



# 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 614—2011

---

## 土壤 毒鼠强的测定 气相色谱法

Soil—Determination of tetramethylene disulphotetramine  
—Gas chromatography method

2011-04-15 发布

2011-10-01 实施

---

环 境 保 护 部 发 布

中华人民共和国国家环境保护标准  
土壤 毒鼠强的测定 气相色谱法

HJ 614—2011

\*

中国环境科学出版社出版发行  
(100062 北京东城区广渠门内大街 16 号)

网址: <http://www.cesp.com.cn>

电话: 010-67112738

北京市联华印刷厂印刷

版权所有 违者必究

\*

2011 年 8 月第 1 版 开本 880×1230 1/16

2011 年 8 月第 1 次印刷 印张 1

字数 40 千字

统一书号: 135111·174

定价: 15.00 元

# 中华人民共和国环境保护部 公 告

2011 年 第 32 号

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范环境监测工作，现批准《土壤 干物质和水分的测定 重量法》等三项标准为国家环境保护标准，并于发布。

标准名称、编号如下：

- 一、土壤 干物质和水分的测定 重量法（HJ 613—2011）；
- 二、土壤 毒鼠强的测定 气相色谱法（HJ 614—2011）；
- 三、土壤 有机碳的测定 重铬酸钾氧化-分光光度法（HJ 615—2011）。

以上标准自 2011 年 10 月 1 日起实施，由中国环境科学出版社出版，标准内容可在环境保护部网站（bz.mep.gov.cn）查询。

特此公告。

2011 年 4 月 15 日

## 目 次

前 言.....	iv
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	2
6 样品.....	2
7 分析步骤.....	3
8 结果计算与表示.....	4
9 精密度和准确度.....	4
10 质量保证和质量控制.....	5
11 废物处理.....	5

## 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范土壤中毒鼠强的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤中毒鼠强的气相色谱法。

本标准首次发布。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：长春市环境监测中心站。

本标准验证单位：沈阳市环境监测中心站、哈尔滨市环境监测中心站、吉林出入境检验检疫局技术中心、吉林省环境监测中心站、大连市环境监测中心和吉林省产品质量监督检验院。

本标准环境保护部 2011 年 4 月 15 日批准。

本标准自 2011 年 10 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

# 土壤 毒鼠强的测定 气相色谱法

警告：毒鼠强属于剧毒物，试样制备过程应在通风橱内进行，操作人员应佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

## 1 适用范围

本标准规定了测定土壤中毒鼠强的气相色谱法。

本标准适用于土壤中毒鼠强的测定。

当取样量为 5 g，本方法的检出限为 3.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，测定下限为 14  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

## 2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

## 3 方法原理

用乙酸乙酯提取土壤中的毒鼠强，提取液经净化浓缩后，以气相色谱分离，氮磷检测器检测，以保留时间定性，外标法定量。

## 4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯化学试剂，实验用水为新制备的蒸馏水或去离子水，色谱检验无干扰峰。

4.1 乙酸乙酯：优级纯。

4.2 无水硫酸钠。

在 300℃加热 2 h，置于干燥器中冷却贮存。

4.3 毒鼠强标准贮备液： $\rho=200 \text{ mg/L}$ ，直接购置有证标准溶液。

4.4 毒鼠强标准使用液： $\rho=20 \text{ mg/L}$ 。

准确量取 1.0 ml 毒鼠强标准贮备液（4.3）至 10 ml 容量瓶中，用乙酸乙酯（4.1）定容，混匀。

4.5 石英砂：30~60 目，使用前在 300℃加热 2 h。

4.6 玻璃棉。

用水洗净后在 105℃烘干，再用乙酸乙酯（4.1）清洗后烘干，置于干燥器中冷却贮存。

4.7 活性炭：30~50 目，使用前在 300℃活化 2 h，置于干燥器中冷却贮存。

4.8 高纯氮气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

4.9 高纯氢气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

4.10 高纯空气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

## 5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪：具氮磷检测器。

5.2 色谱柱 1：30 m×0.25 mm，膜厚 0.25 μm，5% 苯基 95% 甲基聚硅氧烷毛细管柱。或其他等效毛细管柱。

5.3 色谱柱 2：30 m×0.25 mm，膜厚 0.25 μm，35% 苯基 65% 甲基聚硅氧烷毛细管柱。或其他等效毛细管柱。

5.4 索氏提取器：250 ml。

5.5 氮吹仪：附氮吹管 200 ml。

5.6 玻璃净化柱：长约 10 cm，内径为 1.2 cm 空心玻璃柱。在空心玻璃柱的底层填入少许玻璃棉（4.6），依次加入 2 g 无水硫酸钠（4.2）、1.0 g 活性炭（4.7）和 2 g 无水硫酸钠（4.2），用 10 ml 乙酸乙酯（4.1）预淋洗，弃去淋洗液。玻璃净化柱示意图见图 1。

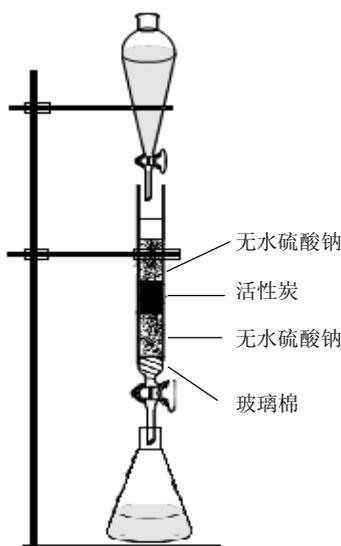


图 1 净化装置图

5.7 分析天平：精度为 0.01 g。

5.8 分液漏斗：150 ml。

5.9 样品瓶：2 ml，螺口玻璃。

5.10 定量滤纸： $\phi=150$  mm。

5.11 微量注射器：5 μl、50 μl、500 μl。

5.12 一般实验室常用仪器和设备。

## 6 样品

### 6.1 样品的采集和保存

参照 HJ/T 166 的相关规定进行样品采集。4℃ 以下冷藏保存，14 d 内分析完毕。

## 6.2 试样的制备

将样品放置在搪瓷盘或不锈钢盘上，去除沙砾、植物根系等杂物，充分混匀。称取 5 g（精确至 0.01 g）土壤样品，加入同等重量的无水硫酸钠（4.2），充分混匀。用滤纸包好，放入索氏提取器中，加入 100 ml 乙酸乙酯（4.1）。水浴温度在 85~90℃，以回流 4 次/h 提取 12~16 h。将提取液转移至 150 ml 分液漏斗中，用 20 ml 乙酸乙酯（4.1）分别清洗索氏提取器两次，与提取液合并。

注 1：在满足回收率要求的前提下，也可使用自动索氏提取或加压溶剂萃取等提取方法。

安装净化装置（见图 1），控制流速 4~6 ml/min，用具塞磨口三角瓶收集洗脱液。用 10 ml 乙酸乙酯（4.1）清洗玻璃层析柱，将洗脱液合并。将上述洗脱液移入 200 ml 氮吹管中，在 60℃ 水浴温度，用高纯氮气（4.8）吹扫浓缩至 0.5 ml 左右，用少量乙酸乙酯（4.1）清洗氮吹管，再用乙酸乙酯（4.1）定容至 1.0 ml，然后转移至 2 ml 螺口玻璃样品瓶中，密封，待测。

注 2：在满足回收率要求的前提下，也可使用 KD 浓缩器或旋转蒸发等浓缩方法。

## 6.3 空白试样的制备

用石英砂（4.5）代替样品，按与试样的制备（6.2）相同步骤制备空白试样。

## 6.4 干物质含量的测定

准确称取一定质量的新鲜土壤样品，参照 HJ 613 测定干物质的含量。

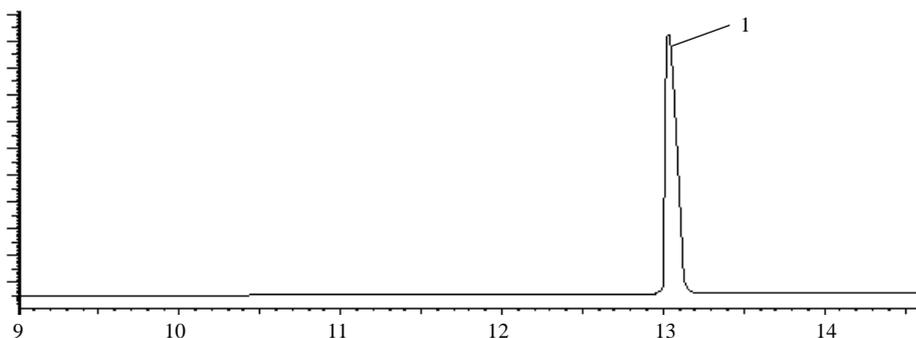
## 7 分析步骤

### 7.1 参考色谱条件

色谱柱 1；柱温：初始温度 120℃ 保持 3 min，10℃/min 升至 260℃，保持 5 min；气化室及检测器温度：280℃；载气：高纯氮气，柱流量：1.5 ml/min；燃气：高纯氢气，3 ml/min；助燃气：高纯空气，150 ml/min；电流强度：2pA；进样方式：不分流；进样体积：1.0 μl。

### 7.2 校准

用微量注射器分别移取 0、5、25、50、100 和 250 μl 毒鼠强标准使用液（4.4）至 6 个 1 ml 容量瓶中，用乙酸乙酯（4.1）稀释至标线，混匀。标准系列的浓度分别为 0、0.1、0.5、1.0、2.0 和 5.0 mg/L。然后按照参考色谱条件（7.1）依次从低浓度到高浓度进行分析。以峰高或峰面积为纵坐标，质量浓度（mg/L）为横坐标，绘制校准曲线。校准曲线相关系数  $r \geq 0.995$ 。毒鼠强的标准色谱图见图 2。



1—毒鼠强，保留时间：13.05 min

图 2 毒鼠强标准色谱图

### 7.3 测定

量取 1.0 μl 试样 (6.2) 注入气相色谱仪, 按照参考色谱条件 (7.1) 进行测定, 记录色谱峰的保留时间和峰高 (或峰面积)。

#### 7.3.1 定性分析

根据标准色谱图毒鼠强的保留时间定性。对于能检出毒鼠强的样品, 应按照参考色谱条件 (7.1), 改用色谱柱 2 进行定性再分析, 避免产生假阳性。

#### 7.3.2 定量分析

用外标法定量计算样品中的毒鼠强浓度。

### 7.4 空白试验

量取 1.0 μl 空白试样 (6.3) 注入气相色谱仪, 按照参考色谱条件 (7.1) 进行测定。

## 8 结果计算与表示

### 8.1 结果计算

土壤样品中的毒鼠强含量  $w$  (μg/kg), 按照式 (1) 进行计算。

$$w = \frac{\rho \times V}{m \times w_{dm}} \times 1000 \quad (1)$$

式中:  $w$ ——土壤样品中毒鼠强的含量, μg/kg;

$\rho$ ——从标准曲线中查得的毒鼠强质量浓度, mg/L;

$V$ ——提取液净化浓缩后定容的体积, ml;

$m$ ——样品量, g;

$w_{dm}$ ——干物质含量 (质量分数), %。

### 8.2 结果表示

测定结果小于 100 μg/kg 时, 保留小数点后一位, 测定结果大于等于 100 μg/kg 时, 保留三位有效数字。

## 9 精密度和准确度

### 9.1 精密度

6 家实验室分别对 10 μg/kg、200 μg/kg、400 μg/kg 的空白加标样品进行了测定, 实验室内相对标准偏差为: 8.1%~10.9%, 1.7%~5.2%, 2.3%~4.7%; 实验室间相对标准偏差为: 9.7%, 2.2%, 3.1%; 重复性限为: 2.2 μg/kg, 18.2 μg/kg, 34.2 μg/kg; 再现性限为: 3.0 μg/kg, 19.7 μg/kg, 43.9 μg/kg。

### 9.2 准确度

6 家实验室分别对 1.0 μg、2.0 μg 和 3.0 μg 的空白加标样品进行了测定, 加标回收率为: 83.0%~88.0%, 84.8%~93.2%, 85.9%~94.6%; 回收率最终值为: 85.3%±3.6%, 88.5%±5.6%, 89.2%±7.8%。6 家实验室分别对实际样品进行了加标分析测定, 加标量为 2.0 μg, 加标回收率为: 83.0%~87.5%, 回

收率最终值为：85.0%±4.0%。

## 10 质量保证和质量控制

10.1 每批样品应至少做一个空白试验，测定结果应低于方法检出限。

10.2 每 10 个样品应分析一个校准曲线的中间点浓度标准溶液，其测定结果与最近一次校准曲线该点浓度的相对偏差应小于等于 20%。

10.3 每批样品应至少测定 10% 的平行双样，样品数量少于 10 个时，应至少测定一个平行双样，两次平行测定结果的相对偏差应小于等于 20%。

10.4 每批样品应至少测定 10% 的加标样品，样品数量少于 10 个时，应至少测定一个加标样品，加标回收率应在 70%~120%。

## 11 废物处理

毒鼠强属于剧毒化学品，实验结束后，实验所用器具应用乙酸乙酯洗涤干净，实验过程中产生的所有废液应置于密闭容器中保存，委托相关单位进行处理。

---