



中华人民共和国城镇建设行业标准

CJ/T 141~150—2001

城市供水水质检验方法标准 及编制说明和研究报告

2001-07-17发布

2001-12-01实施

中华人民共和国建设部 发布

一、城市供水水质检验方法标准

**Standard methods for the examination of
water of urban water supply**

前 言

本标准由建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部给水排水产品标准化技术委员会归口。

本标准由国家城市供水水质监测网上海监测站负责起草。

本标准起草人：冯复来、向华、陆峰。

本标准参加验证单位：北京监测站、合肥监测站、武汉监测站、广州监测站、厦门监测站、昆明监测站、深圳监测站、顺德监测站(省级站)。

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市供水 有机磷农药的测定 气相色谱法

CJ/T 144—2001

Urban water supply— Determination of organic phosphorous pesticides— Gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了用气相色谱分析法测定城市供水中的敌百虫、敌敌畏、乐果、对硫磷、甲基对硫磷。

本标准适用于城市供水和水源水中的敌百虫、敌敌畏、乐果、对硫磷、甲基对硫磷的测定。

本标准的方法最低检测质量浓度：若取样为 100 mL 浓缩至 1.0 mL，进样量 2 μ L，敌百虫为 0.14 μ g/L、敌敌畏为 0.43 μ g/L、乐果为 0.29 μ g/L、甲基对硫磷为 0.24 μ g/L、对硫磷为 0.10 μ g/L。

2 方法

本标准方法采用固相萃取技术吸附水中微量有机磷农药，然后用具有一定极性的有机溶剂洗脱，经浓缩至一定体积，样品用带火焰光度检测器的气相色谱仪进行测定。

火焰光度检测器的机理：有机磷化合物氧化燃烧生成磷的氧化物，然后在富氢焰的条件下被氢还原成 HPO，被火焰高温激发的磷裂片发射一系列特征波长的光，其最大波长为 526 nm。通过 526 nm 干涉滤光片，测量其发射光强度而检测磷，其光强度与 HPO 浓度成正比。

3 试剂和材料

3.1 载气和辅助气体

3.1.1 载气：氮气，纯度 99.999%，用 5A 分子筛净化管净化。

3.1.2 燃烧气：氢气，纯度 99.9%，用 5A 分子筛净化管净化。

3.1.3 助燃气：空气，用装 5A 分子筛净化管净化，干燥。

3.2 配制标准样品和水样预处理所用试剂及材料

3.2.1 标准物：敌百虫、敌敌畏、乐果、对硫磷、甲基对硫磷的混合标样。直接购买有证的混合标准溶液。浓度如表 1：

表 1

农药名称	标样浓度值,mg/L	农药名称	标样浓度值,mg/L
敌百虫	200	甲基对硫磷	100
敌敌畏	200	对硫磷	100
乐果	200		

3.2.2 丙酮：经重蒸馏后使用。

3.2.3 甲醇：经重蒸馏后使用。

- 3.2.4 盐酸:1+1。
- 3.2.5 样品瓶:2.5 L 玻璃磨口瓶。
- 3.2.6 微量注射器:10 μ L。
- 3.2.7 容量瓶:10 mL、50 mL。
- 3.2.8 移液管:0.5 mL、1 mL、5 mL。
- 3.2.9 富集柱:Waters Oasis HLB 富集柱或其他同类富集柱。
- 3.2.10 10 mL 浓缩瓶或具塞刻度离心管。
- 3.2.11 HL-2 恒流泵

4 仪器

- 4.1 仪器:具有程序升温功能的气相色谱仪。
- 4.2 检测器:火焰光度检测器(FPD)。
- 4.3 色谱柱:OV-17 25 m \times 0.32 mm(涂层厚度 0.5 μ m)、或其他同类柱。
- 4.4 仪器
 - 4.4.1 检测器温度:250 C \sim 300 C,按检测器生产厂的规定。
 - 4.4.2 进样口温度:250 C。
 - 4.4.3 柱箱温度:起始 80 C,保持 1 min,以 10 C/min 升至 230 C,保持 4 min。
 - 4.4.4 载气流速:15 mL/min。
 - 4.4.5 氢气流速:75 \sim 80 mL/min。
 - 4.4.6 空气流速:105 \sim 120 mL/min。

5 样品

- 5.1 样品性质:水样,有机磷农药在水中不稳定,易发生降解。
- 5.2 水样采集及贮存方法

用 2.5 L 玻璃磨口瓶采集样品,加入一定量盐酸,使水样呈弱酸性,水样有余氯时应用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 脱氯后低温保存,应尽快过柱,萃取分析。

5.3 样品预处理

- 5.3.1 预先用 5 mL 甲醇浸润 OASIS 小柱 15 min,达到活化目的。再用 5 mL 蒸馏水通过小柱。
- 5.3.2 被测组分的富集:将 100 mL 水样以 2 mL/min 的流速通过经活化的 OASIS 小柱,进行固相萃取。
- 5.3.3 洗脱:用洗脱液(甲醇:丙酮=70:30)1 mL,淋洗吸附于 OASIS 小柱上的组分,将淋洗液定容至 1.0 mL,供测定用。

6 测定步骤

- 6.1 定量方法:外标法。
- 6.2 标准样品的制备:将敌百虫、敌敌畏、乐果、甲基对硫磷、对硫磷的混合标准样品(3.2.1)用甲醇稀释 100 倍,临用时稀释。
- 6.3 进样操作
 - 6.3.1 进样方式:注射器进样。
 - 6.3.2 进样量:1 \sim 5 μ L。
- 6.4 定性分析
 - 6.4.1 组分出峰顺序:敌百虫、敌敌畏、乐果、甲基对硫磷、对硫磷,见图 1。

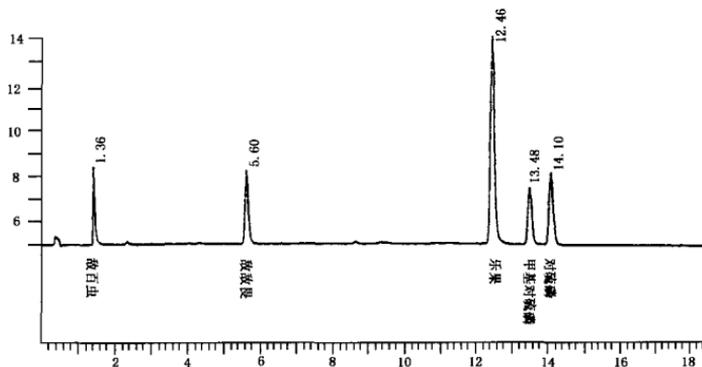


图1 五种有机磷标准色谱图

6.4.2 保留时间

敌百虫:1.44 min

敌敌畏:5.62 min

乐果:12.47 min

甲基对硫磷:13.52 min

对硫磷:14.12 min

6.4.3 色谱条件见 4.4.1~4.4.6。

6.5 定量分析

6.5.1 由仪器数据处理系统所得标样及试样中各组分峰高,作为定量依据。

6.5.2 定量公式见式(1)。

$$\rho_i = (\rho_s \times h_i \times V_1 \times V_2) / (h_s \times V_3 \times V_4) \dots\dots\dots (1)$$

式中: ρ_i ——试样中农药质量浓度, $\mu\text{g/L}$;

ρ_s ——标样中农药质量浓度, $\mu\text{g/L}$;

h_i ——试样中农药峰高, mV;

h_s ——标样中农药峰高, mV;

V_1 ——标样进样体积, μL ;

V_2 ——提取液体积, mL;

V_3 ——试样进样体积, μL ;

V_4 ——被提取的水样体积, mL。

7 分析结果的表述

7.1 定性结果

根据标准色谱图中各组分的保留时间确定被测试样中的组分及名称。

7.2 定量结果

根据计算公式(1)计算出各组分的含量,以 $\mu\text{g/L}$ 计。

8 精密度及准确度

本方法经 8 个实验室验证,综合所得精密度及准确度见表 2。

表 2 精密度及准确度

水质标准	已知标准值 μg/L	相对标准偏差 RSD, %	相对误差 RE, %	回收率 ¹⁾ %
敌百虫	10.0	27.9	12.3	87.9
	161.6	27.3	9.3	90.6
敌敌畏	30.4	13.7	13.9	86.2
	121.6	28.0	3.0	97.0
乐果	46.4	28.5	1.1	98.9
	185.6	23.8	7.2	107.2
甲基对硫磷	10.0	18.4	1.7	98.0
	40.0	20.7	2.7	102.8
对硫磷	13.0	15.5	0.67	99.2
	52.0	23.9	13.5	113.5

1) 加标回收率的加标量与标准值相同

9 安全及注意事项

- 9.1 所用有机溶剂甲醇有毒性,操作时必须带上防护眼镜。重蒸馏有机溶剂必须在通风柜中进行,严禁明火。
- 9.2 有机磷农药有毒,甚至剧毒。操作时必须小心谨慎,戴上一次性手套及防护镜,避免接触皮肤。
- 9.3 用过的废液集中处理后排放。
- 9.4 低浓度敌百虫极不稳定,取水样酸化后须及时测定。