**中华人民共和国国家标准**

**GB11729－89**

**水源水中百菌清卫生标准**

**Hygienic standard for chlorothalonile**

**in drinking water sources**

1　主题内容与适用范围

　　本标准规定了水源水中百菌清的最高容许浓度。

　　本标准适用于生产和使用百菌清周围的生活饮用水源水，以及大面积喷洒百菌清森林地区的生活饮用水源水。

2　标准的限值

　　水源水中百菌清卫生标准（最高容许浓度）为0.01mg/L。

3　监测检验方法

　　本标准采用气相色谱法监测水源水中百菌清，见附录A（补充件）。

4　标准的监督执行

　　各级卫生防疫站或各级环境卫生监测站负责监督本标准的执行。

A1　原理

　　百菌清农药在一定的色谱条件下，保留值不变，而出峰高度与该样品中含量成正比，因此以保留值为定性指标，以峰高为定量依据，计算出样品中百菌清农药的含量。

A2　仪器

A2.1　100型气相色谱仪。

A2.2　氢焰离子化鉴定器。

A2.3　KD浓缩器。

A2.4　1.5cm具塞、具玻璃砂芯层析柱。

A3　试剂

A3.1　苯（分析纯）。

A3.2　环已烷（分析纯）。

A3.3　硅藻土。

A3.4　弗罗里硅土。

A3.5　中性氧化铝(60～80目)。

A3.6　无水硫酸钠。

A3.7　氟橡胶Ⅱ。

A3.8　1，2－丙二醇已二酸酯。

A3.9　上试101白色担体(60～80目)。

A3.10　百菌清纯品。

A4　采样

A4.1　采样用容器：5kg白色塑料壶。

A4.2　取水样5L。

A5　分析步骤

A5.1　样品萃取：取水样1L，于分液漏斗中，分两次提取，每次加入苯50mL，剧烈振摇150次，静置分层后，分出苯层，再于水层中加苯50mL，振摇150次，合并苯溶剂，于KD浓缩器中浓缩至约10mL，再进行纯化处理，如无浑浊现象，可继续浓缩至1mL。

A5.2　纯化：将浓缩至约10mL萃取液，倒入装有吸附剂的层析柱中（柱中自下而上依次装入硫酸钠2cm，中性氧化铝2cm，弗罗里硅土2cm，酸性硅藻土［硫酸：发烟硫酸：硅藻土＝1:1:7(V:V:W)]2cm，无水硫酸钠2cm，并用淋洗剂（苯：环已烷＝8:2）淋洗后使用）。待萃取液液面降至上层无水硫酸钠层时，再用100mL淋洗剂分三次淋洗，收集淋洗液，同置于KD浓缩器中浓缩定容至1mL。

A5.3　气相色谱分析

A5.3.1　填充色谱柱：采用1m不锈钢柱，内填充经分层涂布的上试101白色担体［第一层为5%(W/W)的氟橡胶Ⅱ丙酮溶液，第二层为4%1，2－丙二醇已二酸酯丙酮溶液］。装柱后于层析室温度180°C老化处理8h后使用。

A5.3.2　色谱条件：层析室温度170±1°C，检测室温度250±5°C，汽化温度280±10°C，出口温度280±10°C，氮气流速50mL/min，氢气流速120mL/min，氧气流速300mL/min，仪器灵敏度1000，走纸速度0.5cm/min，电流195mA。

A5.3.3　进样：以10μL，同时记录保留时间、出峰高度(mm)。待样品峰出完后（约需13min），再进百菌清标准溶液1μL（此液1μL相当于0.1μg百菌清），记录保留时间和峰高。

A6　计算公式

　　Ax=H样／H标×C标×V标×V定容量／V进样量×1/V　　　　　　(A1)

式中：Ax——样品中百菌清含量，mg/L；

　　　C标——百菌清标准液浓度，μg/μL；

　　　V标——百菌清标准液进样量，μL；

　　　H样——样品峰高，mm；

　　　H标——标准峰高，mm；

　　　V定容量——样品定容体积，μL；

　　　V进样量——样品进样量，μL；

　　　V——取水样体积，mL。

A7　注意事项

A7.1　灵敏度：本法测定百菌清的最低检出下限为1×10-7g。地面水最低检出量为0.003mg/L。

A7.2　方法的回收率：为了研究该分析方法的准确性，曾多次进行了回收试验，回收率均在90%～103%。

A7.3　根据文献报导，百菌清农药在苯溶剂中，受阳光直接照射可发生光分解作用，所以采用苯进行萃取和纯化样品时，应避免阳光直接照射，并及时进行分析。

A7.4　植物、土壤样品可按1:10(W/V)比例用苯浸渍24h，浓缩至约10mL后，按A5.2以后步骤进行操作。

A7.5　鱼肉、动物组织、粪、尿等生物材料样品，可取样2～5g，加入混合酸（硫酸：硝酸：高氯酸＝3:6:1)15mL，于水浴中消化16h，再加入100mL苯进行萃取两次，弃去酸溶液层，苯溶剂浓缩至10mL后，按A5.2以后的步骤操作。