

F-HZ-HJ-SZ-ISO-017

水质——植物调节剂的测定——固液萃取-高效液相色谱法

1 适用范围

本方法适用于饮用水、地下水中植物调节剂及其主要降解产物的测定，检出限 0.1μg/L。包括莠去津、绿麦隆、氰乙酰肼、desethylatrazine、敌草隆、metazachlor、噻唑隆、秀谷隆、甲氧毒草安、甲氧隆、绿谷隆、另丁津、西玛津、特丁津。

2 原理概要

水样中的植物调节剂在 RP-C18 上经过固/液萃取，用溶剂洗脱然后分离，通过高效液相色谱使用紫外检测器鉴定并定量。

3 主要仪器和试剂

3.1 仪器

最好使用玻璃的、不锈钢的或聚四氟乙烯的器皿。

萃取柱（玻璃的或聚丙烯的，装有 RP-C18），平底烧瓶或采样瓶（棕色玻璃），量筒，离心（机）管，蒸馏装置，带塞的玻璃瓶，容量瓶，微升注射器，硼硅酸盐玻璃纤维滤纸，膜滤器，真空或剩余压力装置，排气系统，分析柱（柱长小于 300mm，内径 2~4.6mm，用尺寸为 3~5μm 的 RP-C18 物质填充），高效液相色谱（带紫外检测器）。

3.2 主要试剂

所用水、溶剂、试剂的纯度要达到不含有干扰待测物的、有紫外吸收的物质。

氮气，氦气，无机酸（如 1mol/L 磷酸），1mol/L 氢氧化钠溶液，RP-C18 吸着剂，溶剂（如甲醇、乙腈、丙酮），梯度洗脱用的缓冲溶液。

4 过程简述

4.1 采样

用仔细清洗过的、棕色的平底玻璃瓶采样，采样后尽快萃取。

4.2 RP-C18 材料的活化

每 1000mL 体积加 1.0~2.0g RP-C18，放入萃取柱或玻璃柱中，再用洗脱溶剂洗，再用水洗，用此湿担体做富集。

4.3 富集

量取待测水样，用无机酸或氢氧化钠调节 pH 值至 6~8，将水样流经 1g 的吸附剂。干燥吸附剂（如用氮气流或空气流）。

4.4 洗提

每 500mg RP-C18 材料用至少 1mL 溶剂洗。将一半的洗提液放入柱中，洗出到一个玻璃锥形瓶中，15min 后加入剩余的洗提液，用同一锥形瓶收集洗出液。将吸附剂上残留的溶剂也转移到这个锥形瓶中，用蒸馏的方法仔细浓缩洗出液。溶解残留物，定容。用膜滤器过滤，此溶液用于高效液相色谱测定。

4.5 测试

用高效液相色谱测定，需校准和做空白实验。

5 准确度及精密度

多个实验室数据验证，回收率为 36%~112%，重现性标准偏差 0.0157~0.0912μg/L，重现性变异系数 9.64%~36.05%，重复性标准偏差 0.009~0.0466μg/L，重复性变异系数 5.77%~14.73%。

6 来源

国际标准化组织，ISO 11369：1997（E）