

ICS 13. 060

Z 16

# SL

# 中华人民共和国水利行业标准

SL 761—2018

## 水质 阿特拉津的测定 固相 萃取-高效液相色谱法

Water quality—Determination of atrazine—Solid phase  
extraction—High performance liquid chromatography

2018-01-25 发布

2018-04-25 实施



中华人民共和国水利部 发布

中华人民共和国水利部

关于批准发布《水质 阿特拉津的测定 固相萃取-  
高效液相色谱法》等 2 项水利行业标准的公告

2018 年第 1 号

中华人民共和国水利部批准《水质 阿特拉津的测定 固相萃取-高效液相色谱法》(SL 761—2018) 等 2 项为水利行业标准，现予以公布。

序号	标准名称	标准编号	替代标准号	发布日期	实施日期
1	水质 阿特拉津的测定 固相 萃取-高效液相色谱法	SL 761—2018		2018. 1. 25	2018. 4. 25
2	山洪灾害预警设备技术条件	SL 762—2018		2018. 1. 25	2018. 4. 25

水利部

2018 年 1 月 25 日

## 目 次

前言 .....	IV
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 方法原理 .....	1
4 试剂与材料 .....	1
5 仪器设备 .....	1
6 样品采集与保存 .....	2
6.1 样品采集 .....	2
6.2 样品保存 .....	2
7 分析步骤 .....	2
7.1 样品前处理 .....	2
7.2 液相色谱条件 .....	3
7.3 标准曲线绘制 .....	3
7.4 样品分析 .....	3
8 实验数据处理 .....	4
9 质量保证与控制 .....	4
9.1 质量保证 .....	4
9.2 质量控制 .....	4
10 检出限、精密度和准确度 .....	5
10.1 检出限 .....	5
10.2 精密度和准确度 .....	5
附录 A (资料性附录) 方法检出限、精密度和准确度 .....	6
参考文献 .....	7
表 A.1 方法检出限 .....	6
表 A.2 方法精密度和准确度 .....	6
表 A.3 地表水加标实验结果 .....	6
表 A.4 地下水加标实验结果 .....	6

## 前 言

根据水利技术标准制修订计划安排，按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》和 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求，编写本标准。

本标准共 10 章和 1 个附录，主要技术内容包括水中阿特拉津的测定方法原理，试剂与材料，仪器设备，样品采集与保存，分析步骤，实验数据处理，质量保证与控制以及检出限、精密度和准确度等。

本标准为全文推荐。

本标准批准部门：中华人民共和国水利部

本标准主持机构：水利部水文司

本标准解释单位：水利部水文司

本标准主编单位：中国水利水电科学研究院

本标准出版、发行单位：中国水利水电出版社

本标准主要起草人：赵高峰 周怀东 张盼伟 高俊杰 潘曼曼 赵晓辉 刘巧娜

本标准审查会议技术负责人：李青山

本标准体例格式审查人：于爱华

本标准在执行过程中，请各单位注意总结经验，积累资料，随时将有关意见和建议反馈给水利部国际合作与科技司（通信地址：北京市西城区白广路二条 2 号；邮政编码：100053；电话：010 - 63204533；电子邮箱：bzh@mwr.gov.cn），以供今后修订时参考。

# 水质 阿特拉津的测定 固相萃取-高效液相色谱法

警示：实验中所用标准品、有机溶剂均为有毒有害化合物，操作时应按规定要求使用适当的防护设备（如通风橱、防护服、抗溶剂手套等），减少实验人员对这些化合物的暴露。

## 1 范围

本标准规定了测定水中阿特拉津的固相萃取-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。

当取样量为 1000mL 时，本方法测定阿特拉津的检出限为 16.0ng/L，测定下限为 48.0ng/L。

## 2 规范性引用文件

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

SL 219 水环境监测规范

## 3 方法原理

取一定体积的水样，经固相萃取法对水样中阿特拉津进行富集萃取，浓缩后用带有紫外可见光检测器的高效液相色谱仪分离和测定。

## 4 试剂与材料

4.1 固相萃取柱：500mg，硅胶基 C<sub>18</sub> 固相萃取柱。

4.2 微孔滤膜：玻璃纤维或聚四氟乙烯滤膜，孔径为 0.7μm。

4.3 抗坏血酸：优级纯。

4.4 盐酸： $\rho=1.18\text{g}/\text{cm}^3$ ，优级纯。

4.5 甲醇：色谱纯。

4.6 乙酸乙酯：色谱纯。

4.7 二氯甲烷：色谱纯。

4.8 二级水：二次蒸馏水或市售纯净水。二级水应无干扰测定的杂质，或杂质含量低于目标化合物的检出限。

4.9 60%（体积分数）甲醇溶液：取 60mL 甲醇（4.5），用二级水（4.8）定容至 100mL。

4.10 阿特拉津标准品：纯度不低于 98.5%。

4.11 阿特拉津标准贮备液：称取阿特拉津标准品（4.10）10.0mg，置于 100mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，阿特拉津的质量浓度为 100mg/L，储存于棕色玻璃样品瓶中，4℃ 避光保存，可保存 4 周。

4.12 阿特拉津标准中间液：用 60% 甲醇溶液（4.9）稀释阿特拉津标准贮备液（4.11），配制成 5mg/L 的阿特拉津标准中间液。将阿特拉津标准中间液储存于玻璃样品瓶中，4℃ 避光保存。或直接使用阿特拉津有证标准物质。

## 5 仪器设备

5.1 微量注射器：100μL、500μL、1000μL。

- 5.2 分析天平：精确至 0.1mg。
- 5.3 容量瓶：100mL。
- 5.4 玻璃样品瓶：2mL，棕色，具聚四氟乙烯内衬螺旋盖，供盛装配制的标准溶液或待测样品。
- 5.5 采样瓶：1000mL 棕色玻璃磨口瓶，用重铬酸钾洗液清洗后，依次用自来水和二级水冲洗，再在烘箱中以 180℃ 烘烤 4h，然后放置在洁净的空间里冷却至室温。
- 5.6 采样器：材质为玻璃或聚四氟乙烯。
- 5.7 量筒：1000mL（精确至 10mL）。
- 5.8 过滤装置：包括板式过滤器、抽滤瓶、真空泵。
- 5.9 固相萃取装置：包括萃取缸、聚四氟乙烯管线（处理样品之前需进行清洗）和真空泵。
- 5.10 K-D 浓缩管：使用前用重铬酸钾洗液清洗后，依次用自来水和二级水冲洗，再在烘箱中以 60℃ 干燥 4h，然后放置在洁净的空间里冷却至室温，并进行检定，使用前再用二氯甲烷（4.7）润洗 3 次。
- 5.11 浓缩装置：氮吹仪或旋转浓缩仪。
- 5.12 高效液相色谱仪：具紫外可见光检测器。

## 6 样品采集与保存

### 6.1 样品采集

- 6.1.1 从水龙头采样：打开水龙头放水至水温稳定，然后使用采样瓶（5.5）采集样品至刻度。
- 6.1.2 从开放水体采样：用采样器（5.6）从有代表性的区域中采样，沿瓶壁小心地将水样倒入采样瓶中。
- 6.1.3 采样前可向采样瓶中加入抗坏血酸（4.3）用以抑制余氯的氧化作用。在水样中加入数滴盐酸（4.4），将水样的 pH 值调至小于 2，随即加盖密封。
- 6.1.4 样品采集其他注意事项应符合 SL 219 的规定。

### 6.2 样品保存

- 6.2.1 样品采集后宜在 4℃ 低温避光保存。
- 6.2.2 采样后 1 周内应完成样品分析，否则重新采样。

## 7 分析步骤

### 7.1 样品前处理

- 7.1.1 用量筒（5.7）量取 1L 样品。根据样品中目标化合物浓度高低，可适当增减样品体积。当样品中颗粒物较多时，应采用带有微孔滤膜（4.2）的过滤装置（5.8）过滤，并用量筒测量过滤后样品的体积。
- 7.1.2 固相萃取柱的清洗：将 C<sub>18</sub> 固相萃取柱（4.1）安装在固相萃取装置（5.9）上，分别向每个萃取柱中加入 5mL 二氯甲烷，让其自然流出；再用 5mL 乙酸乙酯（4.6）清洗 1 次，清洗结束后，弃去溶剂。
- 7.1.3 固相萃取柱的活化：向每个萃取柱中加入 5mL 甲醇，让甲醇浸泡柱中吸附填料 30s，打开出口阀，让甲醇慢慢流出，在吸附填料上方暴露于空气之前用甲醇重复上述活化步骤 3 次；再用二级水重复上述活化步骤 2 次。活化结束后，加入 3/4 柱体积的二级水，关闭出口阀。
- 7.1.4 样品的吸附萃取：通过聚四氟乙烯管线与萃取柱相连，拧紧各接口处，防止空气进入。将聚四氟乙烯管线带重物端放入样品瓶底部。打开真空泵，水样的流出速度宜为 10mL/min 左右。当所有样品流经萃取柱后，加入 10mL 二级水至每个样品瓶清洗样品瓶内壁，继续抽吸至样品瓶内无液

体，关闭真空泵。

7.1.5 固相萃取柱干燥：固相萃取柱洗脱前，将固相萃取柱放置在固相萃取装置上，连接真空泵，继续抽真空 20~25min，以使固相萃取柱中的水分变干。

7.1.6 目标化合物的洗脱：打开固相萃取装置的顶部，将干净的 K-D 浓缩管 (5.10) 放在萃取缸中收集洗脱液。用 10mL 二氯甲烷分两次洗脱萃取柱，每次 5mL，使其自然流出，收集洗脱液。

7.1.7 浓缩定容：将浓缩管放置在不高于 35℃ 的水浴锅中，用缓和的氮气流将洗脱液浓缩至近干，用 60% (体积分数) 甲醇溶液 (4.9) 准确定容至 1mL，将溶液转移至玻璃样品瓶 (5.4) 中。若浓缩后样品有可见颗粒物，应经滤膜过滤，4℃ 保存，待测。

## 7.2 液相色谱条件

7.2.1 色谱柱： $C_{18}$  反相柱，柱长 100mm，内径 4.6mm，填料粒径  $3.5\mu\text{m}$ ；或性能相当的色谱柱。

7.2.2 流动相：甲醇与二级水。

7.2.3 洗脱程序：等度洗脱，60% (甲醇) 与 40% (二级水)。

7.2.4 液相泵流速：0.8mL/min。

7.2.5 色谱柱温度：40℃。

7.2.6 进样量：10 $\mu\text{L}$ 。

7.2.7 检测器：紫外可见光检测器波长 225nm。

## 7.3 标准曲线绘制

7.3.1 标准曲线工作液质量浓度及配制步骤如下：

a) 工作液质量浓度要求：配制至少 5 个浓度点的标准曲线工作液，阿特拉津标准曲线的最低浓度点接近但高于方法检出限，如实际样品中目标化合物的浓度超出标准曲线的线性范围，可根据实际情况稀释处理。

b) 标准曲线工作液的配制步骤：取 5 支 10mL 容量瓶，分别加入 0.1mL、0.2mL、0.4mL、1.0mL、2.0mL 阿特拉津标准中间液 (4.12)，用与流动相一致的甲醇溶液定容、混匀。配制成质量浓度为 0.05mg/L、0.1mg/L、0.2mg/L、0.5mg/L、1.0mg/L 的阿特拉津标准曲线工作液，保存于玻璃样品瓶中。

7.3.2 按上述液相色谱条件 (7.2) 从低浓度向高浓度依次对标准曲线工作液进行色谱分析。阿特拉津液相色谱图如图 1 所示。

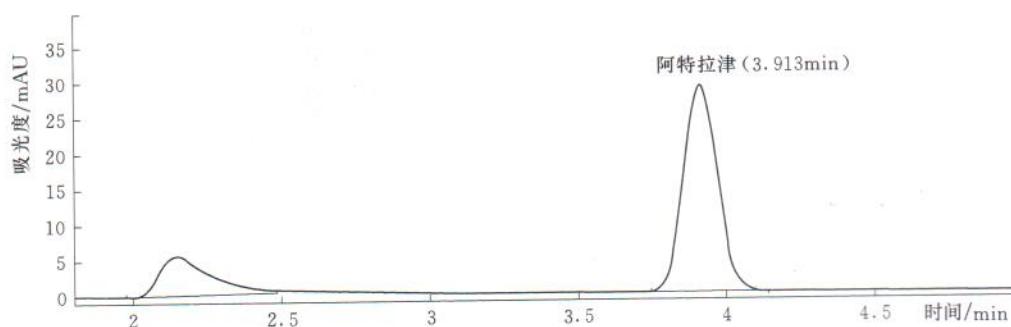


图 1 阿特拉津液相色谱图

## 7.4 样品分析

按照液相色谱条件对样品进行分析，样品分析包括定性分析和定量分析，要求如下：

a) 定性分析：根据标准物质的保留时间进行定性分析。

- b) 定量分析：采用外标法进行定量分析。当样品浓度超出标准曲线线性范围时，将样品浓度稀释至标准曲线线性范围内再测定。

## 8 实验数据处理

用标准曲线的回归方程进行计算，得到样品浓缩液中目标化合物的浓度（ $C_c$ ）。

水样中目标化合物浓度按公式（1）计算：

$$C_x = C_c V_c / V_x \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$C_x$ ——水样中目标化合物浓度，ng/L；

$C_c$ ——根据标准曲线计算出的样品浓缩液中目标化合物浓度，ng/L；

$V_x$ ——水样体积，mL；

$V_c$ ——样品浓缩液体积，mL。

## 9 质量保证与控制

### 9.1 质量保证

9.1.1 试剂、玻璃器皿和仪器中残留的污染物会干扰目标化合物的测定。采用现场空白及实验室试剂空白控制实验过程中的污染。

9.1.2 高、低浓度样品穿插分析时，在高浓度样品分析结束后，应分析一个实验室试剂空白，确认无污染后，再分析下一个样品。

### 9.2 质量控制

#### 9.2.1 空白检验

实验室质量控制应在实验室例行检测中进行现场空白、实验室试剂空白及实验室加标空白分析。要求如下：

- a) 现场空白：每批样品应有一个现场空白，以确定样品在采集、运输、保存及分析过程中是否受到沾污。按样品采集（6.1）的步骤，采用与水样采集相同的装置、试剂和步骤，在采样现场，用二级水代替水样进行样品采集，密封后随样品一起运回实验室，运送、保存及分析方法与样品一致；现场空白分析值应低于方法检出限。如果测定结果表明有不可忽略的沾污，应查明污染源并进行消除，并重新采样。
- b) 实验室试剂空白：样品分析前应做一个实验室试剂空白，用于检查目标化合物或其他干扰物质是否在实验室环境、试剂和器皿中存在，实验室是否有能力在所要求的方法检出限内进行准确而精密的测量。用二级水代替样品，按照样品分析步骤进行测定，实验室试剂空白分析值应低于方法检出限。如果测定结果表明有不可忽略的沾污，应查明污染源并进行消除，重新进行实验室试剂空白测定。
- c) 实验室加标空白：每批样品分析期间应做实验室加标空白，用于评价检测方法是否受控，确保分析的准确性。按配制标准曲线工作液的操作步骤，向二级水中加入已知量的目标化合物进行测定。如果测定结果的回收率达不到80%~120%，检查整个分析步骤，找出原因，并重新进行实验室加标空白测定。

#### 9.2.2 标准曲线校核

分析样品前，选取标准曲线的中间浓度点，进行标准曲线校核，确认标准曲线的适用性，其测定值与浓度值偏差应在15%以内，否则应重新绘制标准曲线。



附录 A  
(资料性附录)  
方法检出限、精密度和准确度

表 A.1 方法检出限

化合物	加标量/(ng/L)	7次实测平均值/(ng/L)	标准偏差	方法检出限/(ng/L)
阿特拉津	80	73.3	5.1	16.0

表 A.2 方法精密度和准确度

化合物	加标量/(ng/L)	实测值/(ng/L)							平均值/(ng/L)	精密度/%	回收率/%
		1	2	3	4	5	6	7			
阿特拉津	200	193.5	193.4	196.2	197.6	198.7	188.2	195.5	194.7	1.8	97.3

表 A.3 地表水加标实验结果

化合物	本底值/(ng/L)	加标量/(ng/L)	实测值/(ng/L)							平均值/(ng/L)	相对标准偏差/%	回收率/%
			1	2	3	4	5	6	7			
阿特拉津	<16.0	100	94.5	92.4	96.7	89.4	88.1	95.6	101.6	94.0	4.9	94.0
	<16.0	200	189.4	196.5	192.2	188.3	186.7	188.5	201.2	191.8	2.7	95.9
	<16.0	500	483.2	495.5	490.3	484.7	486.8	493.8	495.2	489.9	1.0	97.9

表 A.4 地下水加标实验结果

化合物	本底值/(ng/L)	加标量/(ng/L)	实测值/(ng/L)							平均值/(ng/L)	相对标准偏差/%	回收率/%
			1	2	3	4	5	6	7			
阿特拉津	<16.0	100	101.2	90.4	92.7	95.4	91.2	94.6	99.6	95.0	4.3	95.0
	<16.0	200	195.4	186.2	188.6	192.7	188.5	190.8	191.2	190.5	1.6	95.2
	<16.0	500	493.5	491.4	486.3	485.4	486.5	495.8	488.4	486.6	0.8	97.3

参 考 文 献

- [1] GB 3838—2002 地表水环境质量标准 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2002.
- [2] GB/T 5750—2006 生活饮用水标准检验方法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2006.
-



155170.344

SL 761—2018

中华人民共和国水利行业标准  
水质 阿特拉津的测定 固相萃取-高效液相色谱法  
SL 761—2018

\*

中国水利水电出版社出版发行  
(北京市海淀区玉渊潭南路1号D座 100038)  
网址: www.waterpub.com.cn  
E-mail: sales@waterpub.com.cn  
电话: (010) 68367658 (营销中心)  
北京科水图书销售中心(零售)  
电话: (010) 88383994、63202643、68545874  
全国各地新华书店和相关出版物销售网点经售  
北京瑞斯通印务发展有限公司印刷

\*

210mm×297mm 16开本 0.75印张 22千字  
2018年1月第1版 2018年1月第1次印刷

\*

书号 155170·344

定价 20.00 元

凡购买我社规程,如有缺页、倒页、脱页的,  
本社营销中心负责调换

版权所有·侵权必究

水利水电技术标准  
咨询服务中心



微信二维码,扫一扫  
信息更多、服务更快