iICS 13.060.30
Z 50

中华人民共和国国家标准

GB 21523—2008

杂环类农药工业水污染物排放标准

Effluent Standards of Pollutants for Heterocyclic Pesticides Industry

2008-04-02 发布　　2008-07-01 实施

环境保护部 发布

国家质量监督检验检疫总局

目 次

前　言 II
1．适用范围 3
2．规范性引用文件 3
3．术语和定义 4
4．水污染物排放控制要求 5
5　监测要求 11
6．标准的实施与监督 12
附录A（规范性附录）废水中吡虫啉农药的测定　液相色谱分析法 13
附录B（规范性附录）废水中咪唑烷的测定　气相色谱分析法 15
附录C（规范性附录）废水中三唑酮的测定　气相色谱分析法 18
附录D（规范性附录）废水中多菌灵的测定　气相色谱分析法 21
附录E（规范性附录）废水中百草枯离子的测定　液相色谱分析法 23
附录F（规范性附录）废水中2,2':6',2''-三联吡啶的测定　气相色谱-质谱分析法 26
附录G（规范性附录）废水中莠去津的测定　气相色谱分析法 29
附录H（规范性附录）废水中对氯苯酚的测定　液相色谱分析法 32
附录I（规范性附录）废水中氟虫腈的测定　气相色谱分析法 34

前　言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》、 中华人民共和国水污染防治法》和《国务院关于落实科学发展观　加强环境保护的决定》，加强对农药工业污染物的产生和排放控制，促进农药工业技术进步，改善环境质量，保障人体健康，制定本标准。

本标准以杂环类农药工业清洁生产工艺及治理技术为依据，结合污染物的生态影响，规定了杂环类农药吡虫啉、三唑酮、多菌灵、百草枯、莠去津、氟虫腈原药生产过程中污染物排放的控制项目、排放限值，适用于杂环类农药吡虫啉、三唑酮、多菌灵、百草枯、莠去津、氟虫腈原药生产企业水污染物排放管理。

为促进地区经济与环境协调发展，推动经济结构的调整和经济增长方式的转变，引导工业生产工艺和污染治理技术的发展方向，本标准规定了水污染物特别排放限值。

杂环类农药工业企业排放大气污染物（含恶臭污染物）、环境噪声适用相应的国家污染物排放标准，产生固体废物的鉴别、处理和处置适用国家固体废物污染物控制标准。

自本标准实施之日起，杂环类农药吡虫啉、三唑酮、多菌灵、百草枯、莠去津、氟虫腈原药生产企业水污染物排放按本标准执行，不再执行《污水综合排放标准》(GB8978-1996)。除上述六种原药以外的其他杂环类农药生产企业水污染物排放仍执行《污水综合排放标准》(GB8978-1996)。

本标准附录 A～附录 J 为规范性附录。

本标准为首次发布。

按照有关法律规定，本标准具有强制执行的效力。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准起草单位：环境保护部南京环境科学研究所、沈阳化工研究院。

本标准环境保护部 2008 年 3 月 17 日批准。

本标准自 2008 年 7 月 1 日实施。

本标准由环境保护部解释。

杂环类农药工业水污染物排放标准

1．适用范围

本标准规定了杂环类农药吡虫啉、三唑酮、多菌灵、百草枯、莠去津、氟虫腈原药生产过程中水污染物排放限值。

本标准适用于吡虫啉、三唑酮、多菌灵、百草枯、莠去津、氟虫腈原药生产企业的污染物排放控制和管理，以及建设项目的环境影响评价、建设项目环境保护设施设计、竣工验收及其运营期的排放管理。

本标准同时适用于环保行政主管部门对生产企业的污染物排放进行监督管理。

本标准只适用于法律允许的水污染物排放行为。新设立的杂环类农药工业企业的选址和特殊保护区域内现有污染源的管理，按照《中华人民共和国水污染防治法》、 中华人民共和国海洋环境保护法》和《中华人民共和国环境影响评价法》等法律的相关规定执行。

本标准规定的水污染物排放控制要求适用于企业向地表水体的排放行为。莠去津、氟虫腈排放浓度限值也适用于向设置污水处理厂的城镇排水系统排放；现有企业向设置污水处理厂的城镇排水系统排放其他水污染物时，其排放控制要求由杂环类农药工业企业与城镇污水处理厂根据其污水处理能力商定或执行相关标准，并报当地环境保护主管部门备案；建设项目拟向设置污水处理厂的城镇污水排水系统排放水污染物时，其排放控制要求由建设单位与城镇污水处理厂商定或执行相关标准，由依法具有审批权的环境保护主管部门批准。

2．规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB 6920-86	水质　pH 值的测定　玻璃电极法
GB 7478-87	水质　铵的测定　蒸馏和滴定法
GB 7479-87	水质　铵的测定　纳氏试剂比色法
GB 7483-87	水质　氟化物的测定　氟试剂分光光度法
GB 7484-87	水质　氟化物的测定　离子选择电极法
GB 7486-87	水质　氰化物的测定　第一部分　总氰化物的测定
GB 11889-89	水质　苯胺类的测定　N-（1-萘基）乙二胺偶氮分光光度法
GB 11890-89	水质　苯系物的测定　气相色谱法
GB 11893-89	水质　总磷的测定　钼酸铵分光光度法
GB 11894-89	水质　总氮的测定　碱性过硫酸钾消解分光光度法
GB 11901-89	水质　悬浮物的测定　重量法
GB 11903-89	水质　色度的测定
GB 11914-89	水质　化学需氧量的测定　重铬酸盐法
GB 13197-91	水质　甲醛的测定　乙酰丙酮分光光度法

GB/T14672-93	水质　吡啶的测定　气相色谱法
GB/T 15959-1995	水质　可吸附有机卤素（AOX）的测定　微库伦法
HJ/T 70-2001	高氯废水　化学需氧量的测定　氯气校正法
HJ/T 132-2003	高氯废水　化学需氧量的测定　碘化钾碱性高锰酸钾法

《污染源自动监控管理办法》（国家环境保护总局令第 28 号）

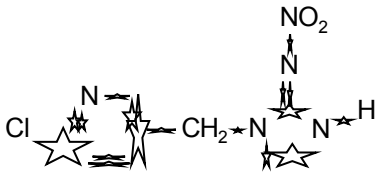
《环境监测管理方法》（国家环境保护总局令第 39 号）

3．术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

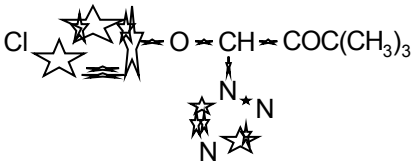
3.1 吡虫啉

中文通用名：吡虫啉，英文通用名：imidacloprid，其他名称：咪蚜胺、蚜虱净，化学名：1-[（6-氯-吡啶）甲基]-4，5-二氢-N-硝基-1-氢咪唑-2-胺，分子式：$C_9H_{10}ClN_5O_2$ ，分子量 255.7。CAS 号：138261-41-3，化学结构：



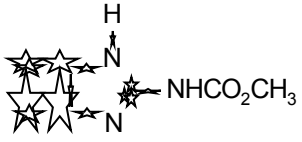
3.2 三唑酮

中文通用名：三唑酮，英文通用名：triadimefon，其他名称：百里通、粉锈宁，化学名：1-(4-氯苯氧基)-3,3-二甲基-1-(1,2,4-三唑-1-基)-2-丁酮，分子式：$C_{14}H_{16}ClN_3O_2$，分子量293.8。CAS 号：43121-43-3，化学结构式：



3.3 多菌灵

中文通用名：多菌灵，英文通用名：carbendazim， 其他名称：苯骈咪唑 44 号、棉萎灵。化学名称：苯骈咪唑-2-氨基甲酸甲酯，分子式：$C_9H_9N_3O_2$，分子量 191.2。CAS 号：10605-21-7，化学结构式：



3.4 百草枯

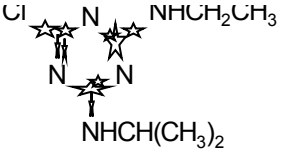
中文通用名：百草枯，英文通用名：paraquat，其他名称：克芜踪、对草快。化学名称：1,1’-二甲

基-4,4’-联吡啶阳离子盐，分子式：$C_{12}H_{14}Cl_2N_2$，分子量 257.2。CAS 号：1910-42-5，化学结构式：



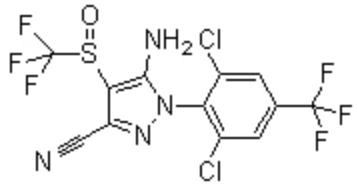
3.5 莠去津

中文通用名：莠去津，英文通用名：atrazine，其他名称：阿特拉津、莠去尽、园保净。化学名称：2-氯-4-乙胺基-6-异丙胺基-1，3，5-三嗪，分子式：$C_8H_{14}ClN_5$，分子量 215.7。CAS 号：1912-24-9，化学结构式：



3.6 氟虫腈

中文通用名：氟虫腈，英文通用名：fipronil，其他名称：锐劲特。化学名称：(RS)-5-氨基-1-(2,6-二氯-a,a,a-三氟-对-甲苯基)-4-三氟甲基亚磺酰基吡唑-3-腈，分子式：$C_{12}H_4Cl_2F_6N_4OS$，分子量 437.2。CAS 号：120068-37-3，化学结构式：



3.7 现有企业

本标准实施之日前建成投产或环境影响评价文件已通过审批的杂环类(吡虫啉、三唑酮、多菌灵、百草枯、莠去津、氟虫腈)原药生产企业或生产设施。

3.8 新建企业

本标准实施之日起环境影响评价文件通过审批的新、改、扩建的杂环类(吡虫啉、三唑酮、多菌灵、百草枯、莠去津、氟虫腈)原药生产建设项目。

3.9 排水量

指生产设施或企业排放到企业法定边界外的废水量。包括与生产有直接或间接关系的各种外排废水（含厂区生活污水、冷却废水、厂区锅炉和电站废水等）。

3.10 单位产品基准排水量

指用于核定水污染物排放浓度而规定的生产单位农药产品的废水排放量上限值。

4．水污染物排放控制要求

4.1 排放限值

4.1.1 现有企业自 2008 年 7 月 1 日起执行表 1 规定的水污染物排放浓度限值。

4.1.2 现有企业自 2009 年 7 月 1 日起执行表 2 规定的水污染物排放浓度限值。

4.1.3 新建企业自 2008 年 7 月 1 日起执行表 2 规定的水污染物排放浓度限值。

单位：mg/L（污染物排放浓度除外）

序号	污染物项目	排放浓度限值						污染物排放监控位置
		吡虫啉原药生产企业	三唑酮原药生产企业	多菌灵原药生产企业	百草枯原药生产企业	莠去津原药生产企业	氟虫腈原药生产企业	
1	pH 值	6~9	6~9	6~9	6~9	6~9	6~9	企业废水处理设施总排放口
2	色度(稀释倍数)	50	50	50	50	50	50	
3	悬浮物	70	70	70	70	70	70	
4	化学需氧量(COD_{Cr})	150	150	150	150	150	100	
5	氨氮	15	15	15	15	15	15	
6	总氰化合物	-	-	-	0.5	-	0.5	企业废水处理设施总排放口
7	氟化物	-	-	-	-	-	10	
8	甲醛	-	-	-	--	-	1.0	
9	甲苯	-	-	-	-	-	0.1	
10	氯苯	-	-	-	-	-	0.2	
11	可吸附有机卤化物（AOX）	-	-	-	-	-	1.0	企业废水处理设施总排放口
12	苯胺类	-	-	-	-	-	1.0	
13	2-氯-5-氯甲基吡啶	5	-	-	-	-	-	
14	咪唑烷	15	-	-	-	-	-	
15	吡虫啉	10	-	-	-	-	-	
16	三唑酮	-	5	-	-	-	-	企业废水处理设施总排放口
17	对氯苯酚	-	1	-	-	-	-	
18	多菌灵	-	-	5	-	-	-	
19	邻苯二胺	-	-	3	-	-	-	
20	吡啶	-	-	-	5	-	-	

1 现有企业水污染物排放限值

6

表 2 新建企业水污染物排放限值

序号	污染物项目	排放浓度限值						污染物排放监控位置
		吡虫啉原药生产企业	三唑酮原药生产企业	多菌灵原药生产企业	百草枯原药生产企业	莠去津原药生产企业	氟虫腈原药生产企业	
21	百草枯离子	-	-	-	0.1	-	-	企业废水处理设施总排放口
22	2,2':6',2''-三联吡啶	-	-	-	不得检出 1)	-	-	
23	莠去津	-	-	-	-	5	-	生产设施或车间排放口
24	氟虫腈	-	-	-	-	-	0.05	生产设施或车间排放口
单位产品基准排水量 (m^3/t 产品)		200	25	150	30	40	230	排水量计量位置与污染物排放监控位置相同
1） 2,2':6',2''-三联吡啶检出限：0.08mg/L。								

单位：mg/L（pH 值除外）

序号	污染物项目	排放浓度限值						污染物排放监控位置
		吡虫啉原药生产企业	三唑酮原药生产企业	多菌灵原药生产企业	百草枯原药生产企业	莠去津原药生产企业	氟虫腈原药生产企业	
1	pH 值	6~9	6~9	6~9	6~9	6~9	6~9	企业废水处理设施总排放口
2	色度 (稀释倍数)	30	30	30	30	30	30	
3	悬浮物	50	50	50	50	50	50	
4	化学需氧量 (COD_{Cr})	100	100	100	100	100	100	
5	氨氮	10	10	10	10	10	10	
6	总氰化合物	-	-	-	0.4	-	0.5	企业废水处理设施总排放口
7	氟化物	-	-	-	-	-	10	
8	甲醛	-	-	-	--	-	1.0	
9	甲苯	-	-	-	-	-	0.1	
10	氯苯	-	-	-	-	-	0.2	

序号	污染物项目	排放浓度限值						污染物排放监控位置
		吡虫啉原药生产企业	三唑酮原药生产企业	多菌灵原药生产企业	百草枯原药生产企业	莠去津原药生产企业	氟虫腈原药生产企业	
11	可吸附有机卤化物（AOX）	–	–	–	–	–	1.0	企业废水处理设施总排放口
12	苯胺类	–	–	–	–		1.0	
13	2-氯-5-氯甲基吡啶	2	-	-	-	-	-	
14	咪唑烷	10	-	-	-	-		
15	吡虫啉	5	-	-	-	-	-	企业废水处理设施总排放口
16	三唑酮	-	2	-	-	-	-	
17	对氯苯酚	-	0.5	-	-	-	-	
18	多菌灵	-	-	2	-	-	-	
19	邻苯二胺	-	-	2	-	-	-	
20	吡啶	-	-	-	2	-	-	
21	百草枯离子	-	-	-	0.03	-	-	
22	2,2':6',2''-三联吡啶	-	-	-	不得检出 1)	-	-	
23	莠去津	-	-	-	-	3	-	生产设施或车间排放口
24	氟虫腈	-	-	-	-	-	0.04	生产设施或车间排放口
单位产品基准排水量 (m^3/t 产品)		150	20	120	18	20	200	排水量计量位置与污染物排放监控位置相同

1）2,2':6',2''-三联吡啶检出限：0.08mg/L。

工业现有企业和新建企业执行表 3 规定的水污染物特别排放限值。

4.1.4 根据环境保护工作的要求，在国土开发密度已经较高、环境承载能力开始减弱，或环境容量较小、生态环境脆弱，容易发生严重环境污染问题而需要采取特别保护措施的地区，应严格控制企业的污染物排放行为，在上述地区的杂环类农药

表 3 水污染物特别排放限值

单位：mg/L（污染物排放监控位置为pH值、色度除外）

序号	污染源项目	排放浓度限值						污染物排放监控位置
		吡虫啉原药生产企业	三唑酮原药生产企业	多菌灵原药生产企业	百草枯原药生产企业	莠去津原药生产企业	氟虫腈原药生产企业	
1	pH值	6~9	6~9	6~9	6~9	6~9	6~9	企业废水处理设施总排放口
2	色度（稀释倍数）	20	20	20	20	20	20	
3	悬浮物	30	30	30	30	30	30	
4	化学需氧量（COD_{Cr}）	80	80	80	80	80	80	
5	总磷	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	企业废水处理设施总排放口
6	总氮	15	15	15	15	15	15	
7	氨氮	5	5	5	5	5	5	
8	总氰化合物	-	-	-	0.2	-	0.2	
9	氟化物	-	-	-	-	-	5	
10	甲醛	-	-	-	--	-	0.5	
11	甲苯	-	-	-	-	-	0.06	企业废水处理设施总排放口
12	氯苯	-	-	-	-	-	0.1	
13	可吸附有机卤化物（AOX）	-	-	-	-	-	0.5	
14	苯胺类	-	-	-	-	-	0.5	
15	2-氯-5-氯甲基吡啶	1	-	-	-	-	-	
16	咪唑烷	5	-	-	-	-	-	企业废水处理设施总排放口
17	吡虫啉	3	-	-	-		-	
18	三唑酮	-	1	-	-	-	-	
19	对氯苯酚	-	0.3	-	-	-	-	
20	多菌灵	-	-	1	-	-	-	
21	邻苯二胺	-	-	1	-	-	-	企业废水处理设施

序号	污染源项目	排放浓度限值						污染物排放监控位置
		吡虫啉原药生产企业	三唑酮原药生产企业	多菌灵原药生产企业	百草枯原药生产企业	莠去津原药生产企业	氟虫腈原药生产企业	
22	吡啶	-	-	-	1	-	-	
23	百草枯离子	-	-	-	0.01	-	-	
24	2,2’:6’,2’’-三联吡啶	-	-	-	不得检出 1)	-	-	
25	莠去津	-	-	-	-	1	-	生产设施或车间排放口
26	氟虫腈	-	-	-	-	-	0．01	生产设施或车间排放口
单位产品基准排水量（m^3/t 产品）		150	20	120	18	20	100	排水量计量位置与污染物排放监控位置相同

1）2,2’:6’,2’’-三联吡啶检出限：0.08mg/L。

4.2 基准水量排放浓度的换算

4.2.1 水污染物排放浓度限值适用于单位产品实际排水量不高于单位产品基准排水量的情况。若单位产品实际排水量超过单位产品基准排水量，应按污染物单位产品基准排水量将实测水污染物浓度换算为水污染物基准水量排放浓度，并以水污染物基准水量排放浓度作为判定排放是否达标的依据。产品产量和排水量统计周期为一个工作日。

4.2.2 在企业的生产设施同时生产两种以上产品、可适用不同排放控制要求或不同行业国家污染物排放标准，且生产设施产生的废水混合处理排放的情况下，应执行排放标准中规定的最严格的浓度限值，并按（1）式换算水污染物基准水量排放浓度：

$$C_{基} = \frac{Q_{总}}{\sum Y_i \times Q_{i基}} \times C_{实} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

$C_{基}$—水污染物基准水量排放浓度（mg/L）

$Q_{总}$—排水总量（吨）

Y_i— 某产品产量（吨）

$Q_{i基}$—某产品的单位产品基准排水量（吨/吨）

$C_{实}$—实测水污染物浓度（mg/L）

若 Q 总与 $\Sigma Yi \times Qi_{基}$的比值小于 1，则以水污染物实测浓度作为判定排放是否达标的依据。

4.3 生产过程中的水污染控制要求

4.3.1 对各工段产生的废水应分别进行集中处理。

4.3.2 严格实施“清污分流”，对废水贮池、管网进行防腐、防渗漏处理，避免废水渗漏到清下水管网中；加强管理，增加集水池，杜绝地面冲洗水、设备冲洗水进入清水沟，把这类废水引入稀废水收集池。

4.3.3 在蒸馏后的产品抽滤操作过程中应采取有效措施控制产品流失,以减少悬浮物的产生量，提高产品回收率。

4.3.4 莠去津生产过程产生的废水应在储池中停留 7 天以上，以沉降悬浮物。

5．监测要求

5.1 对企业排放废水采样应根据监测污染物的种类，在规定的污染物排放监控位置进行。在污染物排放监控位置须设置排污口标志。

5.2 新建企业应按照《污染源自动监控管理办法》的规定，安装污染物排放自动监控设备，并与环保部门监控设备联网，并保证设备正常运行。各地现有企业安装污染物排放自动监控设备的要求由省级环境保护主管部门规定。

5.3 对企业污染物排放情况进行监测的频次、采样时间等要求，按国家有关污染源监测技术规范的规定执行。

5.4 企业产品产量的核定，以法定报表为依据。

5.5 企业须按照有关法律和《环境监测管理方法》的规定，对排污状况进行监测，并保存原始监测纪录。

5.6 对企业排放水污染物浓度的测定采用表 4 所列的方法标准。

表 4 水污染物项目分析方法

序号	污染物项目	分析方法标准名称	标准编号
1	pH 值	水质 pH 值的测定 玻璃电极法	GB6920-1986
2	化学需氧量	水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法[1)]	GB11914-1989
		高氯废水 化学需氧量的测定 氯气校正法	HJ/T70-2001
		高氯废水 化学需氧量的测定 碘化钾碱性高锰酸钾法	HJ/T132-2003
3	悬浮物	水质 悬浮物的测定 重量法	GB11901-1989
4	色度	水质 色度的测定	GB11903-1989
5	氨氮	水质 铵的测定 蒸馏和滴定法	GB7478-1987
		水质 铵的测定 纳氏试剂比色法	GB7479-1987
6	总磷	水质 总磷的测定 钼酸铵分光光度法	GB11893-1989
7	总氮	水质 总氮的测定 碱性过硫酸钾消解分光光度法	GB11894-1989
8	2-氯-5-氯甲基吡啶	水质 吡啶的测定 气相色谱法	GB/T 14672-1993
9	吡虫啉	废水中吡虫啉农药的测定 液相色谱法	附录 A

序号	污染物项目	分析方法标准名称	标准编号
10	咪唑烷	废水中咪唑烷的测定　气相色谱法	附录 B
11	三唑酮	废水中三唑酮的测定　气相色谱法	附录 C
12	对氯苯酚	废水中对氯苯酚的测定　液相色谱法	附录 H
13	多菌灵	废水中多菌灵的测定　气相色谱法	附录 D
14	邻苯二胺	水质　苯胺类的测定　N-（1-萘基）乙二胺偶氮分光光度法	GB 11889-1989
15	总氰化物	水质　氰化物的测定　第一部分　总氰化物的测定	GB 7486-1987
16	吡啶	水质　吡啶的测定　气相色谱法	GB/T14672-1993
17	百草枯离子	废水中百草枯离子的测定　液相色谱法	附录 E
18	2,2’:6’,2’’-三联吡啶	废水中 2,2':6',2''-三联吡啶的测定　气相色谱-质谱法	附录 F
19	莠去津	废水中莠去津的测定　气相色谱法	附录 G
20	甲醛	水质　甲醛的测定	GB 13197-1991
21	甲苯	水质　苯系物的测定　气相色谱法	GB 11890-1989
22	氯苯	水质　苯系物的测定　气相色谱法	GB 11890-1989
23	氟化物	水质　氟化物的测定　氟试剂分光光度法	GB7483-1987
		水质　氟化物的测定　离子选择电极法	GB7484-1987
24	可吸附有机卤素（AOX）	水质　可吸附有机卤素（AOX）的测定　微库仑法	GB/T15959-1995
25	氟虫腈	废水中氟虫腈的测定　气相色谱法	附录 I

1)测定莠去津生产废水样品时，注意下列事项：

a. 不经稀释直接测试的水样(COD_{Cr}值在 700mg/L 以下的)，在重铬酸钾加入量为 5.0mL、10.0mL 时，取样量分别不得低于 10.0mL、20.0mL；

b. 取样量为 10.0mL、20.0mL 时硫酸汞加入量分别为 1.5g、3.0g。

6．标准实施与监督

6.1 本标准由县级以上人民政府环境保护行政主管部门负责监督实施。

6.2 在任何情况下，企业均应遵守本标准规定的污染物排放控制要求，采取必要措施保证污染防治设施正常运行。各级环保部门在对企业进行监督性检查时，可以现场即时采样或监测的结果，作为判定排污行为是否符合排放标准以及实施相关环境保护管理措施的依据。在发现企业耗水或排水量有异常变化的情况下，应核定企业的实际产品产量和排水量，按本标准的规定，换算水污染物基准水量排放浓度。

6.3 执行水污染物特别排放限值的地域范围、时间，由国务院环境保护主管部门或省级人民政府规定。

附 录 A

(规范性附录)

废水中吡虫啉农药的测定　液相色谱法

A.1 方法原理

吡虫啉的测定采用液相色谱分析法。液相色谱分离系统由两相——固定相和流动相组成。固定相可以是吸附剂、化学键合固定相（或在惰性载体表面涂上一层液膜）、离子交换树脂或多孔性凝胶；流动相是各种溶剂。被分离混合物由流动相液体推动进入色谱柱，根据各组分在固定相及流动相中的吸附能力、分配系数、离子交换作用或分子尺寸大小的差异进行分离。分离后的组分依次流入检测器的流通池，检测器把各组分浓度转变成电信号，经过放大，用记录器记录下来就得到色谱图。色谱图是定性、定量分析的依据。

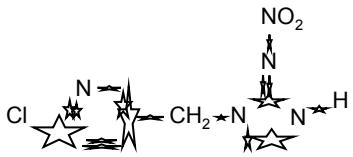
取一定体积含吡虫啉的废水，用微孔过滤器过滤，以甲醇-水溶液为流动相，以 5μm C_{18} 填料为固定相的色谱柱和紫外检测器，对废水中的吡虫啉进行液相色谱分离和测定。

A.2 适用范围

本方法可用于工业废水中吡虫啉含量测定。仪器最小检出量(以 S/N=3 计)为 $5.0\text{-}10^{-10}$g，方法最低测定浓度为 0.1mg/L。

A.3 试剂

标准品，吡虫啉(>99.0%)，化学结构式：



甲醇，HPLC 级；

超纯水，电导>10□s。

A.4 仪器设备

液相色谱仪：配置 UV 检测器和色谱数据处理系统；

针头式过滤器滤膜孔径：0.45□m；

色谱柱：4.6×250mm C_{18} 柱。

A.5 测定步骤

A.5.1 农药标准溶液的配制

称取吡虫啉标样 0.01g(精确到 0.0001g)，置于 100mL 容量瓶中，用甲醇溶解并定容，摇匀；准确吸取 2.00mL 上述溶液，于另一个 100mL 容量瓶中，加甲醇稀释并定容，摇匀，制得 2.00mg/L 吡虫啉标准溶液。

A.5.2 试样溶液的制备

取一定量的废水样，经针头式过滤器过滤后，直接进液相色谱测定。若废水样中吡虫啉浓度较高，

可经甲醇稀释一定倍数后，待 HPLC 测定。

A.5.3 **测定**

1)液相色谱测定条件

流动相：甲醇+水=60+40；

流速：0.40mL/min；

柱温：室温(±2°C)；

检测波长：270nm；

进样量：50□L；

保留时间：约 8.2min。

典型色谱图见图 A.1。

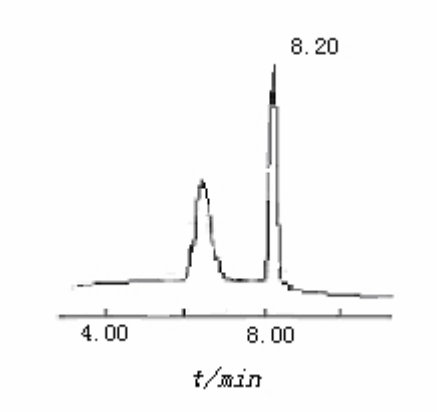


图 A.1 吡虫啉液相色谱图

2) 色谱分析

在上述色谱条件下，待仪器稳定后，连续进标样溶液数次，直至相邻两次吡虫啉峰面积相对变化小于 5%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样分析。

A.6 **计算**

将测得的试样溶液以及试样前后标样溶液中吡虫啉的峰面积分别进行平均。

废水试样中吡虫啉的浓度 c(mg/L)按式(A.1)计算：

$$c=A_1 \times c_0 / A_0 - D \quad \cdots\cdots(A.1)$$

式中：

A_1——试样溶液中吡虫啉峰面积的平均值；

A_0——标样溶液中吡虫啉峰面积的平均值；

c_0——标样溶液中吡虫啉的浓度(mg/L)；

D——稀释倍数。

两次平行测定结果之差，应不大于 5%，取其算术平均值作为测定结果。

A.7 **方法的精密度和准确度**

对添加吡虫啉浓度为 0.50mg/L~10.0mg/L 的试样进行重复测定，相对标准偏差为 1.7%~3.5%、添加回收率为 94.5%~98.9%。

附录 B
(规范性附录)
废水中咪唑烷的测定　气相色谱法

B.1 方法原理

咪唑烷的测定采用气相色谱分析法。气相色谱分析法是以惰性气体作为流动相，利用试样中各组分在色谱柱中的气相和固定相间的分配系数不同进行分离。汽化后的试样被载气带入色谱柱中运行时，组分就在其中的两相间进行反复多次的分配（吸附－脱附－放出），由于固定相对各种组分的吸附能力不同（即保留作用不同），各组份在色谱柱中的运行速度就不同，经过一定的柱长后，便彼此分离，顺序进入检测器，产生的离子流信号经放大后，在记录器上形成各组分的色谱峰，根据色谱峰进行定性定量测定。

取一定体积含咪唑烷的废水，经丙酮稀释、无水硫酸钠干燥，丙酮定容后，使用壁涂 DB-5(5%苯基甲基硅酮固定相)毛细管色谱柱和氮磷检测器，对废水中的咪唑烷进行气相色谱分离和测定。

B.2 适用范围

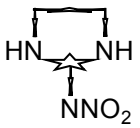
本方法可用于工业废水中咪唑烷含量的测定。仪器最小检出量(以 S/N=3 计)$2.0\cdot10^{-10}$g，方法最低测定浓度 0.2mg/L。

B.3 仪器设备

气相色谱仪：配置 NP 检测器和色谱数据处理系统；
分析天平：精度±0.0001g；
色谱柱：-石英毛细管柱，10m-0.53mm，膜厚 2.65□m，固定相 5%苯基甲基硅酮；
氮吹仪。

B.4 试剂

标准品：咪唑烷(>95.%)，化学结构式：



丙酮，分析纯、重蒸一次；
无水硫酸钠，分析纯。

B.5 测定步骤

B.5.1 标准溶液的配制

称取咪唑烷标准品 0.01g(精确到 0.0001g)，于 100mL 容量瓶中，用丙酮溶解并定容，摇匀；准确吸取 2.00mL 上述溶液，于另一个 100mL 容量瓶中，加丙酮稀释并定容，摇匀，制得 2.00mg/L 咪唑烷标准溶液。

B.5.2 试样溶液的制备

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：https://d.book118.com/248070114135006106