

FHZHJSZISO0037 水质 苯氧基链烷除草剂（包括苯达松和羟基苯腈）的测定 固相萃取衍生气相色谱法

F-HZ-HJ-SZ-ISO-037

水质—苯氧基链烷除草剂（包括苯达松和羟基苯腈）的测定—固相萃取衍生气相色谱法

1 适用范围

本法适用于地下水和饮用水中质量浓度大于 50ng/L 的苯氧基链烷酸的测定。包括 2,4—二氯苯氧乙酸、2 甲 4 氯丙酸、滴丙酸、2 甲 4 氯（MCPA）、MCPB、2,4,5—三氯苯氧乙酸、苯达松、4—（2,4—二氯苯氧）—丁酸、溴草腈、涕丙酸。

2 原理概要

酸化后，物质富集在固相吸收物质上，用溶剂洗脱，用重氮甲烷甲基化，然后用质谱检测气相色谱测定。

3 主要仪器和试剂

3.1 仪器

使用玻璃或不锈钢容器。

平底烧瓶，量筒，滤筒，真空泵和压力调节装置，管瓶，容量瓶，毛细管气相色谱，毛细管柱，玻璃纤维滤纸，pH 计，注射器，制备重氮甲烷的装置。

3.2 主要试剂

气相色谱和质谱所用工作气体，99.996%（V/V）氮气，2mol/L 盐酸，乙醚，乙醇，10%（V/V）乙酸，6mol/L 氢氧化钠溶液，洗脱溶剂（丙酮或甲醇），甲醇，60%（V/V）的氢氧化钾溶液，N—甲基—N—亚硝基—4—甲苯磺酰胺，固相吸收物质，内标物，重氮甲烷溶液。

4 过程简述

4.1 采样

采样参照 ISO 5667-1，ISO 5667-2，ISO 5667-3。

使用彻底清洁过的、棕色的、平底玻璃烧瓶采样，用待测水装满瓶子，采样后尽快处理分析。

4.2 试样的固相吸收和衍生

4.2.1 活化吸收物质 RP-C18

4.2.2 富集和衍生

4.2.3 重氮甲烷的衍生

4.3 测试

需校准和做空白实验。

5 准确度与精密度

经多个实验室饮用水、地下水测试数据验证，回收率为 106.4% ~ 117.8%，重现性标准偏差 0.021 ~ 0.080 μ g/L，重现性变异系数 14.0% ~ 23.1%，重复性标准偏差 0.004 ~ 0.021 μ g/L，重复性变异系数 6.8% ~ 12.8%。

6 来源

国际标准化组织，ISO 15913：2000（E）