

DB37

山东省地方标准

DB37/T 4161—2020

水质 涕灭威的测定 固相萃取-液相色谱法

Water quality—Determination of aldicarb—Solid phase extraction-Liquid
chromatography

2020 - 09 - 25 发布

2020 - 10 - 25 实施

山东省市场监督管理局 发布

目 次

前言 II

1 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 2

8 结果计算与表示 3

9 精密度与准确度 4

10 质量保证和质量控制 4

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由山东省住房和城乡建设厅提出并组织实施。

本标准由山东省城镇给水排水标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山东省城市供排水水质监测中心、烟台市城市供水水质监测有限公司、山东珞珈计量检测有限公司、国家城市供水水质监测网杭州监测站、东营市鲁辰水务有限责任公司水质检测中心、潍坊市市政公用事业产品质量监测中心、国家城市供水水质监测网青岛监测站。

本标准主要起草人：孙韶华、贾瑞宝、赵清华、董亮、姚振兴、卢楠楠、黄允河、刘艳芳、田立平、王晓芳、梁玉、郑振魁、于海静、李小敏、孙文慧。

水质 涕灭威的测定 固相萃取-液相色谱法

警告：实验中使用的溶剂和试剂均具有一定的毒性，对健康具有潜在的危害，应尽量避免与这些化学品的直接接触。样品制备过程应在通风橱中进行，操作时应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 范围

本标准规定了测定生活饮用水及其水源水中涕灭威的固相萃取-液相色谱法。

本标准适用于生活饮用水及其水源水中涕灭威的测定。

若取水样1 L，富集倍数为1 000倍，本标准的方法检出限为0.000 2 mg/L，测定下限为0.000 8 mg/L。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 5750.3—2006 生活饮用水标准检验方法 水质分析质量控制

GB/T 32465 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求

GB/T 33087 仪器分析用高纯水规格及试验方法

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

3 方法原理

本方法采用固相萃取柱对水中的涕灭威进行富集，经乙腈洗脱涕灭威后，使用配有二极管阵列或紫外检测器的液相色谱仪检测。方法采用保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 固相萃取柱：HLB 固相萃取小柱（6 mL，200 mg）或等效固相萃取柱。

4.2 高纯水：水质符合 GB/T 33087 的要求。

4.3 乙腈：色谱纯。

4.4 无水硫酸钠：分析纯。于 400 °C 下灼烧 4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器中保存。

4.5 抗坏血酸：分析纯。

4.6 涕灭威标准物质：固体，纯度 $\geq 99.7\%$ ，有证标准物质。

4.7 涕灭威标准贮备液： $\rho = 1\,000\text{ mg/L}$ 。准确称取 10.0 mg 涕灭威标准物质（4.6）置于 10 mL 容量瓶中，用乙腈（4.3）定容至 10 mL，配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准贮备液，贮备液在 4 °C 以下冷藏避光保存。

4.8 涕灭威标准使用液： $\rho = 100\text{ mg/L}$ 。吸取涕灭威标准贮备液（4.7）1 000 μL ，置于 10 mL 容量瓶中，

用乙腈（4.3）定容至 10 mL，配制成浓度为 100 mg/L 的标准使用液。现用现配。

5 仪器和设备

- 5.1 液相色谱仪：配有二极管阵列检测器或紫外检测器。
- 5.2 固相萃取装置。
- 5.3 氮吹浓缩装置。
- 5.4 抽滤设备：配孔径 0.45 μm 水系滤膜。
- 5.5 色谱柱：PAH 色谱柱，250 mm $\times$ 30 mm $\times$ 5 μm ，或其他等效色谱柱。
- 5.6 样品瓶：2 mL。
- 5.7 容量瓶：10 mL。
- 5.8 采样瓶：1 L~4 L 棕色玻璃瓶，螺旋盖（具聚四氟乙烯涂层的密封垫）。
- 5.9 微量注射器：100 μL 和 1 000 μL 。
- 5.10 分析天平：感量 0.1 mg。

6 样品

6.1 样品采集与保存

样品采集与保存按照 HJ/T 91、HJ/T 164 中的相关规定执行。样品采集后保存在棕色的玻璃瓶中，加入 0.02 g 抗坏血酸（4.5）除去残留余氯，4 $^{\circ}\text{C}$ 以下冷藏避光保存，48 h 内测定。

6.2 试样制备

- 6.2.1 活化：依次用 6 mL 乙腈（4.3）、6 mL 高纯水（4.2）以 2 mL/min 的流速，对固相萃取柱（4.1）进行活化。
- 6.2.2 富集：量取 1 L 水样，使水样以 10 mL/min 的流速富集。富集所用水样体积根据水样实际情况可适当增减，悬浮物含量较高的水样，需经抽滤设备（5.4）抽滤后再进行固相萃取前处理。
- 6.2.3 淋洗：用 5 mL 高纯水（4.2）以 10 mL/min 流速淋洗固相萃取柱，淋洗完成后用氮气吹干。
- 6.2.4 洗脱：用 2 mL 乙腈（4.3）以 2 mL/min 流速洗脱吸附在固相萃取柱的涕灭威，收集洗脱液。若洗脱液中残存有水分，加入无水硫酸钠（4.4）脱水干燥。
- 6.2.5 定容：将洗脱液氮吹，用乙腈（4.3）准确定容至 1.0 mL，待测。

6.3 空白试样制备

用高纯水（4.2）代替样品，按照与试样制备（6.2）相同的步骤制备空白试样。

7 分析步骤

7.1 液相色谱条件

- 7.1.1 流动相：A 相——高纯水（4.2），B 相——乙腈（4.3）；A:B=65:35（V:V）。
- 7.1.2 流速：0.5 mL/min。
- 7.1.3 柱箱温度：30 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 7.1.4 进样体积：10 μL 。
- 7.1.5 检测波长：207 nm。

7.2 校准

7.2.1 校准曲线的建立

准确移取涕灭威标准使用液（4.8）0.08 mL、0.1 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL和5.0 mL于6个10 mL容量瓶（5.7）中，用乙腈（4.3）定容至10 mL，制备6个浓度点的标准系列，标准系列浓度分别为0.8 mg/L、1.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L和50.0 mg/L，分别取1 mL于样品瓶（5.6）中。按照液相色谱条件（7.1），将标准系列溶液按浓度由低到高的顺序依次测定，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线。

7.2.2 涕灭威标准谱图

涕灭威的标准色谱图见图1。

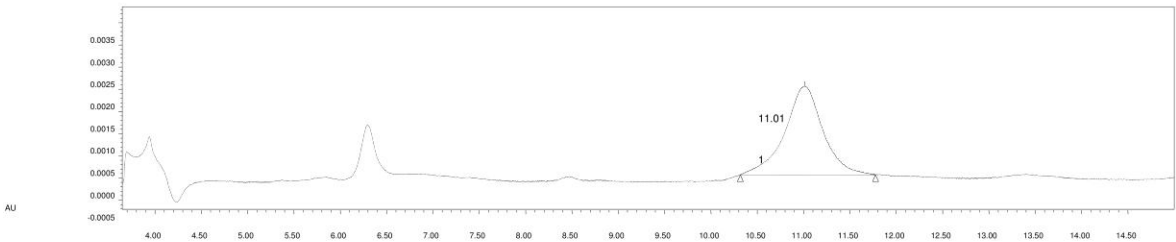


图1 涕灭威标准色谱图

7.3 试样测定

按照与校准曲线的建立（7.2.1）相同的步骤进行试样（6.2）的测定。

7.4 空白试样测定

按照与试样测定（7.3）相同的步骤进行空白试样（6.3）的测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

根据样品中目标化合物的保留时间定性。样品中涕灭威保留时间与标准样品保留时间的相对偏差应控制在±3 %以内。

8.2 定量分析

根据标准色谱组分的峰面积，通过校准曲线确定试样中涕灭威的含量。

8.3 结果计算

根据计算公式（1）计算样品中涕灭威的含量。

$$\rho_i = \frac{\rho_0 \times V_t}{V_s} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ρ_i ——样品中涕灭威质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- ρ_0 ——试样（6.2）中涕灭威的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- V_t ——试样（6.2）的体积，单位为毫升（mL）；

V_s —— 水样体积，单位为毫升（mL）。

8.4 结果表示

测定结果位数的保留与测定下限一致，最多保留三位有效数字。

9 精密度与准确度

9.1 精密度

六家实验室分别对加标浓度为0.001 0 mg/L、0.010 0 mg/L和0.050 0 mg/L的纯水、水源水、出厂水和管网水进行了测定，实验室内相对标准偏差范围为0.6 %~9.1 %，实验室间相对标准偏差范围为5.1 %~11 %。

9.2 准确度

六家实验室分别对加标浓度为0.001 0 mg/L、0.010 0 mg/L和0.050 0 mg/L的纯水、水源水、出厂水和管网水进行了测定，回收率范围为72.3 %~112 %。

10 质量保证和质量控制

10.1 校准曲线

分析样品之前，应建立能够覆盖样品浓度范围的至少6个浓度点的校准曲线，曲线的相关系数应满足 $r^2 \geq 0.995$ 。

10.2 空白试验

每批次样品至少测定一个空白试样，测定结果应低于方法检出限。

10.3 平行样

平行双样测定结果偏差应满足GB/T 5750.3—2006中的相关要求。

10.4 基体加标

基体加标样品的加标回收率范围应满足GB/T 32465中的相关要求。