

月旭科技 水质 百草枯和杀草快的测定

1、适用范围

适用于地表水，地下水和废水中百草枯和杀草快的测定

参考标准：《HJ914-2017 水质 百草枯和杀草快的测定 固相萃取-高效液相色谱法》

2、溶液的配制

标准储备液：百草枯（CAS：1910-42-5）市售 100mg/L 1mL。

杀草快：精确称取 1mg，用甲醇溶解并定容到 10mL，浓度为 100mg/L

标准使用液（10mg/L）：分别移取 1mL 100mg/L 百草枯和杀草快，用甲醇定容到 10mL

硫酸溶液（1+1）：量取 50mL 硫酸，缓慢加入 50mL 水中

含 2%甲酸的乙腈溶液：量取 2mL 的甲酸，加入乙腈定容至 100mL。

甲酸铵溶液：称取 12.6g 甲酸铵溶于水中，加入 20mL 甲酸，用水定容至 1000mL。

氢氧化钠溶液：称取 40g 氢氧化钠，用水溶解并定容到 100mL

3、提取步骤

水（或废水）样抽滤过 0.45 μm 尼龙滤膜，于采样瓶中；

移取 200mL 水（或废水）样于样品瓶中，用硫酸溶液或氢氧化钠溶液调节水样 pH6-7，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® WCX 规格：150 mg/6mL。

活化：5mL 甲醇，5mL 水，弃去

上样：待净化液全部上样，弃去

淋洗：4mL 水（润洗样品瓶），弃去

洗脱：15mL 2%甲酸乙腈溶液，收集于 50mL 离心管中，抽干

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: 400-808-6760

邮编：321000

E-mail: guodeyong@welchmat.com

氮吹至剩余 1mL, 用 2%甲酸乙腈溶液定容至 2mL, 并过 0.45 μ m 滤膜, 上 HPLC 检测。

5、注意事项

- 1) 上样速度不能过快, 保持在 1s/滴, 整个过程填料保持湿润
- 2) 前处理过程中不得使用玻璃器皿和耗材, 用聚氯乙烯或聚丙烯材质产品
- 3) 淋洗部分, 标准有用到甲醇, 甲醇的使用会影响回收率, 因此没有使用
- 4) 最终洗脱, 标准中的 5mL, 洗脱不是很完全, 此处增加到 15mL
- 5) 加标水平: 200mL 水(或废水)中, 分别加入 0.1mL、0.2mL 10mg/L 混标, 最终定容到 2mL, 因此加标水平分别为 5 μ g/L、10 μ g/L。最终机读数为 0.5mg/L、1mg/L

6、色谱条件

色谱柱: 月旭 Ultimate® SiO₂ 4.6 $\times$ 250mm, 5 μ m

流动相: 甲酸铵溶液: 乙腈 (60:40)

流速: 1.0mL/min

柱温: 40℃

进样量: 20 μ L

检测波长: 百草枯定量波长为 257nm, 辅助波长为 290nm;

杀草快定量波长为 309nm, 辅助波长为 290nm

7、色谱图或者加标回收率结果

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:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

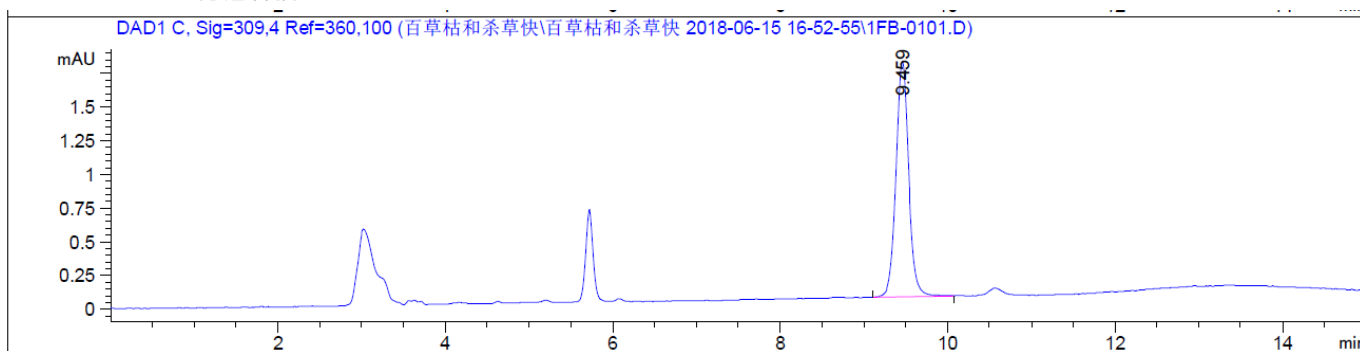


图 1.杀草快对照 0.5mg/L 图谱

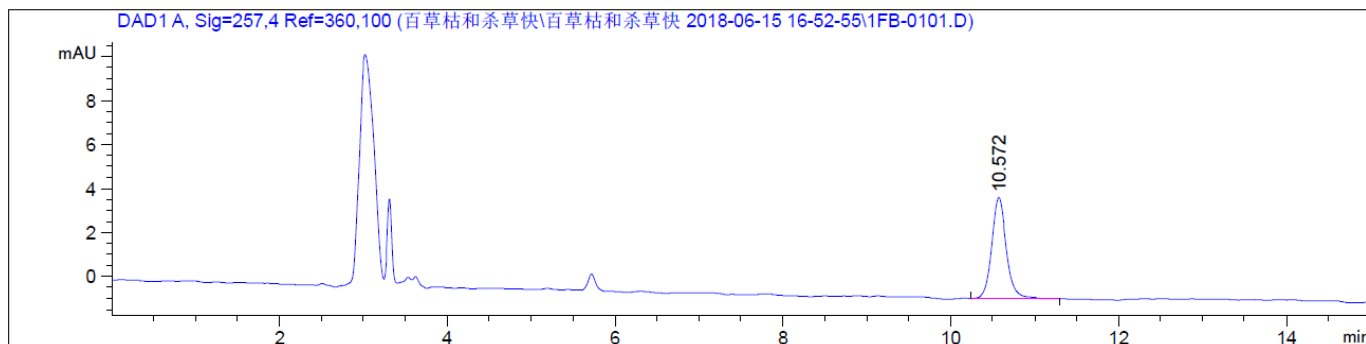


图 2.百草枯对照 0.5mg/L 图谱

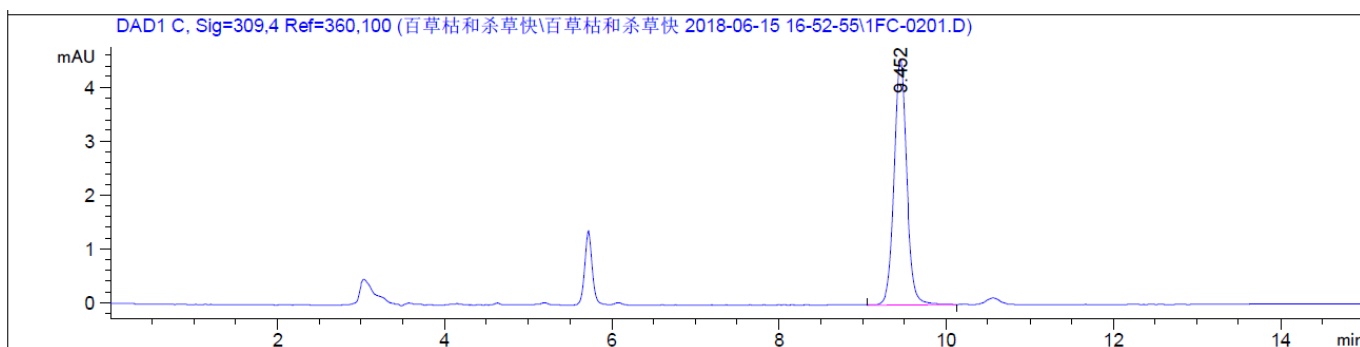


图 3.杀草快对照 1mg/L 图谱

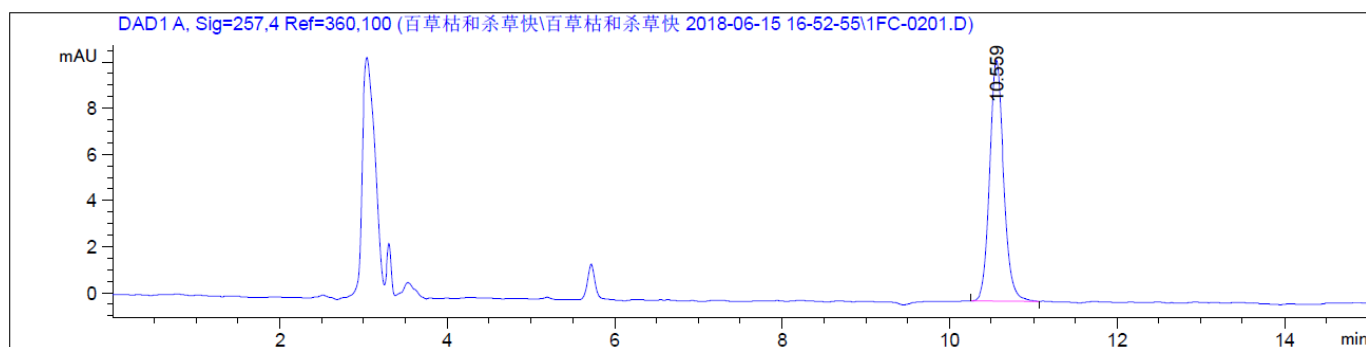


图 4.百草枯对照 1mg/L 图谱

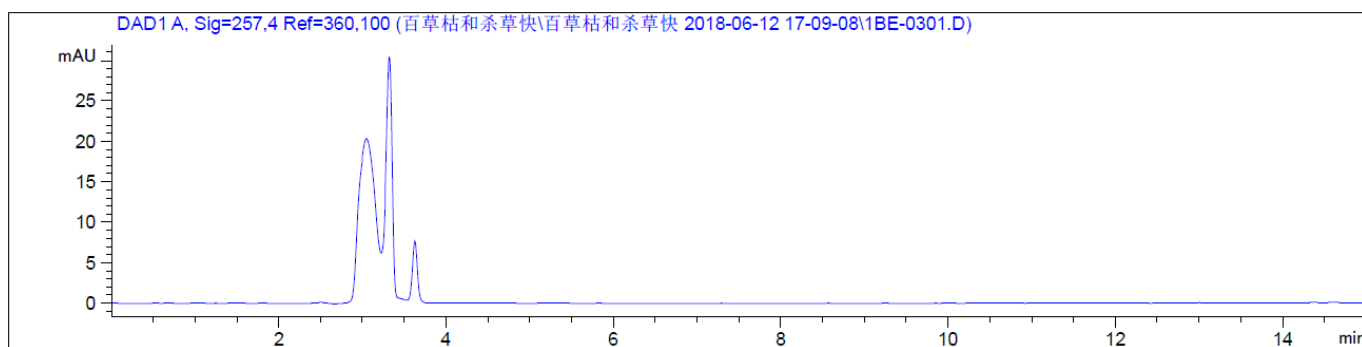


图 5.水样百草枯图谱

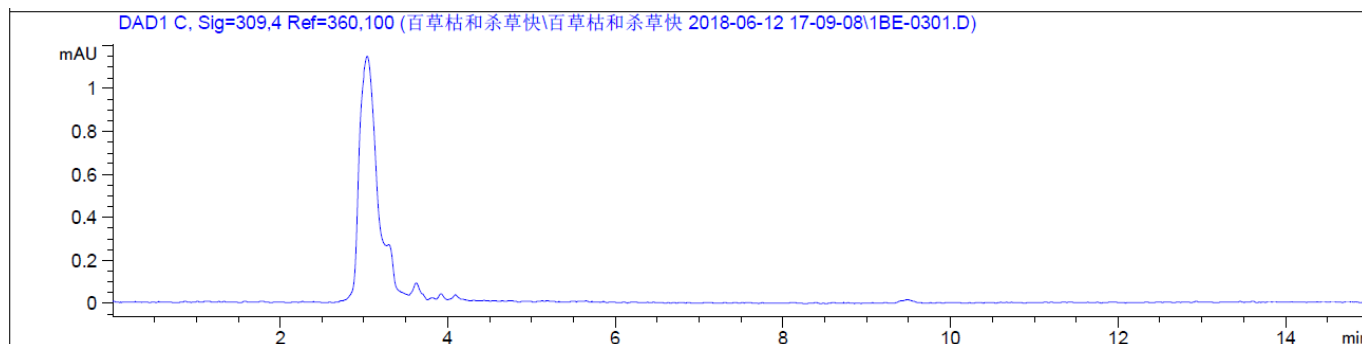


图 6 水样杀草快图谱

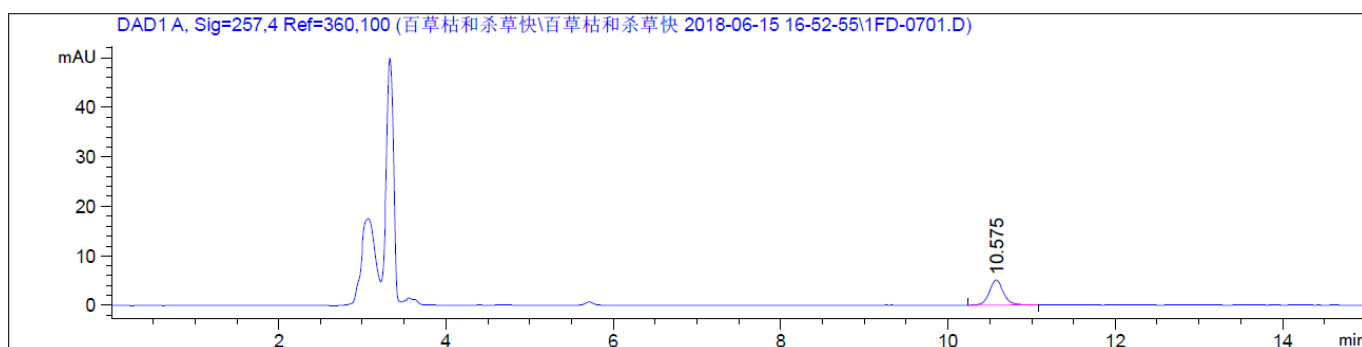


图 7 水加标 5µg/L 百草枯图谱

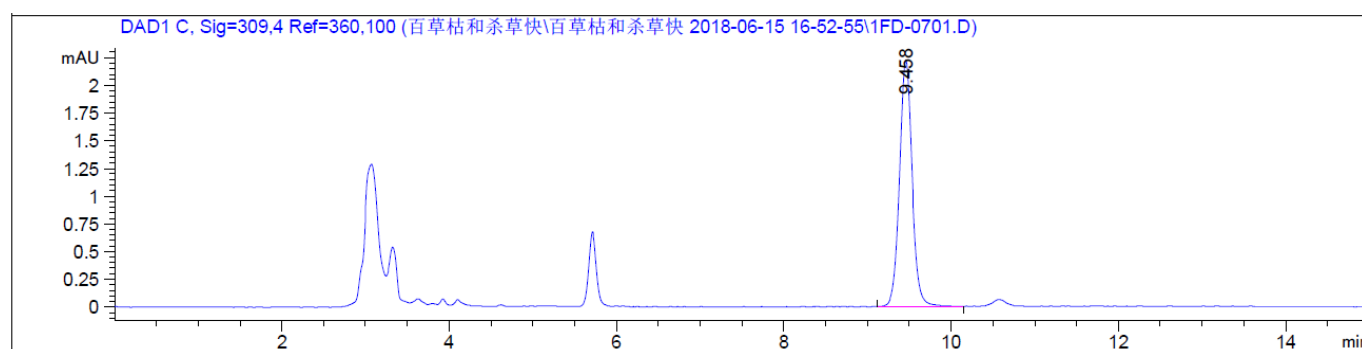


图 8 水加标 5µg/L 杀草快图谱

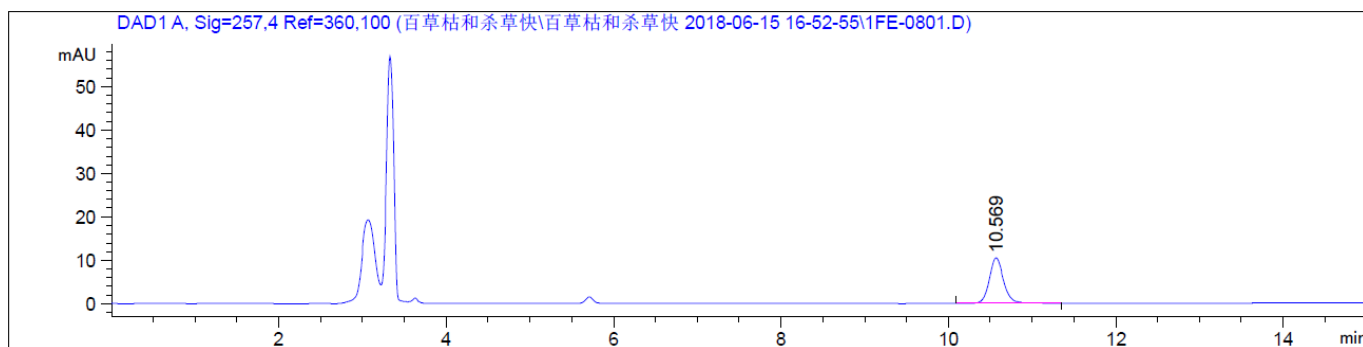


图 9 水加标 10µg/L 百草枯图谱

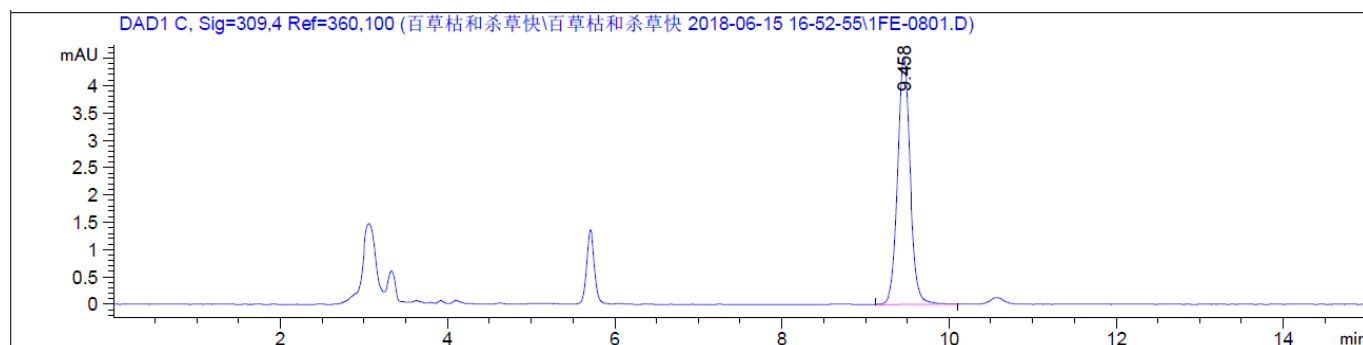


图 10 水加标 10µg/L 杀草快图谱

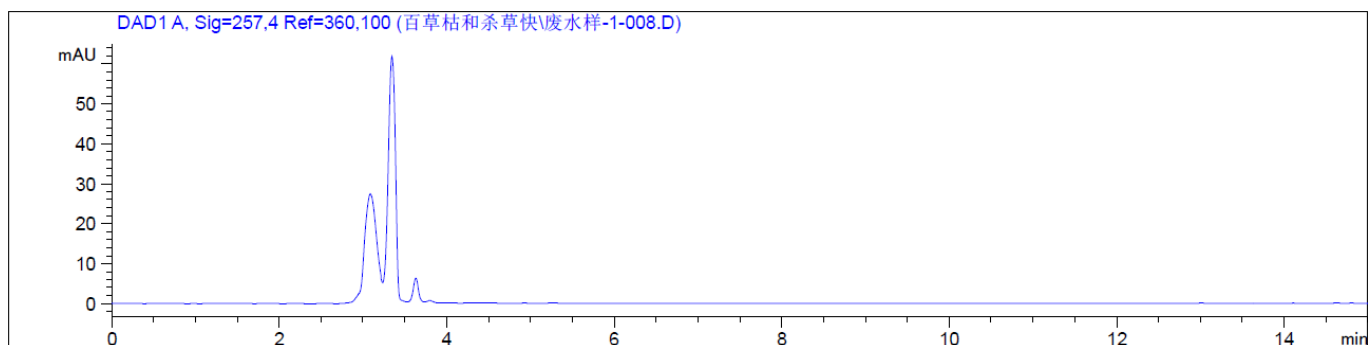


图 11 废水样百草枯图谱

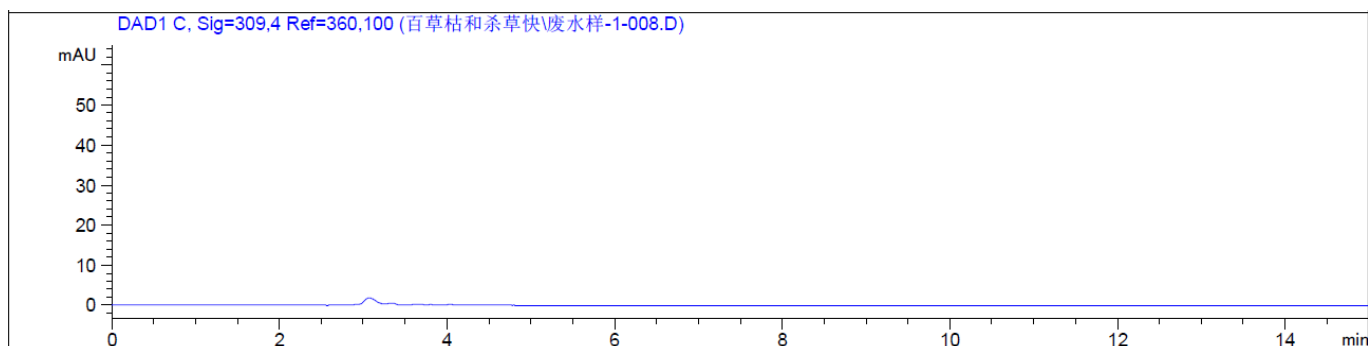


图 12 废水样杀草快图谱

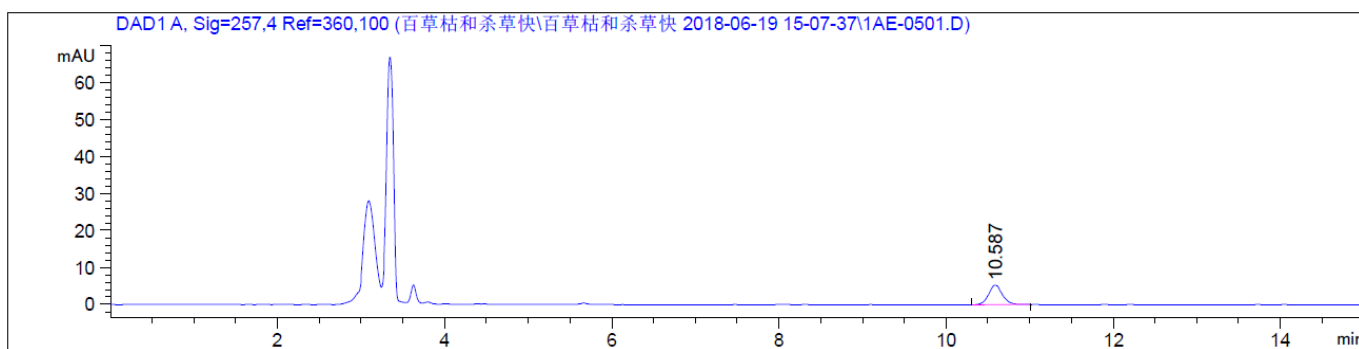


图 13 废水加标 5µg/L 百草枯图谱

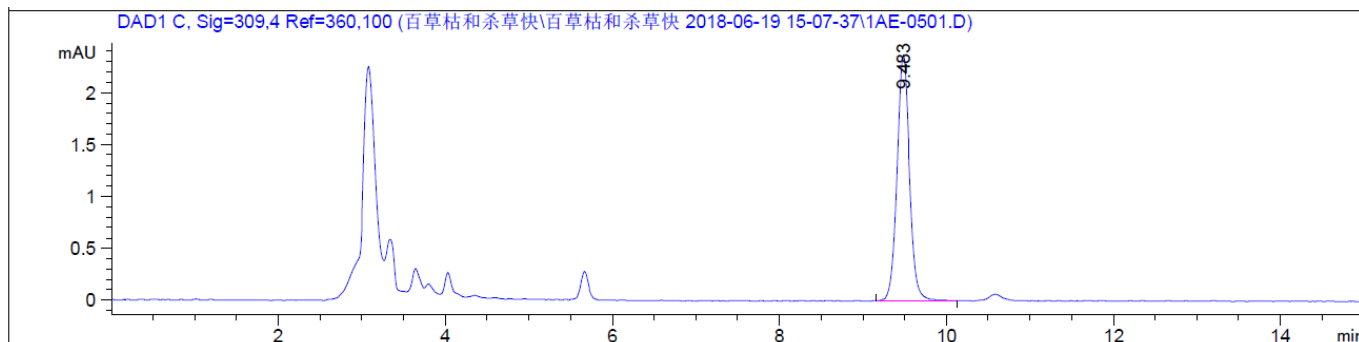


图 14 废水加标 5µg/L 杀草快图谱

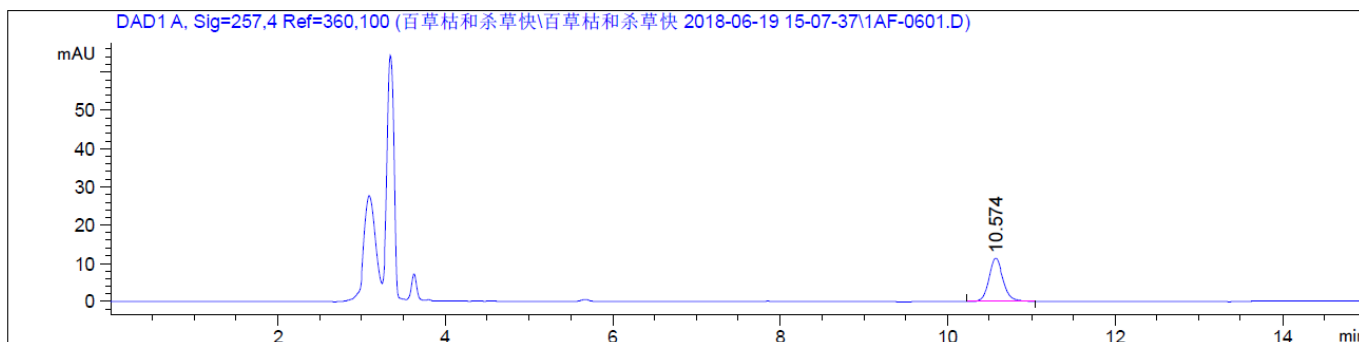


图 15 废水加标 10µg/L 百草枯图谱

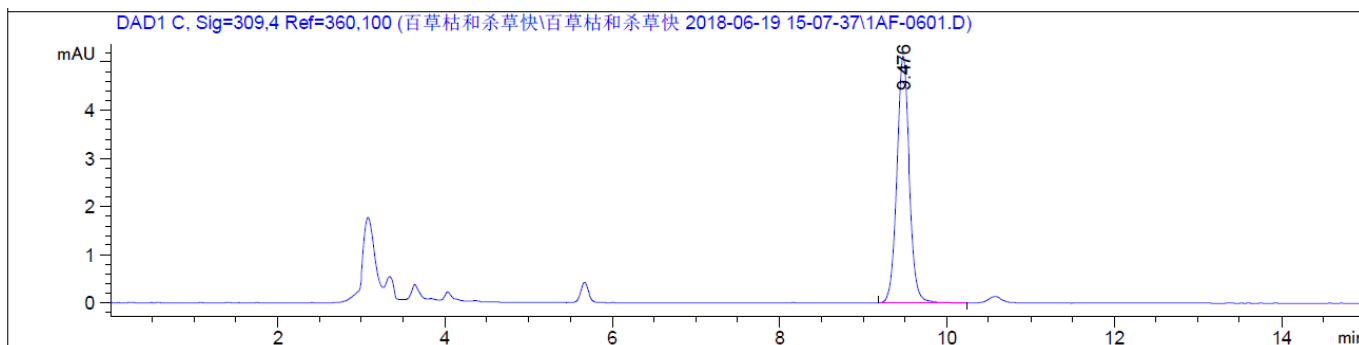


图 16 废水加标 10µg/L 杀草快图谱

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:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

表 1：加标回收率

名称	基质	加标水平 $\mu\text{g/L}$	平均回收率%	RSD% N=3	RT min
百草枯	水	5	90	3.14	10.5
		10	94.5	0.75	
	废水	5	89.5	3.95	
		10	91.5	0.77	
杀草快	水	5	86	4.93	9.4
		10	85.5	2.48	
	废水	5	85	4.99	
		10	84.5	0.84	

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00514-11043	Welchrom® WCX	150mg/6ml, 30pk
00000-30016	50mL 尖底离心管	50ml 螺口尖底离心管, 50 支/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
00200-31043	Ultimate® SiO ₂	4.6×250mm, 5 μm
00826-P003S100ANVC	百草枯标准品	CAS No.:1910-42-5,100 $\mu\text{g/ml}$ 于 乙腈,1.1ml
CA12960000	杀草快标准品	CAS No.:85-00-7, 纯品型, 有证书, 0.25g

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:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com