ICS 13.060
C 51

DB37

山　东　省　地　方　标　准

DB37/T 4157—2020

水质　呋喃丹的测定 固相萃取-液相色谱法

Water quality—Determination of carbofuran—Solid phase extraction-Liquid chromatography

2020－09－25 发布　　2020－10－25 实施

山东省市场监督管理局　　发布

目　　次

前言 II
1　范围 1
2　规范性引用文件 1
3　方法原理 1
4　试剂和材料 1
5　仪器和设备 2
6　样品 2
7　分析步骤 2
8　结果计算与表示 3
9　精密度和准确度 4
10　质量保证和质量控制 4

前　言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由山东省住房和城乡建设厅提出并组织实施。

本标准由山东省城镇给水排水标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山东省城市供排水水质监测中心、潍坊市公用事业产品服务质量监测中心、烟台市城市供水水质监测有限公司、东营市自来水公司水质检测中心、国家城市供水水质监测网兰州监测站、国家城市供水水质监测网武汉监测站。

本标准主要起草人：顿咪娜、贾瑞宝、孙韶华、赵清华、刘莉、孙荣星、田立平、卢楠楠、荆丁丁、刘东、陈露、李露露、魏童、周志群、孙文慧、郑振魁。

水质　呋喃丹的测定　固相萃取-液相色谱法

警告：本方法所使用的试剂和标准溶液均有一定的毒性，对健康具有潜在的危害，应尽量避免与这些化学品的直接接触。操作时应按规定要求佩戴防护器具，样品前处理过程应在通风橱中进行。

1　范围

本标准规定了测定生活饮用水及其水源水中呋喃丹的固相萃取-液相色谱法。

本标准适用于生活饮用水及其水源水中呋喃丹的测定。

当取样体积1 L，富集倍数为500倍时，方法检出限为0.044 μg/L，测定下限为0.18 μg/L。

2　规范性引用文件

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

GB/T 5750.2—2006　生活饮用水标准检验方法　水样的采集与保存

GB/T 5750.3—2006　生活饮用水标准检验方法　水质分析质量控制

GB/T 32465　化学分析方法验证确认和内部质量控制要求

GB/T 33087　仪器分析用高纯水规格及试验方法

3　方法原理

本方法采用固相萃取柱对水中的呋喃丹进行吸附保留，用甲醇洗脱呋喃丹目标组分。洗脱液进入液相色谱仪经C_{18}色谱柱分离，用二极管阵列或紫外检测器检测，通过保留时间定性分析，外标法定量测定。

4　试剂和材料

4.1　固相萃取柱：HLB（6 mL，200 mg）或其他等效萃取柱。

4.2　高纯水：满足 GB/T 33087 要求。

4.3　甲醇：色谱纯。

4.4　乙腈：色谱纯。

4.5　硫代硫酸钠：分析纯。

4.6　无水硫酸钠：分析纯。于 400 ℃下灼烧 4 h，冷却后装入磨口玻璃瓶中，置于干燥器中保存。

4.7　呋喃丹标准溶液：ρ=1 000 mg/L，溶剂为甲醇，有证标准溶液。

4.8　呋喃丹标准贮备液：ρ=100 mg/L。吸取 1 000 μL 呋喃丹标准溶液（4.7），置于 10 mL 的容量瓶中，用甲醇（4.3）定容。贮备液在 4 ℃以下冷藏避光保存，待用。

4.9　呋喃丹标准使用液：ρ=10.0 mg/L。吸取 1 000 μL 呋喃丹标准贮备液（4.8），置于 10 mL 的容量瓶中，用甲醇（4.3）定容。现用现配。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱仪：配二极管阵列检测器或紫外检测器。
5.2 固相萃取装置。
5.3 抽滤设备：配孔径 0.45 μm 水系滤膜。
5.4 色谱柱：C_{18}柱（250 mm×30 mm×5 μm）或其他等效色谱柱。
5.5 容量瓶：10 mL。
5.6 采样瓶：1 L～4 L 棕色玻璃瓶，螺旋盖（具聚四氟乙烯涂层的密封垫）。
5.7 微量注射器：100 μL 和 1 000 μL。

6 样品

6.1 样品采集与保存

按照GB/T 5750.2—2006的相关规定采集和保存样品。采集样品时，将样品缓慢倒入采样瓶（5.8）近满瓶。当有余氯存在时，加入硫代硫酸钠（4.5），再加样品至满瓶，混匀，使硫代硫酸钠在水样中浓度达到80 mg/L。样品于4 ℃以下冷藏避光保存。

6.2 试样制备

6.2.1 活化：依次用 5 mL 甲醇（4.3）和 5 mL 高纯水（4.2），活化固相萃取柱（4.1），流速为 5 mL/min。
6.2.2 富集：量取 1 L 水样，使水样以 10 mL/min 的流速富集。富集用水体积根据水样实际情况可适当增减。悬浮物含量较高的水样，需经抽滤设备（5.3）抽滤后再进行固相萃取前处理。
6.2.3 淋洗：用 5 mL 高纯水（4.2）以 10 mL/min 流速淋洗萃取柱，淋洗完成后用氮气吹干萃取柱。
6.2.4 洗脱：用 2 mL 甲醇（4.3）以 2 mL/min 流速洗脱吸附在固相萃取柱上的待测组分，收集洗脱液至收集管中。若洗脱液中残存有水分，加入无水硫酸钠（4.6）脱水干燥。
6.2.5 定容：用甲醇（4.3）准确定容洗脱液至 2.0 mL，混匀，备用。

6.3 空白试样制备

用高纯水（4.2）代替样品，按照与试样制备（6.2）相同的步骤制备空白试样。

7 分析步骤

7.1 色谱条件

7.1.1 流动相：A 相——乙腈（4.4），B 相——水（4.2），A:B=40:60（V:V）。
7.1.2 流速：0.5 mL/min。
7.1.3 柱温：38 ℃。
7.1.4 进样体积：10.0 μL。
7.1.5 检测波长：205 nm。

7.2 校准

7.2.1 校准曲线的建立

取6个10 mL容量瓶（5.7），分别加入0.20 mL、0.40 mL、0.50 mL、0.60 mL、0.80 mL和1.00 mL呋喃丹标准使用液（4.9），用甲醇（4.3）稀释至刻度，制备6个浓度点的标准系列，标准系列浓度分别为：0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.50 mg/L、0.60 mg/L、0.80 mg/L和1.00 mg/L，贮存在样品瓶中。按照仪器条件（7.1），将标准系列溶液按浓度由低到高的顺序依次测定，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线。

7.2.2 标准样品谱图

呋喃丹的标准色谱图见图1。

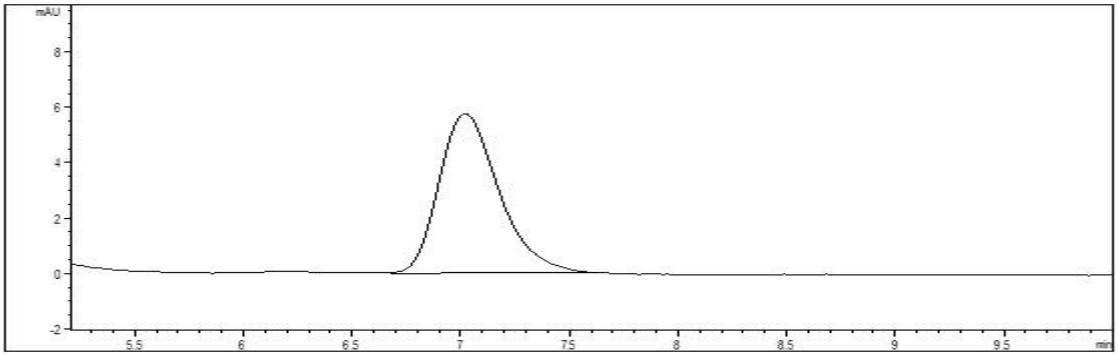

图 1 呋喃丹标准色谱图

7.3 试样测定

按照与校准曲线建立（7.2.1）相同的步骤进行试样（6.2）的测定。

7.4 空白试验

按照与试样测定（7.3）相同的步骤进行空白试样（6.3）的测定。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

以样品的保留时间定性。保留时间允许偏差为±3 %之内。

8.2 定量分析

根据样品中目标物的峰面积，外标法定量。

8.3 结果计算

样品中呋喃丹的质量浓度 ρ_x 按公式（1）计算：

$$\rho_x = \frac{\rho_0 \times V_t}{V_s} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

ρ_x——水样中呋喃丹的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0——固相萃取洗脱液中呋喃丹的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V_t ——固相萃取洗脱液浓缩后定容体积，单位为毫升（mL）；

V_s ——水样体积，单位为毫升（mL）。

8.4 结果表示

测定结果位数的保留与测定下限一致，最多保留三位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

5家实验室分别对加标浓度为0.000 4 mg/L、0.000 8 mg/L和0.002 0 mg/L的水源水、出厂水和管网水进行了7次重复测定。水源水实验室内相对标准偏差范围为0.5 %～10 %，实验室间相对标准偏差范围为2.5 %～8.5 %。出厂水实验室内相对标准偏差范围为0.7 %～9.0 %，实验室间相对标准偏差范围为3.1 %～8.7 %。管网水实验室内相对标准偏差范围为0.7 %～6.1 %，实验室间相对标准偏差范围为6.6 %～7.8 %。

9.2 准确度

5家实验室分别对加标浓度为0.000 4 mg/L、0.000 8 mg/L和0.002 0 mg/L的水源水、出厂水和管网水进行了7次重复测定。水源水加标回收率范围为80.4 %～116 %。出厂水加标回收率范围为80.4 %～117 %。管网水加标回收率范围为83.5 %～110 %。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

空白试验测定结果不能超过方法的检出限。

10.2 校准曲线

校准曲线绘制应与批样测定同时进行；校准曲线的相关系数r^2一般应大于或等于0.995。

10.3 平行样

平行双样测定结果的相对偏差应满足GB/T 5750.3—2006的要求。

10.4 基体加标

基体加标样品的加标回收率范围应满足GB/T 32465的要求。