

# 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□—20□□

---

## 水质 硝磺草酮的测定 液相色谱法

Water quality-Determination of Mesotrione-Liquid chromatography

（征求意见稿）

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

---

环 境 保 护 部 发布

## 目 次

|                    |    |
|--------------------|----|
| 前 言 .....          | 65 |
| 1 适用范围 .....       | 66 |
| 2 规范性引用文件 .....    | 66 |
| 3 干扰及消除 .....      | 66 |
| 4 方法原理 .....       | 66 |
| 5 试剂和材料 .....      | 66 |
| 6 仪器和设备 .....      | 66 |
| 7 样品 .....         | 67 |
| 8 分析步骤 .....       | 67 |
| 9 结果计算与表示 .....    | 68 |
| 10 精密度和准确度 .....   | 68 |
| 11 质量保证和质量控制 ..... | 69 |
| 12 废物处理 .....      | 69 |

## 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，规范水中硝磺草酮的测定方法，制定本标准。

本标准规定了地表水、地下水、生活污水和工业废水中硝磺草酮的高效液相色谱测定方法。

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：青岛市环境监测中心站和中国海洋大学。

本标准主要验证单位：农业部农产品监督检测中心（青岛），山东省环境监测中心站，济南市环境监测中心站，泰安市环境保护监测站，辽宁北方环境检测技术有限公司，青岛中一监测有限公司。

本标准环境保护部 20□□年□□月□□日批准。

本标准自 20□□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

# 水质 硝磺草酮的测定 液相色谱法

## 1 适用范围

本标准规定了测定水中硝磺草酮的高效液相色谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中硝磺草酮的测定。

当进样量为 20.0  $\mu\text{L}$  时，方法的检出限为 0.010 mg/L，测定下限为 0.040 mg/L。

## 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/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 干扰及消除

当水样可能有共存的有机物干扰目标化合物测定时，可以通过改变色谱条件，使硝磺草酮与干扰物分离或先将水样先用正己烷萃取后再进行分析。

## 4 方法原理

用磷酸将水样调节 pH 3~4，水样经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后，以乙腈/磷酸水 (pH=3.0) 为流动相，检测波长为 233 nm，用具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。

## 5 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化学试剂，实验用水为不含有机物的蒸馏水或纯水。

5.1 乙腈 ( $\text{C}_2\text{H}_3\text{N}$ ): 液相色谱纯。

5.2 磷酸 ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ):  $\rho \geq 85\%$ 。

5.3 硝磺草酮标准贮备液， $\rho=1000 \text{ mg/L}$ 。

准确称取 0.025 g(精度，0.1 mg)硝磺草酮标准样品，用少量乙腈溶解后，再用水准确定容至 25 ml，作为硝磺草酮标准贮备溶液。4  $^{\circ}\text{C}$  冷藏保存。可以使用市售有证标准物质。

5.4 硝磺草酮标准使用液， $\rho=1.00 \text{ mg/L}$ 。

准确移取适量硝磺草酮标准贮备液用水稀释至 10 ml。

## 6 仪器和设备

6.1 采样瓶: 100 ml 具磨口塞的棕色玻璃细口瓶。

6.2 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。

6.3 色谱柱: C18 液相色谱柱，250 mm  $\times$  4.6 mm i.d., 5  $\mu\text{m}$ 。

6.4 微量注射器: 10  $\mu\text{l}$ , 50  $\mu\text{l}$  和 100  $\mu\text{l}$ 。

6.5 0.45  $\mu\text{m}$  有机系针头过滤器。

6.6 一般实验室常用仪器和设备。

## 7 样品

### 7.1 样品采集与保存

按照 HJ/T 91 和 HJ/T 164 的相关规定进行样品的采样，采集的样品应在 4 °C 暗处保存，应在 7 d 内分析完毕。

### 7.2 试样制备

将水样用磷酸（5.2）调节 pH 至 3~4，过 0.45 $\mu$ m 滤膜过滤后待测。

注 1 对于高浓度样品，应先将水样用纯水稀释到曲线范围内再进行测定；对于存在有机物干扰的样品，取 10.0 ml 水样，用 2.0 ml 正己烷萃取一次，弃去正己烷相，取水相进行测定。

## 8 分析步骤

### 8.1 色谱参考条件

8.1.1 色谱柱：C<sub>18</sub> 液相色谱柱，250 mm × 4.6 mm i.d，5  $\mu$ m。

8.1.2 流动相：流动相：乙腈，A 相；磷酸水溶液（pH=3.0），B 相；流速：0.5 mL/min；柱温 30 °C；检测波长为 233 nm；进样量：20  $\mu$ L。梯度洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱条件

| 时间 (min) | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) |
|----------|-----------|-----------|
| 0        | 45        | 55        |
| 20       | 45        | 55        |
| 22       | 100       | 0         |
| 40       | 100       | 0         |

### 8.2 标准曲线的绘制

取不同量的硝磺草酮标准使用液（5.4），以水为溶剂配制浓度分别为 0.040、0.100、0.250、0.500、1.00、4.00 mg/L 的标准系列溶液。取 20.0  $\mu$ l 标准系列溶液注入液相色谱仪中，分别记录不同浓度对应的色谱峰面积或峰高，以峰高或峰面积为纵坐标，以目标化合物的浓度为横坐标，建立校准曲线。

### 8.3 样品的测定

取 20.0  $\mu$ l 经预处理的试样注入液相色谱仪中，在与标准曲线相同的色谱条件下进行测定。记录色谱峰的保留时间和峰面积（峰高）。

### 8.4 空白试验

在分析样品的同时，应作空白试验。即用实验用水代替水样，按与样品测定相同步骤进行分析。

## 9 结果计算与表示

### 9.1 定性分析

通过比较样品和标准溶液中硝磺草酮的保留时间进行定性。如果目标化合物有检出，同时使用 268 nm 作为辅助波长对色谱峰进行确认。当样品中两个波长下的测定结果的比值与标准溶液的比值相同时，可确认为该化合物为目标化合物。

在本标准规定的色谱条件（8.1）下，硝磺草酮的标准色谱图见图 1。

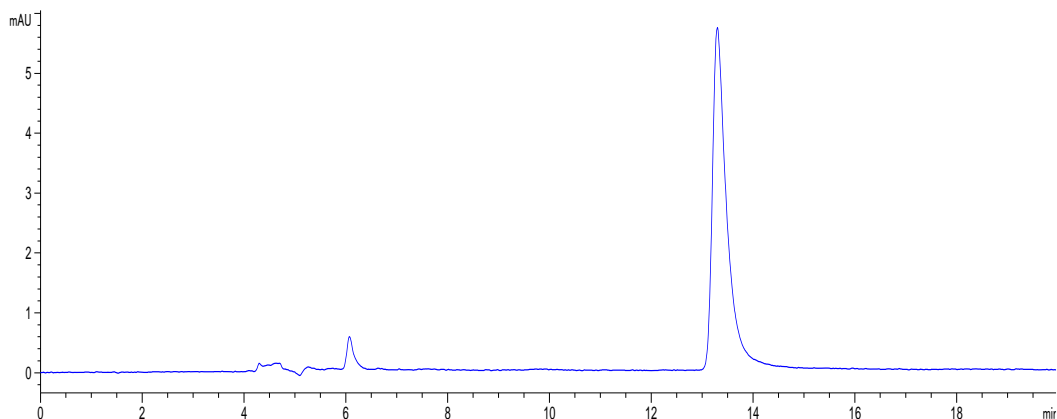


图 1 硝磺草酮标准溶液色谱图

### 9.2 定量分析

样品中硝磺草酮的含量按照公式（1）进行计算。

$$\rho = \rho_{\text{标}} \quad (1)$$

式中： $\rho$  ——水样中硝磺草酮的含量，mg/L；

$\rho_{\text{标}}$  ——由标准曲线计算所得分析物浓度，mg/L。

### 9.4 结果表示

当样品中硝磺草酮的含量大于 1mg/L 时，保留三位有效数字；当含量小于 1mg/L 时，小数点后保留三位。

## 10 精密度和准确度

### 10.1 精密度

6 家实验室分别对浓度为 0.050 mg/L、0.500 mg/L、3.00 mg/L 的硝磺草酮标准样品进行了平行 6 次的精密度测试，实验室内相对标准偏差为：0.8%~5.2%、0.5%~1.7%、0.3%~1.9%；实验室间相对标准偏差为：8.3%、2.4%、3.6%；重复性限  $r$  为：0.005 mg/L、0.018 mg/L、0.097 mg/L，再现性限  $R$  分别为：0.013 mg/L、0.038 mg/L、0.320 mg/L。

### 10.2 准确度

6 家实验室对地表水分别加标 0.050mg/L、0.250 mg/L、0.500 mg/L 时，平均加标回收率范围分别为：91.7%~120%、94.7%~106%、98.8%~105%。生活污水分别加标 0.050mg/L、0.250 mg/L、0.500 mg/L 时，平均加标回收率范围分别为：91.9%~118%、94.7%~104%、96.8%~107%

%。对硝磺草酮浓度为 0.300 mg/L、1.2 0mg/L 和 4.00 mg/L 的工业废水加标 0.250 mg/L 时，平均加标回收率范围分别为：92.8%~113%、91.1%~111%、89.5%~118%。

## 11 质量保证和质量控制

### 11.1 空白试验

每批样品（20 个）至少做一个空白样品，空白中硝磺草酮浓度应低于检出限。

### 11.2 初始校准

校准曲线的相关系数 $\geq 0.999$ 。

### 11.3 中间浓度检验

样品分析时应进行中间浓度检验，中间浓度的测定值与曲线的值相对偏差应 $\leq 15\%$ ，否则应建立新的校准曲线。

### 11.4 平行样

每批样品（20 个）应带一个平行样，平行样的相对偏差在 20%以内。

### 11.5 加标样

每批样品（20 个）应进行一个空白加标样和基体加标样的分析。空白加标样回收率应控制在 80%~120%，基体加标回收率应控制在 80%~130%。

## 12 废物处理

实验中产生的有机废液应集中保管，委托有资质的单位进行处理。