

## 水质 磺酰脲类的测定 HJ 1018-2019

### 1、适用范围

适用于水中磺酰脲类的检测。（本实验样品采用自来水）

参考标准《HJ 1018-2019 水质磺酰脲类的测定 高效液相色谱法》

### 2、溶液的配制

- 1) 烟嘧磺隆储备液：精确称量 1mg 烟嘧磺隆样品，用乙腈定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。  
噻吩磺隆储备液：精确称量 1mg 噻吩磺隆样品，用乙腈定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。  
甲磺隆储备液：精确称量 1mg 甲磺隆样品，用乙腈定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。  
甲嘧磺隆储备液：精确称量 1mg 甲嘧磺隆样品，用乙腈定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。  
氯磺隆储备液：精确称量 1mg 氯磺隆样品，用乙腈定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。  
胺苯磺隆储备液：精确称量 1mg 胺苯磺隆样品，用乙腈定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。  
苄嘧磺隆储备液：精确移取 1.0ml 苄嘧磺隆样品，用乙腈定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。  
吡嘧磺隆储备液：精确称量 1mg 吡嘧磺隆样品，用乙腈定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。  
氯嘧磺隆储备液：精确移取 1.0ml 氯嘧磺隆样品，用乙腈定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。
- 2) 9 种磺酰脲类混标工作液：精确移取 9 种磺酰脲类储备液各 1mL，用乙腈定容至 10mL，即 0.01mg/mL 工作液。
- 3) 流动相 B：0.02%磷酸水溶液：0.2mL 磷酸溶液，用水溶解并定容至 1L。

### 3、提取步骤

取 100mL 自来水，用磷酸调 pH 至 3.5-4.7，待净化。

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

## 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® C18 规格： 1000mg/6mL

活化： 5mL 甲醇、10mL 水，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，弃去，抽干；

洗脱：20mL 甲醇洗脱，收集于 50mL 离心管中，抽干。

复溶：洗脱液在 50° 氮吹下吹至近干，用 50%乙腈水定容至 1mL，过 0.22 $\mu$ m 有机滤头，供液相检测。

## 5、注意事项

加标水平：在 100mL 水中加入 20 $\mu$ L 0.01mg/mL 的联苯胺工作液，定容至 1mL，加标水平 2 $\mu$ g/L，机读数 0.2mg/L。

## 6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate®XB-C18 4.6 $\times$ 250mm, 5 $\mu$ m

流动相：A-乙腈 B-0.02%磷酸水（梯度）

流速：1.000mL/min

进样量：20 $\mu$ L

柱温：40°C

检测波长：230nm

时间	流速 (mL/min)	%A	%B
0.000	1.000	20.0	80.0
10.000	1.000	35.0	65.0

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

22.000	1.000	35.0	65.0
27.000	1.000	40.0	60.0
32.000	1.000	40.0	60.0
35.000	1.000	45.0	55.0
45.000	1.000	45.0	55.0
50.000	1.000	90.0	10.0
55.000	1.000	90.0	10.0
60.000	1.000	20.0	80.0
70.000	1.000	20.0	80.0

## 7、色谱图或者加标回收率结果

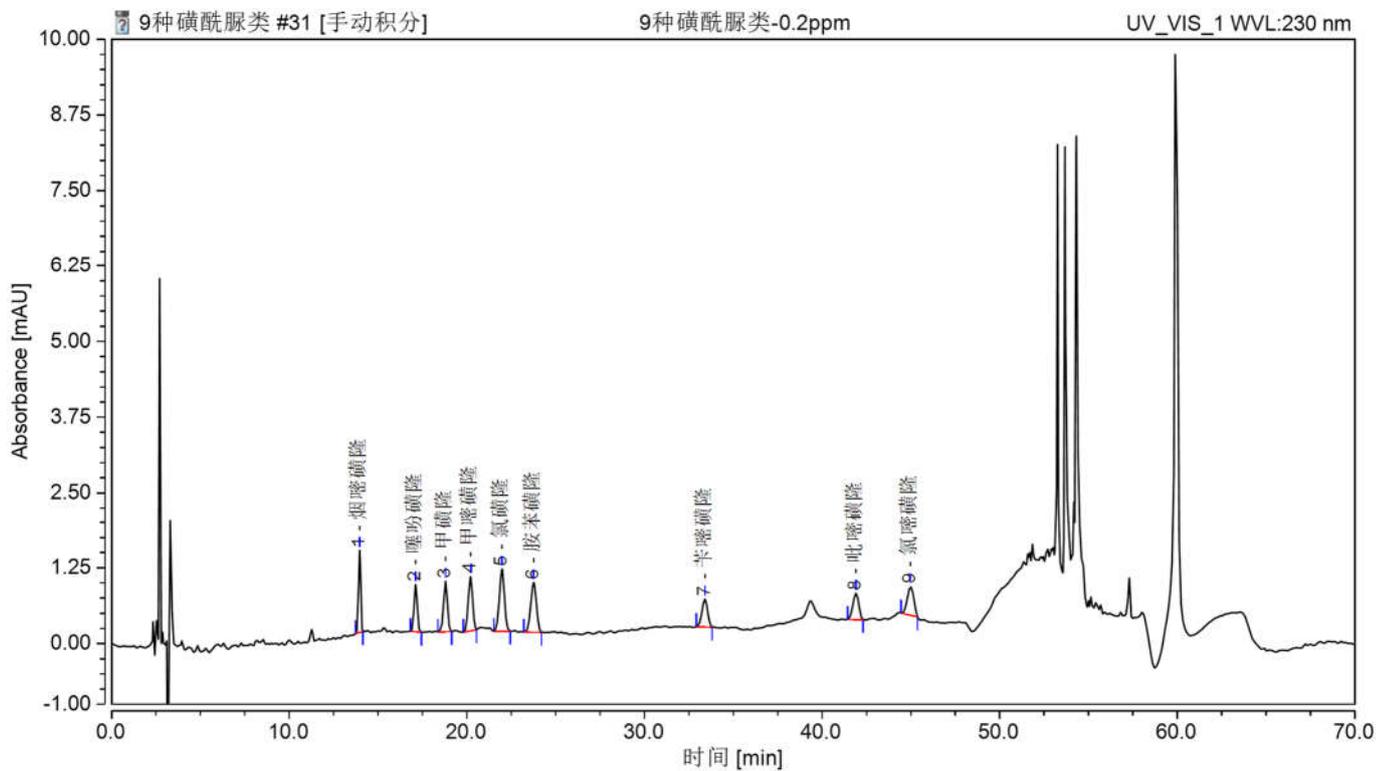


图 1. 9 种磺酰脲类标准品 0.2mg/L 图谱

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	不对称度	分离度	塔板数
		min	mAU*min	mAU	%	(EP)	(EP)	(EP)
1	烟嘧磺隆	13.965	0.190	1.355	13.965	0.93	11.33	62494
2	噻吩磺隆	17.118	0.165	0.777	17.118	0.98	4.58	41836
3	甲磺隆	18.800	0.214	0.836	18.800	0.92	3.26	35010
4	甲嘧磺隆	20.213	0.258	0.893	20.213	0.92	3.55	29843
5	氯磺隆	21.975	0.343	1.028	21.975	0.99	3.19	27808
6	胺苯磺隆	23.762	0.306	0.821	23.762	0.96	16.37	25453
7	苄嘧磺隆	33.413	0.171	0.465	33.413	0.91	14.00	51909
8	吡嘧磺隆	41.903	0.168	0.436	41.903	0.93	4.61	70808
9	氯嘧磺隆	44.972	0.201	0.473	44.972	0.95	n. a.	65015

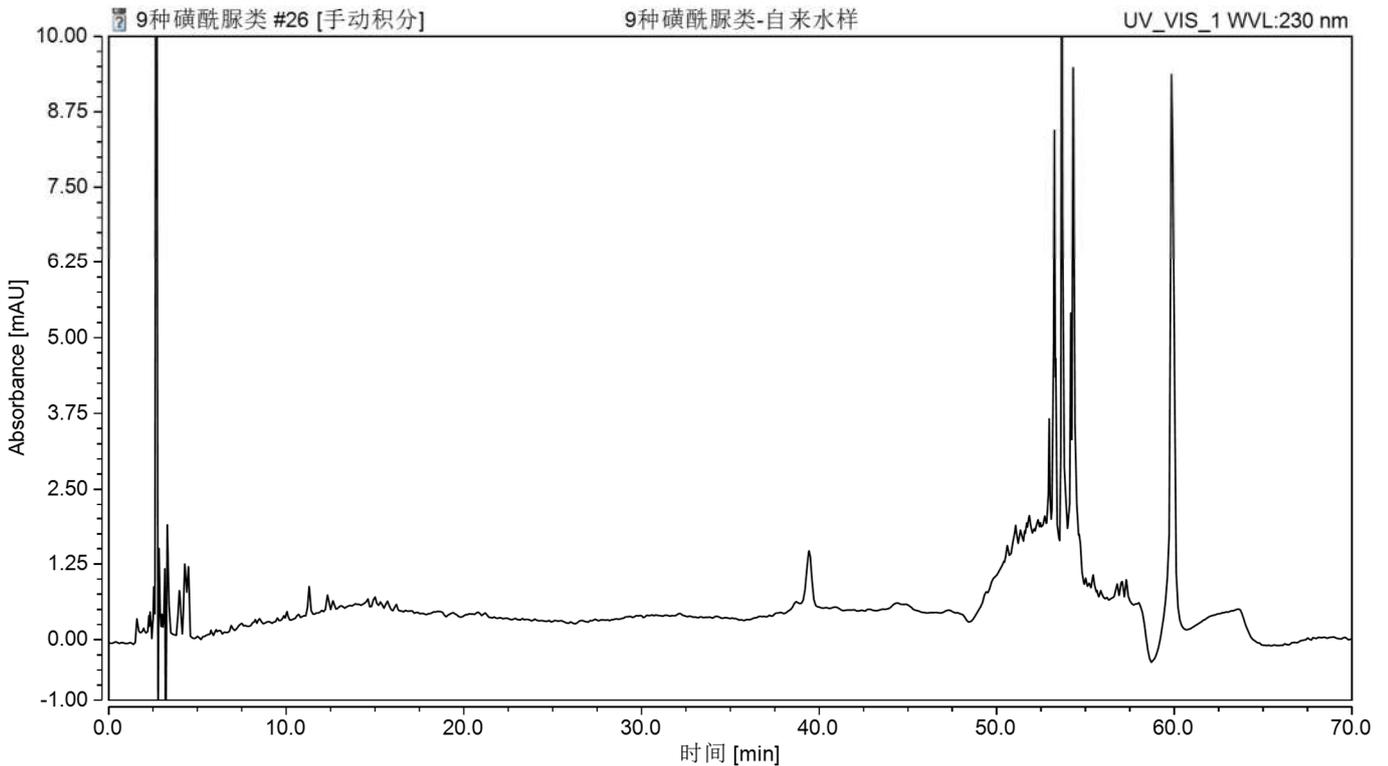


图 2.自来水空白图谱

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

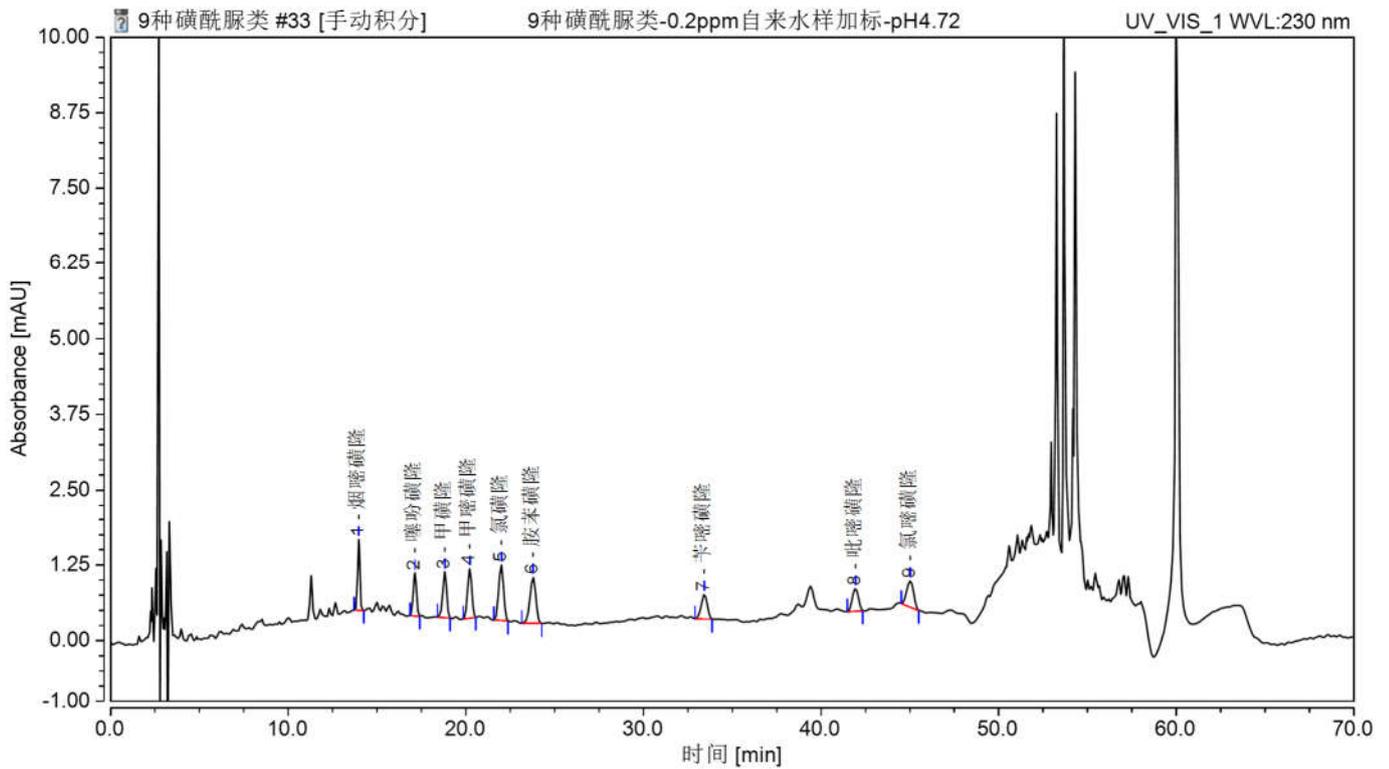


图 3. 自来水样加标 2 $\mu$ g/L 图谱

表 1.加标回收表

名称	加标水平 $\mu$ g/L	平均回收率%	RSD%
烟嘧磺隆	2	92	4.85
噻吩磺隆	2	93	1.38
甲磺隆	2	91	1.09
甲嘧磺隆	2	90	0.92
氯磺隆	2	87	0.95
胺苯磺隆	2	96	3.63
苄嘧磺隆	2	99	4.62
吡嘧磺隆	2	90	0.00
氯嘧磺隆	2	99	1.07

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00504-11007	SPE 小柱	Welchrom®C18 , 1000mg/6ml,30pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

		袋装,未灭菌, 50ml, 50/包
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
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate®XB-C18, 4.6×250mm,5μm
	烟嘧磺隆	CAS 号: 111991-09-4
	噻吩磺隆	CAS 号: 79277-27-3
	甲磺隆	CAS 号: 74223-64-6
	甲嘧磺隆	CAS 号: 74222-97-2
	氯磺隆	CAS 号: 64902-72-3
	胺苯磺隆	CAS 号: 97780-06-8
	苄嘧磺隆	CAS 号: 83055-99-6
	吡嘧磺隆	CAS 号: 93697-74-6
	氯嘧磺隆	CAS 号: 90982-32-4
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com