

水质 百菌清及拟除虫菊酯农药的测定 HJ753-2015

1、适用范围

适用于水中百菌清及拟除虫菊酯类农药的测定。（本实验样品地表水）

参考标准《HJ 753-2015 水质 百菌清及拟除虫菊酯类农药 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液（共 5 种）：用正己烷稀释并定容，浓度为 100 μ g/mL。
- 2) 标准工作液：分别准确移取 1mL 标准储备液，用正己烷稀释至 10mL，浓度为 10 μ g/mL。
- 3) 丙酮-正己烷（5-95）：量取 5mL 丙酮，95mL 正己烷，混匀。

3、提取步骤

量取 150mL 样品于 250mL 分液漏斗中，加入 30 mL 二氯甲烷，剧烈摇晃 2min（注意放气），静置分层后，收集下层有机相，经无水硫酸镁柱脱水后，收集至鸡心瓶中；往分液漏斗中加入 30 mL 二氯甲烷，再重复萃取一次，40 $^{\circ}$ C 旋蒸至干后，再加入 6mL 正己烷进行溶剂转换，浓缩至 1mL，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：Welchrom[®] Florisil PR, 500mg/6mL,

活化：5mL 丙酮-正己烷（5-95），5mL 正己烷，弃去

上样：待净化液全部上样，收集；

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel: 400-810-6969

邮编：321000

E-mail: Lingyuyu@weLchmat.com

淋洗：2mL 正己烷润洗鸡心瓶并上样，收集：

洗脱：10mL 丙酮-正己烷（5-95）洗脱，收集

复溶：40°C水浴旋蒸浓缩至干，用正己烷复溶至 1mL，待检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：150mL 样品中加入 0.05mL 10 μ g/mL 标准贮备液，定容至 1mL，因此加标水平为 3.3 μ g/L，最终机度数为 0.5 μ g/mL。
- 2) 百菌清易分解，实验过程注意避光。
- 3) 无水硫酸钠柱使用完后，用二氯甲烷再次润洗，并压干。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m
进样口温度	280°C
升温程序	初始温度为 70°C, 保持 2min; 以 30°C/min 升温至 220°C, 保持 3min; 再以 5°C/min 升温至 280°C, 保持 5min; 再以 20°C/min 升温至 280°C, 保持 5min,
载气	高纯氦气 (纯度>99.999%)
进样方式	不分流进样
恒流模式	1.0mL/min
进样量	1 μ L

6.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源 (EI)
------	--------------

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 TeL:400-810-6969

邮编: 321000

E-maiL:Lingyuyu@weLchmat.com

电离能量	70eV
传输线温度	280°C
离子源温度	250°C
四极杆温度	150°C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
溶剂延迟	7min

7、色谱图或者加标回收率结果

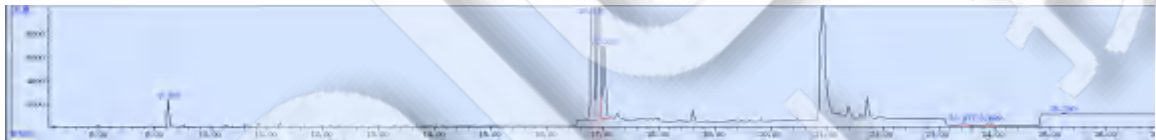


图 1. 混标 0.5µg/mL 图谱

物质	峰号	保留时间	峰宽	面积	开始时间	结束时间
百菌清	1	9.233	0.03	42882	9.18	9.362
联苯菊酯	2	16.816	0.041	1291361	16.704	16.88
甲氰菊酯	3	17.023	0.089	217444	16.968	17.144
氰戊菊酯	4	23.437	0.053	8716	23.361	23.55
	5	23.899	0.068	9584	23.813	24.04
溴氰菊酯	6	25.23	0.059	3969	25.163	25.314

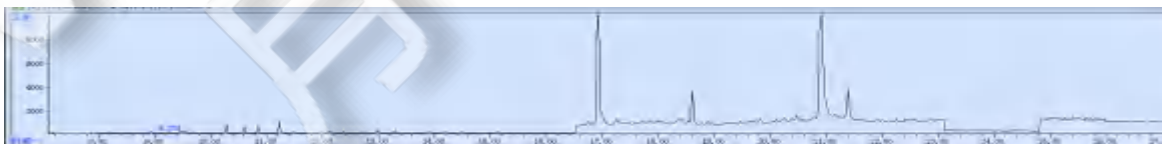
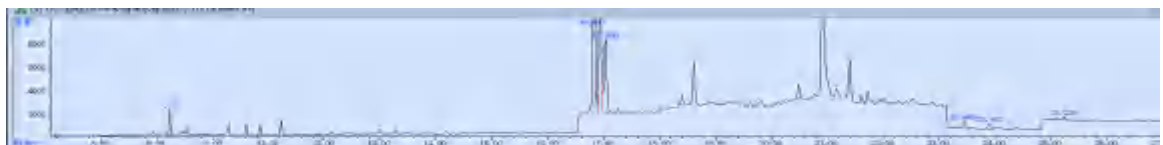


图 2.水质样品空白图谱



声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

图 3.水质样品加标 3.3 μ g/L 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
百菌清	3.3 μ g/L	87%	4.60%
联苯菊酯		77%	4.52%
甲氰菊酯		106%	3.29%
氰戊菊酯		117%	4.99%
		114%	1.62%
溴氰菊酯		98%	3.63%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20006	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR,500mg/6mL,30pk
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺 纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS ,30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m
	百菌清标准品	CAS No.:1897-45-6
00826-71870	联苯菊酯标准品	CAS No.:82657-04-3, 1000 μ g/mL 于正己烷,1.1mL
00826-F012S01M ACVC	甲氰菊酯标准品	CAS No.:39515-41-8, 1000 μ g/mL 于正己烷,1.1mL
00826-F020P250	氰戊菊酯标准品	CAS No.:51630-58-1, 250mg
00826-D015P250	溴氰菊酯标准品	CAS No.:52820-00-5, 250mg

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com