mL)}}{\text{样品溶液进样体积}(\mu\text{L}) \times \text{样品质量(g)}} \dots\dots(\text{A.1})$$

前 言

本标准是对 GB/T 14552—1993《水和土壤质量 有机磷农药的测定 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,采用氮磷检测器和毛细管柱测定条件及图谱,测定条件 C,采用火焰光度检测器和毛细管柱测定条件及图谱；
- 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。

表 A.2 土壤样精密度

农药名称	添加浓度/(mg/kg)	变异系数 CV/(%)		允许差/(%)	
		室内	室间	室内	室间
速灭磷	0.280 0	5.70	8.44	22.0	26.0
	0.028 0	5.79	6.56	22.3	15.5
	0.005 6	4.00	8.00	15.4	27.6
甲拌磷	0.460 0	4.27	7.53	16.5	25.0
	0.046 0	4.12	7.99	15.9	27.4
	0.009 2	3.75	5.00	14.5	14.3
二嗪磷	0.460 0	2.71	7.28	10.5	26.5
	0.046 0	4.68	7.02	18.1	21.8
	0.009 2	4.82	6.02	18.6	16.3
异稻瘟净	0.625 0	2.87	4.52	11.1	14.4
	0.062 5	2.49	11.29	9.61	42.7
	0.012 5	3.42	6.84	13.2	23.6
甲基对硫磷	0.710 0	4.64	5.92	17.9	16.3
	0.071 0	4.27	5.64	16.5	16.0
	0.014 2	4.65	6.98	17.9	21.6
杀螟松	0.830 0	4.45	5.14	17.2	12.6
	0.083 0	6.10	7.23	23.5	18.3
	0.016 6	5.26	9.21	20.3	30.6
溴硫磷	1.000 0	4.14	7.69	16.0	26.1
	0.100 0	4.60	6.84	17.8	21.1
	0.020 0	5.52	7.18	21.3	20.1
水胺硫磷	1.430 0	4.03	6.96	15.6	23.0
	0.143 0	3.32	5.53	12.8	18.0
	0.028 6	4.67	7.78	18.0	25.8
稻丰散	1.430 0	4.44	4.93	17.1	11.3
	0.143 0	4.94	6.28	19.1	15.7
	0.028 6	4.54	8.33	17.5	20.1
杀扑磷	2.860 0	2.83	3.94	10.9	11.6
	0.286 0	3.95	4.83	15.2	12.7
	0.057 2	5.20	7.32	20.1	21.8

注：协作实验室为 5 个；每个实验室对每个添加浓度做重复 5 次试验。

水、土中有机磷农药测定的 气相色谱法

1 范围

本标准规定了地面水、地下水及土壤中速灭磷(mevinphos)、甲拌磷(phorate)、二嗪磷(diazinon)、异稻瘟净(iprobenfos)、甲基对硫磷(parathion-methyl)、杀螟硫磷(fenitrothion)、溴硫磷(bromophos)、水胺硫磷(isocarbophos)、稻丰散(phenthoate)杀扑磷等(methidathion)多组分残留量的测定方法。

本标准适用于地面水、地下水及土壤中有机磷农药的残留量分析。

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 5009.20—1996 食品中有机磷农药残留量的测定方法

NY/T 395 农田土壤环境质量监测技术规范

NY/T 396 农田水源环境质量监测技术规范

3 原理

水、土样品中有机磷农药残留量采用有机溶剂提取，再经液-液分配和凝结净化步骤除去干扰物，用气相色谱氮磷检测器(NPD)或火焰光度检测器(FPD)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 载气和辅气体

4.1.1 载气：氮气，纯度 $\geq 99.99\%$ 。

4.1.2 燃气：氢气。

4.1.3 助燃气：空气。

4.2 配制标准样品和试样分析的试剂和材料：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：速灭磷等有机磷农药，纯度为 95.0%~99.0%。

4.2.1.1 农药标准溶液的制备：准确称取一定量的农药标准样品(准确到 $\pm 0.0001\text{g}$)，用丙酮为溶剂，分别配制浓度为 0.5 mg/mL 的速灭磷、甲拌磷、二嗪磷、水胺硫磷、甲基对硫磷、稻丰散；浓度为 0.7 mg/mL 杀螟硫磷、异稻瘟净、溴硫磷、杀扑磷储备液，在冰箱中存放。

4.2.1.2 农药标准中间溶液的配制：用移液管准确量取一定量的上述 10 种储备液于 50 mL 容量瓶中用丙酮定容至刻度，则配制成浓度为 50 $\mu\text{g/mL}$ 的速灭磷、甲拌磷、二嗪磷、水胺硫磷、甲基对硫磷、稻丰散和 100 $\mu\text{g/mL}$ 的杀螟硫磷、异稻瘟净、溴硫磷、杀扑磷的标准中间溶液，在冰箱中存放。

4.2.1.3 农药标准工作液的配制：分别用移液管吸取上述中间溶液每种 10 mL 于 100 mL 容量瓶中，用丙酮定容至刻度，得混合标准工作溶液。标准工作溶液在冰箱中存放。

4.2.2 丙酮(CH_3COCH_3)，重蒸。

4.2.3 石油醚 60℃~90℃ 沸腾，重蒸。

4.2.4 二氯甲烷(CH_2Cl_2)，重蒸。