

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB37/T 1384—2009

房屋白蚁预防工程 土壤化学屏障检测和评价

Examination and evaluation of soil chemical barrier in house termite
prevention project

2009-12-21 发布

2010-01-01 实施

山东省质量技术监督局 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 施工要求	1
5 采样	1
6 样品的流转	2
7 样品的制备和保存	2
8 样品的药物含量测定	2
9 评价判定	6
附录 A （资料性附录） 色谱图	7

前 言

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由青岛市白蚁防治研究所提出。

本标准起草单位：青岛市白蚁防治研究所，青岛市害虫防制中心有限公司。

本标准主要起草人：马延军、隋晓斐、李万红、刘君旭。

房屋白蚁预防工程土壤化学屏障检测和评价

1 范围

本标准规定了房屋白蚁预防工程土壤化学屏障检测和评价的术语和定义、施工要求、采样、样品的流转、样品的制备和保存、样品的药物含量测定和评价判定等。

本标准适用于使用毒死蜱、联苯菊酯、氰戊菊酯、氯菊酯、吡虫啉和伊维菌素等六种药物进行房屋白蚁预防工程时，对土壤化学屏障的检测与评价。

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。

《房屋白蚁预防工程施工技术规范（试行）》 中国白蚁防治专业委员会

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

土壤化学屏障

在建筑物底板下及周边土壤中，按照产品说明规定的比例和方法施用白蚁预防药剂，形成的一个连续隔离带，以防止白蚁从周围和地下穿透土层侵入建筑物，达到保护建筑物的目的。

3.2

基底面积

建筑物接触地面的自然层建筑外墙或结构外围的水平投影面积。

3.3

干土药物含量

室内自然晾干的土壤（含水率<5%）中检测出的药物含量。

4 施工要求

房屋白蚁预防工程的施工应由具有资质的白蚁防治机构进行。施工人员将白蚁预防药剂按照产品说明书的要求进行稀释，并按《房屋白蚁预防工程施工技术规范（试行）》（中国白蚁防治专业委员会）规定的方法进行施药。

5 采样

5.1 人员

由经过专业培训并经考核合格的人员组成采样组，采样时应两人以上。

5.2 采样器具

5.2.1 工具：铁铲和圆状取土钻（取样部分内径为 30mm）等；

5.2.2 器材文具：卷尺、样品袋（无色聚乙烯封口袋）、样品标签、记录本和笔等；

5.2.3 安全防护用品：工作服、安全帽和防渗胶质手套等。

5.3 采样数量

采样数量根据建筑物基底面积确定，见表 1。

表 1 建筑物基底面积对应的采样点数量

建筑物基底面积 (S) m ²	采样点数量 个
$S \leq 100$	10
$100 < S \leq 500$	15
$500 < S \leq 1000$	20
注：建筑物基底面积 (S) > 1000m ² 时，每增加 500m ² ，增加 5 个采样点。	

5.4 采样范围和采样点的选择

在房屋白蚁预防的施药处理区域遵循随机和等量原则进行布点采样，采样点的分布应照顾到施药区域的全面情况，两个采样点之间至少相隔 3m 以上，不可太集中。

5.5 采样方法

在白蚁预防施药后 7 天内，在土壤表面无积水时进行采样，雨后不宜采样。采样时，将取土钻用力垂直下插，采样深度为 100mm，抽出后将土样移入样品袋中，抽出时应保持土样的完整性。采样的同时，由专人填写样品标签和采样记录，标签应包括采样日期、采样地点、采样人、采样部位等，标签一式两份，一份放入样品袋中，一份系在袋口。采样结束，应恢复土壤化学屏障的完整性，方可离开现场。

6 样品的流转

在采样现场样品应与标签和采样记录进行核对，确认无误后装运，运输过程中要严防样品损失、混淆和沾污。样品在 24h 内由专人送到实验室，送样人和接样人双方同时清点核实样品，并在样品交接单上签字确认，样品交接单双方各存一份备查。

7 样品的制备和保存

7.1 样品的制备

在实验室中将取回的土样放置于白色搪瓷盘中，摊成 20~30mm 的薄层，置于阴凉通风处，经压碎、翻动，拣出碎石、沙砾、植物残体，风干后再次用木棒压碎，过 2mm 筛去除杂质和粗颗粒物，以四分法取 500g 土样，并将其平分为两份，装在样品袋中，填写样品标签，分别标注为样品 A 和样品 B，样品标签一式两份，袋内外各一份。制样过程中采样时的样品标签与土壤始终放在一起，样品名称和编号始终不变。

7.2 样品的保存

样品 A 和样品 B 置于 -20℃ 下保存，其中样品 A 应在 10 天之内进行检测，样品 B 作为备份样品，在 -20℃ 下至少保存六个月。

8 样品的药物含量测定

8.1 原理

8.1.1 毒死蜱、联苯菊酯、氰戊菊酯和氯菊酯

用丙酮和石油醚的混合溶液提取土壤中的药物，并通过液-液分配去除大部分水溶性提取物，然后用气相色谱（带电子捕获检测器）进行测定，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

8.1.2 吡虫啉和伊维菌素

用甲醇提取土壤中的药物，并通过液-液分配去除大部分水溶性提取物，然后用液相色谱（带可变波长紫外检测器）进行测定，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

8.2 试剂

8.2.1 石油醚（60℃-90℃）：分析纯；

- 8.2.2 丙酮：分析纯；
- 8.2.3 二氯甲烷：分析纯；
- 8.2.4 乙酸乙酯：分析纯；
- 8.2.5 无水 Na_2SO_4 ：分析纯，450℃灼烧 3 小时备用；
- 8.2.6 Al_2O_3 ：分析纯，500℃灼烧 3 小时，冷却后加入 5%去离子水，振荡 2h 脱活，移至干燥器内过夜后使用；

- 8.2.7 甲醇：色谱纯；
- 8.2.8 NaCl ：分析纯；
- 8.2.9 浓 HCl (36%-38%)：分析纯；
- 8.2.10 重蒸水；
- 8.2.11 农药标准品：毒死蜱、联苯菊酯、氰戊菊酯、氯菊酯、吡虫啉和伊维菌素标准品。

8.3 仪器

- 8.3.1 气相色谱仪：带电子捕获检测器 (ECD)；
- 8.3.2 液相色谱仪：带可变波长紫外检测器；
- 8.3.3 真空抽滤泵：0.1Mpa；
- 8.3.4 电子天平：1mg, 0.1mg；
- 8.3.5 马弗炉：温度可达 600℃；
- 8.3.6 超声波清洗器；
- 8.3.7 旋转蒸发器；
- 8.3.8 调速振荡器；
- 8.3.9 三角漏斗；
- 8.3.10 布氏漏斗：90mm；
- 8.3.11 梨形分液漏斗：500mL；
- 8.3.12 容量瓶：10mL、25mL；
- 8.3.13 移液管：1mL；
- 8.3.14 具塞三角瓶：250mL；
- 8.3.15 圆底烧瓶：250mL；
- 8.3.16 玻璃层析柱：内径 20mm，长 200mm；
- 8.3.17 具塞量筒：100mL。

8.4 标准溶液的制备

8.4.1 毒死蜱、联苯菊酯、氰戊菊酯、氯菊酯标准溶液的制备

分别称取毒死蜱、联苯菊酯、氰戊菊酯、氯菊酯标准品 0.01g (精确至 0.1mg) 于 10mL 容量瓶中，用石油醚定容，即得标准母液。用移液管移取 1mL 标准母液于 10mL 容量瓶中，用石油醚定容，得到 100mg/L 的标准溶液，然后用石油醚依次稀释可得到不同浓度的标准溶液。标准溶液可分装于玻璃安瓿瓶中，在冰箱中冷藏保存，有效期六个月。

8.4.2 吡虫啉、伊维菌素标准溶液的制备

分别称取吡虫啉、伊维菌素标准品 0.01g (精确至 0.1mg) 于 10mL 容量瓶中，用甲醇定容，即得标准母液。用移液管移取 1mL 标准母液于 10mL 容量瓶中，用甲醇定容，得到 100mg/L 的标准溶液，然后用甲醇依次稀释可得到不同浓度的标准溶液。标准溶液可分装于玻璃安瓿瓶中，在冰箱中冷藏保存，有效期六个月。

8.5 试样溶液的制备

8.5.1 毒死蜱、联苯菊酯、氰戊菊酯、氯菊酯试样溶液的制备

8.5.1.1 提取

称取 10g (精确至 1mg) 样品 A 于 250mL 具塞三角瓶中，加入 100mL 提取液 (石油醚和丙酮按体积比

1:1 混合), 超声波提取 30min, 或在调速振荡器上以 100r/min 的速度振荡 2h, 用铺两层滤纸的布氏漏斗抽滤, 并用 10mL 提取液淋洗滤渣, 将滤液转移到 500mL 梨形分液漏斗中, 并向分液漏斗中加入 100mL 3% Na_2SO_4 溶液, 剧烈振荡 1min, 静置分层, 上层有机相过装有无水 Na_2SO_4 的三角漏斗, 收集于 100mL 具塞量筒中, 下层水相再分别用 20mL 石油醚萃取两次, 合并有机相于上述具塞量筒中, 并用少许石油醚淋洗三角漏斗, 静止 1min 后记录具塞量筒中液体的体积 ($V_{\text{总}}$), 然后将具塞量筒上下颠倒数次, 充分混匀, 待测。

当土壤样品中杂质较多时, 应对提取液进行净化处理。

8.5.1.2 净化

将上述提取液旋转蒸发浓缩至 3-5mL (水浴温度 40℃), 在玻璃层析柱 (内径 20mm, 高 200mm) 中先加入少量脱脂棉推至底部, 然后依次装入 10mm 高的无水 Na_2SO_4 、5g Al_2O_3 、10mm 高的无水 Na_2SO_4 , 轻轻敲实后, 用 20mL 石油醚预淋洗层析柱, 弃去淋洗液, 当上液面接近层析柱中的填充物时, 加入样品浓缩液, 并用 100mL 淋洗液 (石油醚和乙酸乙酯按体积比 95:5 混合) 分三次 (40mL、30mL、30mL) 洗脱, 合并洗脱液于 250mL 圆底烧瓶中, 旋转蒸发浓缩至近干。用石油醚定容至 25mL, 待测。

8.5.1.3 吡虫啉、伊维菌素试样溶液的制备

称取 10g (精确至 1mg) 样品 A 于 500mL 具塞三角瓶中, 加入 20mL 0.15% (V/V) HCl 和 60mL 甲醇, 超声波提取 30min, 或在调速振荡器上以 100r/min 的速度振荡 2h, 用铺两层滤纸的布氏漏斗抽滤, 并用 20mL 甲醇、20mL 水分别淋洗滤渣, 将滤液转移到 500mL 梨形分液漏斗中, 并向分液漏斗中加入 100mL 5% NaCl 溶液和 40mL 二氯甲烷, 剧烈振荡 1min, 静置分层, 下层有机相过装有无水 Na_2SO_4 的三角漏斗, 收集于 250mL 圆底烧瓶中, 上层水相再分别用 30mL 二氯甲烷萃取两次, 合并有机相于上述圆底烧瓶中, 并用少许二氯甲烷淋洗三角漏斗。将提取液旋转蒸发器浓缩至约 2mL (水浴温度 35℃), 用 N_2 室温下吹干, 吡虫啉用 50% (V/V) 甲醇水溶液定容至 25mL, 伊维菌素用甲醇定容至 25mL, 待测。

8.6 色谱测定条件

8.6.1 毒死蜱气相色谱测定条件

- 色谱柱: DB-5 (30m×0.25mm×0.25μm) 弹性石英毛细管柱;
- 载气: 高纯氮气 (≥99.999%);
- 柱流量: 2mL/min;
- 柱温: 200℃;
- 进样口温度: 220℃;
- 检测器温度: 230℃;
- 进样体积: 1μL。

在上述工作条件下, 毒死蜱保留时间约为 5.40min。

上述操作参数是典型的, 可根据不同仪器特点, 对给定的参数做出适当的调整, 以获得最佳效果。

毒死蜱的典型气相色谱图见图 A.1 (附录 A)。

8.6.2 联苯菊酯气相色谱测定条件

- 色谱柱: DB-5 (30m×0.25mm×0.25μm) 弹性石英毛细管柱;
- 载气: 高纯氮气 (≥99.999%);
- 柱流量: 2mL/min;
- 柱温: 230℃;
- 进样口温度: 250℃;
- 检测器温度: 300℃;
- 进样体积: 1μL。

在上述工作条件下, 联苯菊酯保留时间约为 8.04min。

上述操作参数是典型的, 可根据不同仪器特点, 对给定的参数做出适当的调整, 以获得最佳效果。

联苯菊酯的典型气相色谱图见图 A.2 (附录 A)。

8.6.3 氰戊菊酯气相色谱测定条件

- a) 色谱柱: DB-5 (30m×0.25mm×0.25 μm) 弹性石英毛细管柱;
- b) 载气: 高纯氮气 (≥99.999%);
- c) 柱流量: 2mL/min;
- d) 柱温: 240℃;
- e) 进样口温度: 250℃;
- f) 检测器温度: 300℃;
- g) 进样体积: 1 μL。

在上述工作条件下, 氰戊菊酯保留时间约为 19.20min 和 20.81min。

上述操作参数是典型的, 可根据不同仪器特点, 对给定的参数做出适当的调整, 以获得最佳效果。

氰戊菊酯的典型气相色谱图见图 A.3 (附录 A)。

8.6.4 氯菊酯气相色谱测定条件

- a) 色谱柱: DB-5 (30m×0.25mm×0.25 μm) 弹性石英毛细管柱;
- b) 载气: 高纯氮气 (≥99.999%);
- c) 柱流量: 2mL/min;
- d) 柱温: 230℃;
- e) 进样口温度: 250℃;
- f) 检测器温度: 300℃;
- g) 进样体积: 1 μL。

在上述工作条件下, 氯菊酯保留时间约为 14.89min 和 15.65min。

上述操作参数是典型的, 可根据不同仪器特点, 对给定的参数做出适当的调整, 以获得最佳效果。

氯菊酯的典型气相色谱图见图 A.4 (附录 A)。

8.6.5 吡虫啉液相色谱测定条件

- a) 色谱柱: Eclipse XDB-C18 反相色谱柱 (5 μm, φ4.6mm×150mm);
- b) 流动相: 甲醇:水=40:60 (V/V);
- c) 流速: 1mL/min;
- d) 检测器波长: 270nm;
- e) 进样体积: 20 μL。

在上述工作条件下, 吡虫啉保留时间约为 3.44min。

上述操作参数是典型的, 可根据不同仪器特点, 对给定的参数做出适当的调整, 以获得最佳效果。

吡虫啉的典型液相色谱图见图 A.5 (附录 A)。

8.6.6 伊维菌素液相色谱测定条件

- a) 色谱柱: Eclipse XDB-C18 反相色谱柱 (5 μm, φ4.6mm×150mm);
- b) 流动相: 甲醇:水=95:5 (V/V);
- c) 流速: 1.5mL/min;
- d) 检测器波长: 245nm;
- e) 进样体积: 20 μL。

在上述工作条件下, 伊维菌素保留时间约为 3.59min。

上述操作参数是典型的, 可根据不同仪器特点, 对给定的参数做出适当的调整, 以获得最佳效果。

伊维菌素的典型液相色谱图见图 A.6 (附录 A)。

8.7 色谱测定

在上述工作条件下, 待色谱仪基线稳定后, 连进数针标样溶液, 直至相邻两针峰面积相对变化<1.5%后, 按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样测定, 取两次测得的峰面积的算术平均值作为标样溶液峰面积和样品溶液峰面积。

8.8 计算

土壤样品的干土药物含量 X (mg/kg) 按下列公式计算:

$$X = \frac{S_{\text{样}} \times C_{\text{标}} \times V_{\text{定}}}{S_{\text{标}} \times m}$$

式中:

m : 称取的土壤样品质量, 单位为克 (g);

$S_{\text{样}}$: 样品溶液峰面积;

$C_{\text{标}}$: 标样溶液的浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

$V_{\text{定}}$: 样品的定容体积, 单位为毫升 (mL), 需要净化处理时, $V_{\text{定}}$ 为 25mL;

$S_{\text{标}}$: 标准溶液峰面积。

8.9 结果

一个样品重复测定三次, 三次测定结果相对标准偏差不大于 10%, 以三次测定值的算术平均值做为测定结果。

9 评价判定

9.1 当样品 A 干土药物含量符合表 2 中规定的限值时, 则判定相应的土壤化学屏障合格。

9.2 当样品 A 干土药物含量不符合表 2 中规定的限值时, 则用样品 A 和样品 B 以 1:1 的比例混合组成混合样品进行复检。当混合样品的干土药物含量符合表 2 中规定的限值时, 则判定相应的土壤化学屏障合格。

9.3 当样品 A 和混合样品的干土药物含量均小于表 2 中规定的下限值时, 则判定相应的土壤化学屏障施药不足。

9.4 当样品 A 和混合样品的干土药物含量均大于表 2 中规定的上限值时, 则判定相应的土壤化学屏障施药过量。

表 2 土壤化学屏障干土药物含量限值

药物名称	干土中的药物含量 (mg/kg)	
	下限	上限
毒死蜱	60	320
联苯菊酯	6	40
氰戊菊酯	30	160
氯菊酯	15	110
吡虫啉	9	60
伊维菌素	2	10

附录 A
(资料性附录)
色谱图

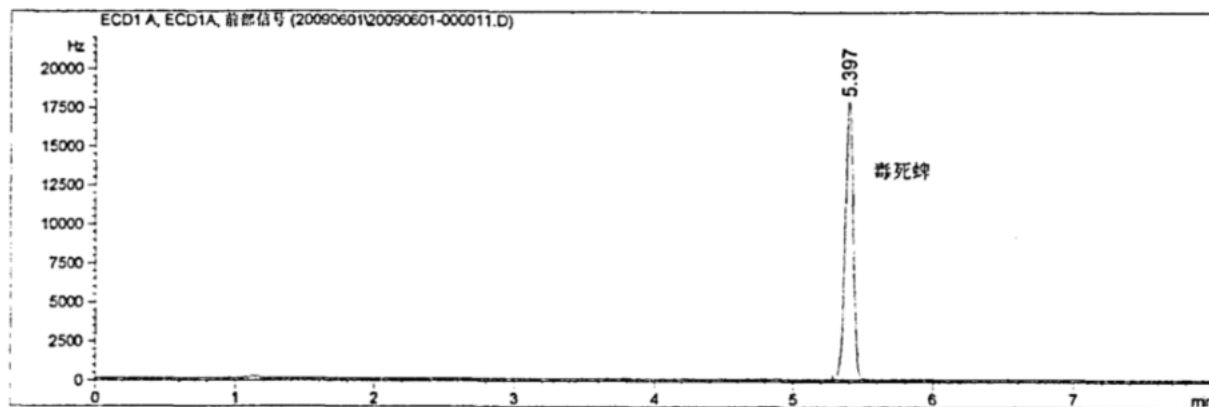


图 A.1 毒死蜱的气相色谱图

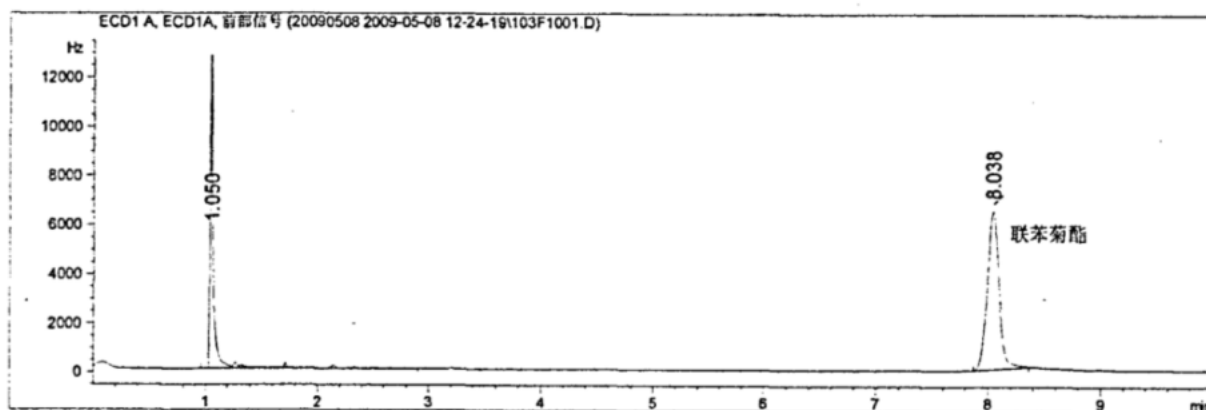


图 A.2 联苯菊酯的气相色谱图

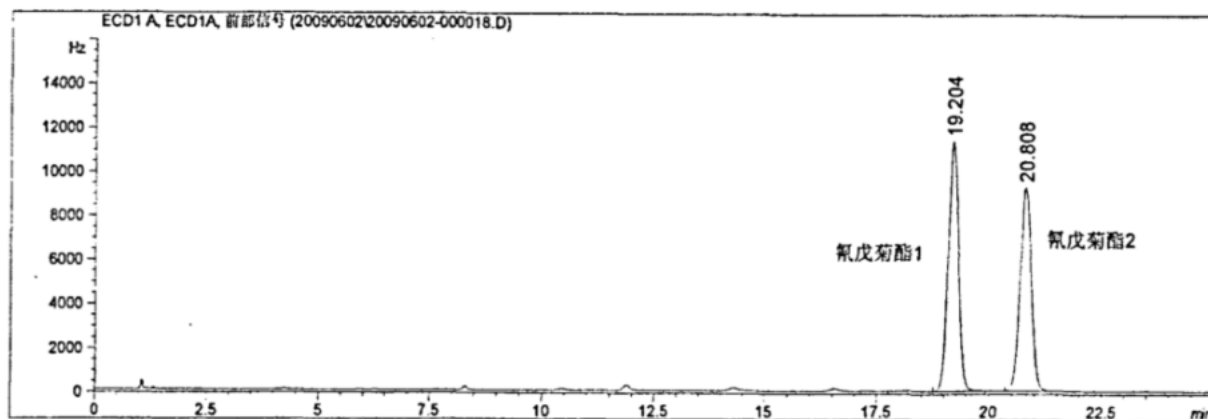


图 A.3 氰戊菊酯的气相色谱图

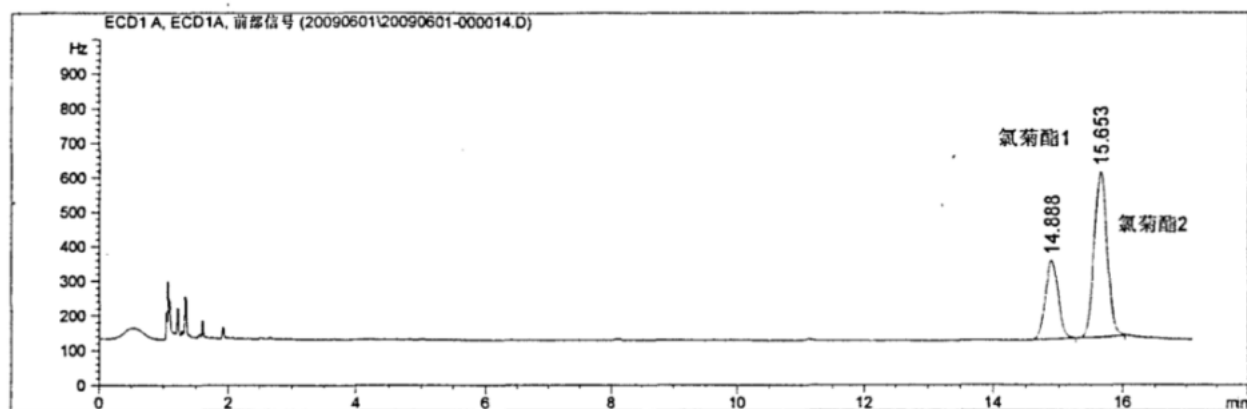


图 A. 4 氯菊酯的气相色谱图

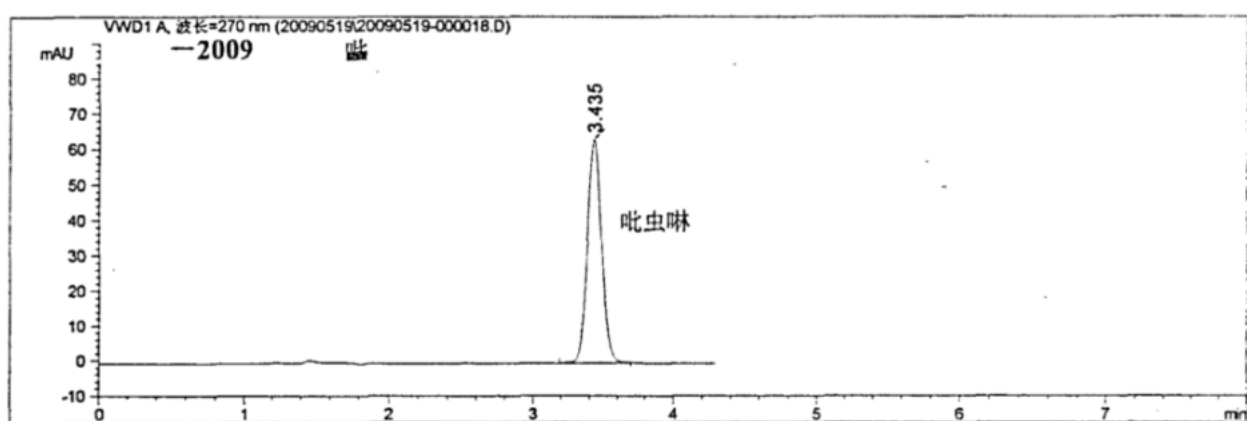


图 A. 5 吡虫啉的液相色谱图

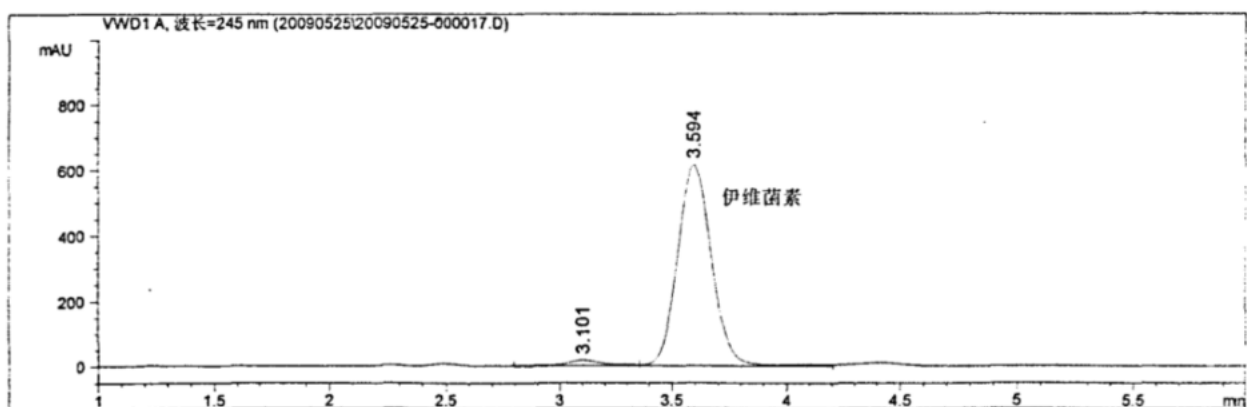


图 A. 6 伊维菌素的液相色谱图

山东省地方标准
房屋白蚁预防工程土壤化学屏障检测和评价

山东省标准化研究院印刷部印刷

开本 880×1230 1/16 印张·1 字数 19 千字

2009 年 12 月第一版 2009 年 12 月第一次印刷

版权专有 不得翻印