

F-HZ-HJ-SZ-ISO-016

水质—有机氮、有机磷化合物的测定—液/固萃取-气相色谱法

1 适用范围

本法适用于地下水、地表水、饮用水中含量大于 $0.05\mu\text{g/L}$ 的有机氮、有机磷化合物的测定。

有机氮、磷化合物包括莠去津、氰乙酰肼、metazachlor、乙基对硫磷、甲基对硫磷、喷达曼萨林、丙唑嗪、另丁津、西玛津、特丁津、氟乐灵、烯菌酮等。

2 原理概要

水样中的化合物富集在反相 RP-C18 材料上或其它吸附剂上，用溶剂洗脱，然后经过气相色谱用氮磷检测器测定。

3 主要仪器和试剂

3.1 仪器

气相色谱（同 FHZHJSZISO0015），玻璃或聚丙烯的萃取柱（内装 RP-C18 或其它吸附剂），真空泵或压力装配，微升注射器，玻璃纤维滤纸，杂色玻璃器皿（同 FHZHJSZISO0015）。

3.2 主要试剂

所用试剂，包括水的纯度都要达到对气相色谱中空白峰无明显干扰的程度。

水要用纯化后的水，RP-C18 或其它吸附剂，调节剂（如甲醇、丙酮），洗脱剂（如甲醇、丙酮），中和用溶液，氮、磷化合物标准溶液，惰性气体。

4 过程简述

4.1 采样

参照 ISO 5667-1 和 ISO 5667-2。用清洁的玻璃瓶采集水样，用棕色玻璃瓶保存，测试样品的 pH 值，在采样后立即加入适量的中和溶液调节 pH 值至 6~9。

4.2 样品制备

4.2.1 活化

用溶剂洗萃取柱或玻璃柱中 RP-C18 材料，溶剂体积为其体积的 5 倍。再用其体积 5 倍的水来洗，用湿的担体来富集。

4.2.2 富集

测定水的体积，使水样以小于 1000mL/h 的流速流过担体。富集之后用惰性气体干燥圆筒，用溶剂洗脱 RP-C18，将洗脱液和溶剂放入小的刻度瓶中，用溶剂加到刻度。

4.3 测试

用气相色谱进行测试，需用纯水做空白实验。

5 准确度及精密度

多个实验室的液/固萃取-气相色谱法用于饮用水和原水的测试数据，重现性标准偏差 $0.0157 \sim 0.1368\mu\text{g/L}$ ，重现性变异系数 20.6%~46.3%，重复性标准偏差 $0.0044 \sim 0.0264\mu\text{g/L}$ ，重复性变异系数 7.2%~12.6%。

6 来源

国际标准化组织，ISO 10695：2000（E）