

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 587-2010

水质 阿特拉津的测定 高效液相色谱法

Water quality Determination of Atrazine High performance liquid

Chromatography

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2010-09-20 发布

2010-12-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

| | |
|--------------------|----|
| 前言 | ii |
| 1 适用范围 | 1 |
| 2 方法原理 | 1 |
| 3 试剂和材料 | 1 |
| 4 仪器和设备 | 1 |
| 5 干扰及消除 | 2 |
| 6 样品 | 2 |
| 7 分析步骤 | 2 |
| 8 结果计算与表示 | 3 |
| 9 精密度和准确度 | 4 |
| 10 质量保证和质量控制 | 4 |

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中阿特拉津的监测方法，制定本标准。

本标准规定了测定水中阿特拉津的高效液相色谱法。

本标准为首次制订。

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：上海市环境监测中心。

本标准验证单位：江苏省环境监测中心、浙江省环境监测中心、上海市环境监测中心、南京市环境监测中心站、上海市疾病预防控制中心。

本标准由环境保护部 2010 年 9 月 20 日批准。

本标准自 2010 年 12 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 阿特拉津的测定 高效液相色谱法

1 适用范围

本标准规定了测定水中阿特拉津的高效液相色谱法。

本标准适用于地表水、地下水中阿特拉津的测定。

当样品取样体积为100ml时，本方法的检出限为0.08 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为0.32 $\mu\text{g/L}$ 。

2 方法原理

本方法用二氯甲烷萃取水中阿特拉津，萃取液经无水硫酸钠干燥后，用浓缩器浓缩至近干，以甲醇定容，通过具有紫外检测器的高效液相色谱仪进行测定。以保留时间定性，外标法定量。

3 干扰及消除

水样中可能共存在紫外检测器上有响应的有机物干扰测定，通过改变色谱条件，使阿特拉津与干扰物分离，或选择二极管阵列检测器定性确认。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂和不含有有机物的蒸馏水。

4.1 甲醇，HPLC级。

4.2 二氯甲烷，农残级。

4.3 阿特拉津标准贮备溶液， $\rho=100\mu\text{g/ml}$ 。

准确称取0.0100g阿特拉津标准样品，用少量二氯甲烷溶解后，再用甲醇准确定容至100ml，作为阿特拉津标准贮备溶液。在4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存，保存期半年。

4.4 阿特拉津标准使用溶液， $\rho=10.0\mu\text{g/ml}$ 。

取阿特拉津标准贮备溶液（4.3）1.00ml于10.0ml容量瓶中，甲醇定容，混匀，配制成标准使用溶液。在4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中保存，保存期半年。

4.5 无水硫酸钠：在400 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧4小时，冷却后密闭保存在玻璃瓶中。

4.6 氯化钠：在400 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧4小时，冷却后密闭保存在玻璃瓶中。

5 仪器和设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准A级玻璃量器。

- 5.1 高效液相色谱仪：具有可调波长紫外检测器或二极管阵列检测器。
- 5.2 色谱柱：填料为 5.0 μ m ODS，柱长 200mm，内径 4.6mm 反相色谱柱或其他性能相近的色谱柱。
- 5.3 振荡器：可调速。
- 5.4 浓缩装置：旋转蒸发装置或 K-D 浓缩器、浓缩仪等性能相当的设备。
- 5.5 分液漏斗：250ml。
- 5.6 一般实验室常用仪器。

6 样品

6.1 采集与保存

样品应采集在棕色玻璃容器中。水样应充满样品瓶并加盖密封，置于4℃冰箱内避光保存。采样后应在7天内对样品进行萃取。

6.2 试样的制备

用量筒量取100ml样品于250ml分液漏斗中，加入5g氯化钠（4.6）摇匀。用20ml二氯甲烷（4.2）分两次萃取，每次10 ml，于振荡器（5.3）上充分振摇5min。注意手动振摇放气。静置分层后，将有机相通过装有无水硫酸钠（4.5）的漏斗，接至浓缩瓶中，注意无水硫酸钠充分淋洗。合并两次二氯甲烷萃取液。用浓缩仪（5.4）浓缩至近干，用甲醇（4.1）定容至1.00ml，供分析。试样保存在4℃冰箱中，在40天内分析完毕。

注：样品在浓缩过程中，萃取液浓缩至近干时，应立即定容，否则阿特拉津会有较大损失。

7 分析步骤

7.1 参考色谱条件

- 7.1.1 色谱柱：反相 ODS 柱；4.6mm \times 200mm，5 μ m
- 7.1.2 流动相：甲醇:水=70:30(V/V)
- 7.1.3 流速：0.8ml/min
- 7.1.4 紫外检测波长：225nm
- 7.1.5 柱温：40℃
- 7.1.6 进样量：10.0 μ l

7.2 校准

7.2.1 标准系列的制备

取不同量的阿特拉津标准使用溶液(4.4),用甲醇(4.1)稀释,配制成浓度为0.030、0.050、0.100、0.500、1.00 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的标准系列,贮存在棕色小瓶中,于4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中存放。

7.2.2 初始标准曲线

通过自动进样器或样品定量环分别移取5种浓度的标准使用液10 μl ,注入液相色谱,得到不同浓度的阿特拉津的色谱图。以色谱响应值为纵坐标,阿特拉津的浓度为横坐标,绘制标准曲线。标准曲线的相关系数 $R \geq 0.999$ 。

7.3 样品分析

将按照6.2试样的制备和按7.1色谱条件测定。

7.4 空白试验

在分析样品的同时,应做空白实验,即用蒸馏水代替水样。空白样品应经历样品制备和测定的所有步骤。检查分析过程中是否有污染。

8 结果计算与表示

8.1 标准色谱图

本标准规定的色谱条件(7.1)下,阿特拉津的标准色谱图见图1。

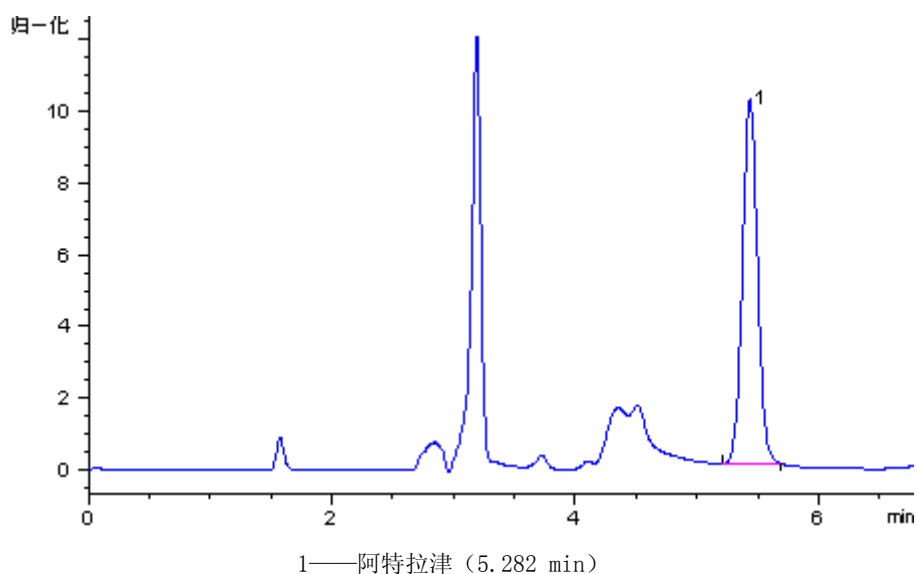


图1 阿特拉津标准谱图

8.2 定性分析

以样品的保留时间和标准溶液的保留时间相比来定性。用作定性的保留时间窗口宽度以当天测定标样的实际保留时间变化为基准。

8.3 定量分析

用外标标准曲线法按式（1）计算样品中的浓度：

$$\rho = \frac{m \cdot V_t}{V_s} \cdot 1000 \quad (1)$$

式中： ρ ——水样中阿特拉津的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

m ——从校准曲线上查得阿特拉津的质量浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；

V_t ——萃取液浓缩定量后的体积， ml ；

V_s ——被萃取水样的体积， ml 。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

5个实验室对含阿特拉津浓度为 $1.0\mu\text{g/L}$ 、 $5.0\mu\text{g/L}$ 的空白加标样品进行了测定：

实验室内相对标准偏差分别为： $3.0\% \sim 15\%$ ， $1.7\% \sim 5.9\%$ ；

实验室间相对标准偏差分别为： 8.2% ， 3.9% ；

重复性限为： $0.20\mu\text{g/L}$ ， $0.49\mu\text{g/L}$ ；

再现性限为： $0.20\mu\text{g/L}$ ， $0.94\mu\text{g/L}$ 。

9.2 准确度

5个实验室对含阿特拉津浓度为 $2.0\mu\text{g/L}$ 的统一样品进行测定：

相对误差为： $-16\% \sim 1.0\%$ ；

相对误差最终值为： $-9.5\% \pm 13\%$ 。

3个实验室对实际样品进行加标分析测定，加标量分别为 $1.0\mu\text{g}$ 、 $5.0\mu\text{g}$ ；

加标回收率分别为： $81.3\% \sim 92.1\%$ ， $85.9\% \sim 104\%$ ；

加标回收率最终值为： $88.1\% \pm 12\%$ ， $94.6\% \pm 18\%$ 。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

每分析一批（20个）样品必须有一个全程空白。所有空白测试结果应低于方法检出限。

10.2 加标样

10.2.1 每分析一批（20个）样品必须有一个空白加标样；组分回收率在70%~120%之间。

10.2.2 每分析一批（20个）样品必须有一个样品加标样，组分回收率在70%~120%之间。

10.3 平行样

每分析一批（20个）样品必须有一个平行样，平行样品相对误差在10%以内。

10.4 校准标准点

10.4.1 每次分析前用中间浓度的标准溶液作常规校准试验。校准点测定值的相对误差应在10%以内，初始校准曲线方可使用。否则要查找原因，采取措施；如果采取措施后不能找到问题根源，应重新绘制校准曲线。

10.4.2 每间隔20个样品或1个批次(此批次小于20个样品)必须用标准溶液校准，以便重新校正保留时间及窗口。
