

图2 待测试剂的色谱图



中华人民共和国国家标准

GB/T 32263—2015

高纯化合物 农残分析用化合物的测定 气相色谱-电子捕获检测器(ECD)法

Highly purified compound—Reagent for pesticide residue analysis—
Method of the gas chromatography with electron capture detector(ECD)



GB/T 32263—2015

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-53028

定价: 14.00 元

2015-12-10 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
高 纯 化 合 物
农 残 分 析 用 化 合 物 的 测 定
气 相 色 谱 - 电 子 捕 获 检 测 器 (ECD) 法
GB/T 32263—2015

*
中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 市 朝 阳 区 和 平 里 西 街 甲 2 号 (100029)
北 京 市 西 城 区 三 里 河 北 街 16 号 (100045)
网 址 www.spc.net.cn
总 编 室 : (010)68533533 发 行 中 心 : (010)51780238
读 者 服 务 部 : (010)68523946
中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷
各 地 新 华 书 店 经 销

*
开 本 880×1230 1/16 印 张 0.5 字 数 9 千 字
2015 年 12 月 第 一 版 2015 年 12 月 第 一 次 印 刷

*
书 号 : 155066 · 1-53028 定 价 14.00 元

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换
版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话 : (010)68510107

8.1.2 设定柱温、汽化室及检测器温度参数。设定灵敏度范围、分析时间等参数。

8.1.3 待设定的各项参数稳定后,按设定的程序运行基线,待基线稳定后,作相应的空白溶剂及标准曲线的测定,以检查仪器的灵敏度。然后进样,进行检测,并获得被分析物的气相色谱图。

8.1.4 分析测试结束后,应先降低柱温、汽化室及检测器温度,关闭主机及其他附属电源,关闭气路源。

8.2 定性分析

按丙体六六六标准物质色谱峰的保留时间作为定性依据。

8.3 定量分析

采用外标法,多点校正。

9 结果表述

9.1 标准物质的测试时间

色谱图上记录的保留时间范围为 0 min 至标准物质的色谱峰结束。

9.2 待测样品的测试时间

色谱图上记录的保留时间范围为 0 min~60 min。

9.3 最终结果

待测样品的色谱图上:在标准物质保留时间的一半至 60 min 的时间段内,所有峰的峰高不大于浓度为 4 ng/mL 的标准物质丙体六六六峰高的 0.5 倍,则判断该试剂符合农残分析用化合物的条件;反之则认为该试剂不符合农残分析用化合物的标准。

如图 1 为 4 ng/mL 标准物质的色谱图,其中丙体六六六的色谱峰(以 * 表示)保留时间=5.8 min,峰高=70。

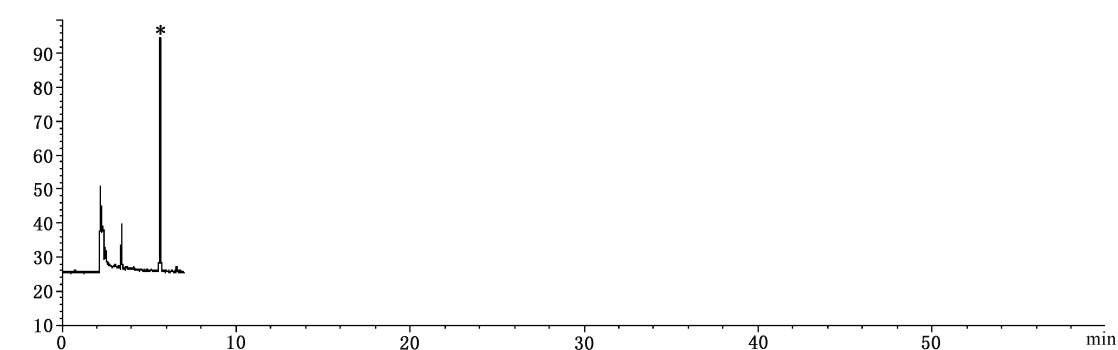


图 1 4 ng/mL 丙体六六六的色谱图

因此,标准物质保留时间的一半=5.8/2=2.9 min,峰高的 0.5 倍=70/2=35。图 2 为待测试剂的色谱图,其中在 2.9 min~60 min 的时间段内,所有峰的峰高不大于 35,所以待测试剂符合农残分析用化合物的条件。

5.2 标准溶液的制备

取丙体六六六纯品 10 mg 溶解在 100 mL 正己烷中,制备出标准储备溶液。取一定量的储备溶液,用正己烷作溶剂按照比例稀释,得到一组浓度为 16 ng/mL、8 ng/mL、4 ng/mL 和 2 ng/mL 的工作标准溶液。工作标准溶液需要在每天使用前制备。

5.3 标准物质

丙体六六六,标准物质,纯度不小于 99%。

5.4 氮气

其体积分数不低于 99.999%。使用前需用脱氧管、脱水装置、硅胶、分子筛或活性炭等进行净化处理。

6 仪器

6.1 气相色谱仪

6.1.1 一般规定

气相色谱仪性能除专门指定条款外,应符合 JJG 700—1999 中 2.1.1 的要求。

6.1.2 毛细管色谱柱的选择

选用固定相 5% 苯基-甲基聚硅氧烷的弱极性毛细管柱,柱长为 15 m~30 m。内径选用 0.25 mm 或 0.32 mm 规格。膜厚 0.25 μm 。

6.1.3 载气流速的选择

根据被分析物的性质不同及色谱柱的内径不同,选择合适的载气流速。在实际分析中用氮气作载气时,常用载气的线速度为 16 cm/s。

6.1.4 温度选择

柱温箱温度:200 $^{\circ}\text{C}$;汽化室温度:250 $^{\circ}\text{C}$;检测器温度:260 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.2 旋转蒸发器

最大蒸发能力:10 L/h;温度调节范围:室温+5 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$;试料瓶:2 L。

7 样品制备

取 300 mL 待测试剂按照规定比例浓缩至 1 mL。取待测试剂,在旋转蒸发器上浓缩,根据真空度适当加热至 30 $^{\circ}\text{C}$ ~40 $^{\circ}\text{C}$,浓缩样品时温度不能过高,防止样品暴沸。浓缩至约 10 mL 时,停止加热,取下,在常温下氮吹浓缩至 2 mL 时,加入一定量的正己烷,常温下氮吹浓缩至 1 mL,待测。

8 分析步骤

8.1 测定

8.1.1 接通载气气源,设定载气流速或压力。然后,接通电源,开主机。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国科学技术部提出。

本标准由全国仪器分析测试标准化技术委员会(SAC/TC 481)归口。

本标准起草单位:中国计量科学研究院。

本标准主要起草人:全灿、戴新华、李红梅、黄挺、苏福海、宋德伟、张伟。