

## 水质-硝基苯类化合物的测定 HJ 648-2013

### 1.适用范围

适用于地表水、地下水、工业废水、生活污水、海水中 15 种硝基苯类化合物的测定

参考标准：《HJ 648-2013 水质 硝基苯类化合物的测定 液液萃取/固相萃取-气相色谱法》

### 2.溶液的配制

正己烷/丙酮（1/1）：量取 500mL 丙酮，500mL 正己烷，混合；

标准使用液：将 1mL 标准储备液（500&5000 mg/L）转移至 10mL 容量瓶中，用正己烷/丙酮定容至刻度。-18℃保存，浓度为 50&500 mg/L；

氢氧化钠溶液（0.1mol/L）：称取 4g 氢氧化钠，加入 1000mL 水，混匀；

盐酸溶液（20%）：将实验室使用的浓盐酸用适量的水稀释成 20%的浓度；

### 3.提取步骤

水样先用盐酸或氢氧化钠溶液调整 pH 为 7 左右，加入适量甲醇使甲醇浓度为 0.5%；

### 4.SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® BRP，规格：500 mg/6mL；

活化：5mL 正己烷，5mL 甲醇，5mL 水，弃去；

上样：100mL 待净化液上样，流速 5-10mL/min，弃去；

淋洗：20mL 水分两次淋洗上样瓶，弃去，真空抽干 10min（或用高纯氮气吹），使萃取柱干燥；

洗脱：10mL 正己烷/丙酮（1/1），流速 2mL/min，收集于 10mL 离心管中，抽干

干燥柱：月旭 Welchrom® Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>，1g/6mL；

洗脱液经无水硫酸钠柱干燥后收集于 10mL 容量瓶中，抽干，定容至 10mL。

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：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

## 5.注意事项

- 1) 整个上样、淋洗过程保持小柱湿润，保持小柱柱床上方至少有 1cm 高的液面；
- 2) 整个上样过程需保持流速稳定；
- 3) 若水样含有较高的悬浮物，应将水样先进行过滤，滤膜用 5mL 正己烷/丙酮萃取，萃取液经无水硫酸钠干燥柱脱水后与固相萃取洗脱液合并分析；
- 4) 加标水平：100mL 水样中，添加 0.05mL 50&500µg/L 标准使用液，得到加标水平为 25&250µg/L 最终定容到 10mL，机读数为 0.25&2.5mg/L。

## 6.色谱条件

|            |                                                                  |
|------------|------------------------------------------------------------------|
| 仪器型号       | Panna A91                                                        |
| 色谱柱        | WM-5, 30.0m×0.32mm×0.25µm                                        |
| 进样口温度      | 250℃                                                             |
| 检测器（ECD）温度 | 300℃                                                             |
| 载气         | N <sub>2</sub>                                                   |
| 进样方式       | 不分流                                                              |
| 载气流量       | 1.0mL/min                                                        |
| 进样量        | 2µL                                                              |
| 升温程序       | 60℃保持 2min, 12℃/min 升到 200℃, 保持 1min; 15℃/min 升到 280℃, 保持 10min; |

## 7.色谱图或者加标回收率结果

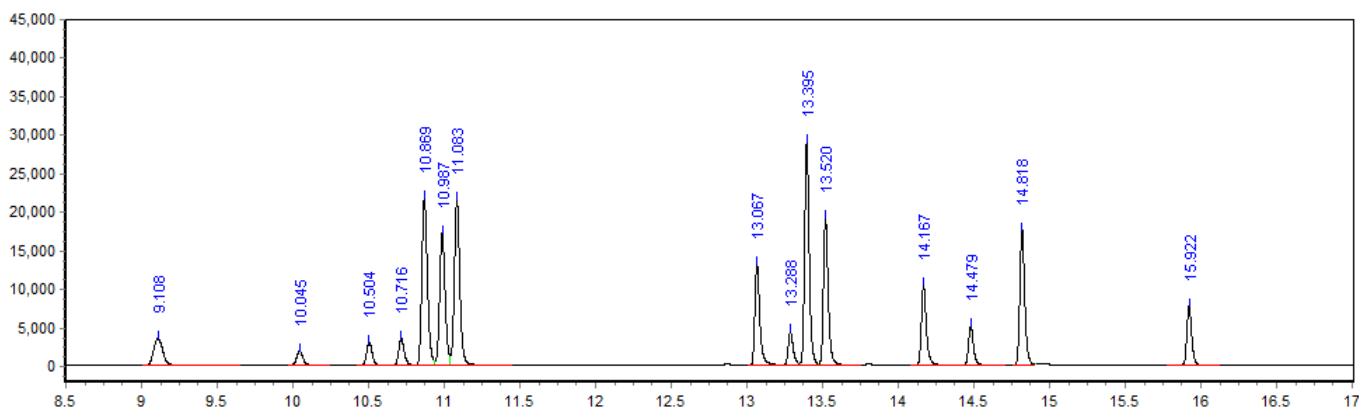


图 1.15 种硝基苯类化合物标准品 0.25 mg/L 图谱

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: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 3：相关峰信息

| 序号 | 峰名称         | 保留时间   | 峰面积      | 峰高       | 相对峰面积   | 分离度   | 拖尾因子  | 塔板数     |
|----|-------------|--------|----------|----------|---------|-------|-------|---------|
| 1  | 硝基苯         | 9.108  | 3499.68  | 15099.2  | 3.479   | 1.685 | 1.165 | 104106  |
| 2  | 邻-硝基甲苯      | 10.045 | 1887.68  | 5795.22  | 1.3353  | 2.012 | 1.168 | 265234  |
| 3  | 间-硝基甲苯      | 10.504 | 3032.65  | 8034.64  | 1.8513  | 1.822 | 1.217 | 394190  |
| 4  | 对-硝基甲苯      | 10.716 | 3465.55  | 9223.01  | 2.1251  | 3.181 | 1.288 | 415168  |
| 5  | 间-硝基氯苯      | 10.869 | 21751.32 | 55989.76 | 12.9007 | 2.313 | 1.234 | 428713  |
| 6  | 对-硝基氯苯      | 10.987 | 17186.14 | 43701.65 | 10.0693 | 1.791 | 1.158 | 454454  |
| 7  | 邻-硝基氯苯      | 11.083 | 21567.68 | 55708.99 | 12.836  | 1.499 | 1.104 | 478479  |
| 8  | 对-二硝基苯      | 13.067 | 13118.23 | 30790.61 | 7.0945  | 1.397 | 1.459 | 862996  |
| 9  | 间-二硝基苯      | 13.288 | 4383.28  | 10212.91 | 2.3532  | 3.889 | 1.288 | 851227  |
| 10 | 2,6-二硝基甲苯   | 13.395 | 29017.18 | 61509.19 | 14.1724 | 1.941 | 1.266 | 1004593 |
| 11 | 邻-二硝基苯      | 13.52  | 19151.12 | 42893.71 | 9.8832  | 2.307 | 1.293 | 959103  |
| 12 | 2,4-二硝基甲苯   | 14.167 | 10509.87 | 25068.09 | 5.776   | 2.736 | 1.385 | 975160  |
| 13 | 2,4-二硝基氯苯   | 14.479 | 5079.35  | 12298.57 | 2.8337  | 5.359 | 1.299 | 956010  |
| 14 | 3,4-二硝基甲苯   | 14.818 | 17617.26 | 40201.5  | 9.2629  | 1.347 | 1.247 | 1051194 |
| 15 | 2,4,6-三硝基甲苯 | 15.922 | 7681.39  | 17479.65 | 4.0275  | 2.428 | 1.238 | 1278400 |

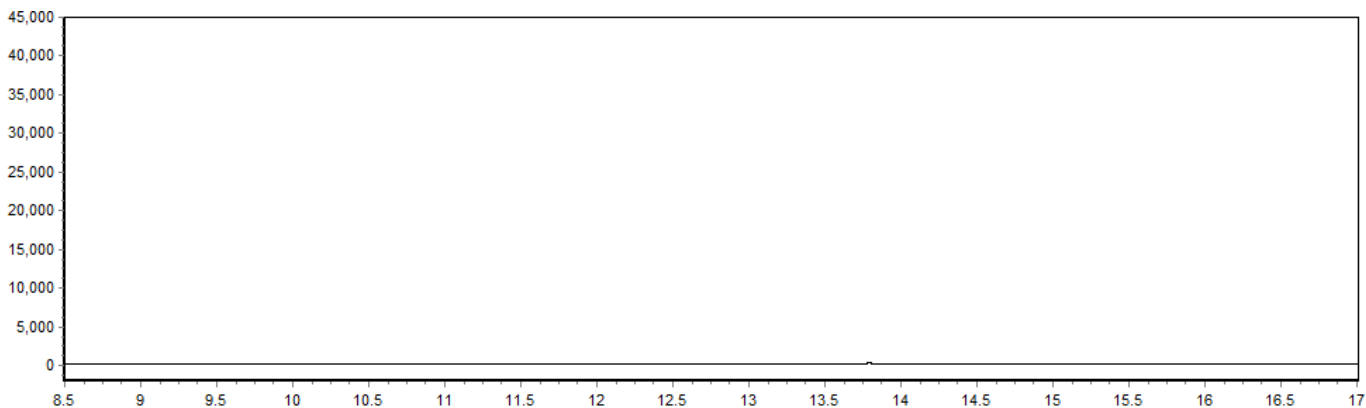


图 2.河水空白图谱

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:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

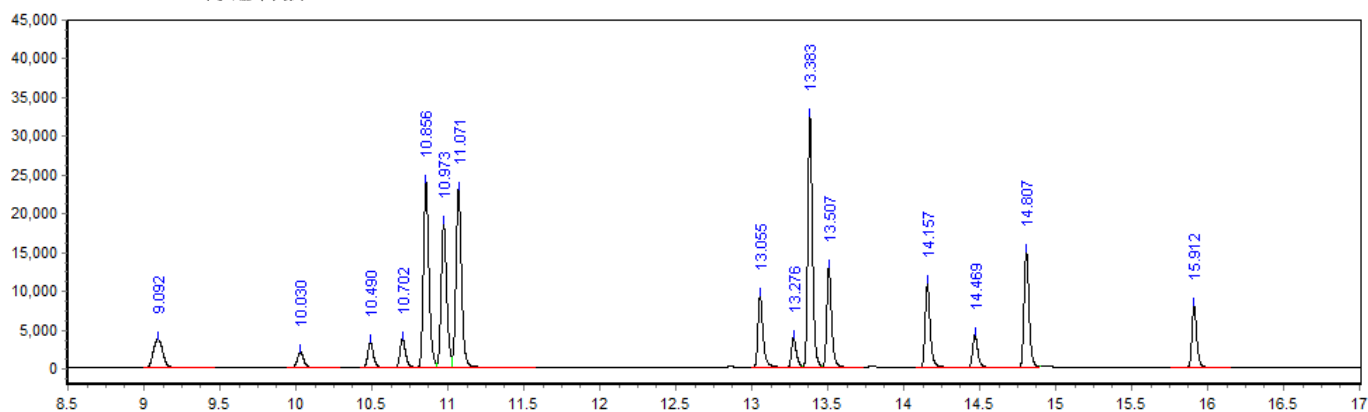


图 3.河水加标 25/250µg/L 图谱

表 4：河水加标回收率

| 分类          | 加标水平 µg/L | 回收率%   | RSD/% (n=3) |
|-------------|-----------|--------|-------------|
| 硝基苯         | 250       | 103.7% | 3.63%       |
| 邻-硝基甲苯      |           | 105.9% | 2.88%       |
| 间-硝基甲苯      |           | 104.8% | 2.89%       |
| 对-硝基甲苯      |           | 106.5% | 2.39%       |
| 间-硝基氯苯      | 25.0      | 107.1% | 2.47%       |
| 对-硝基氯苯      |           | 106.6% | 2.29%       |
| 邻-硝基氯苯      |           | 105.5% | 2.47%       |
| 对-二硝基苯      |           | 73.3%  | 0.62%       |
| 间-二硝基苯      |           | 88.4%  | 1.77%       |
| 2,6-二硝基甲苯   |           | 109.9% | 2.41%       |
| 邻-二硝基苯      |           | 69.6%  | 1.07%       |
| 2,4-二硝基甲苯   |           | 103.6% | 1.94%       |
| 2,4-二硝基氯苯   |           | 89.9%  | 2.12%       |
| 3,4-二硝基甲苯   |           | 86.6%  | 1.15%       |
| 2,4,6-三硝基甲苯 |           | 104.3% | 1.07%       |

## 8.相关产品信息

| 货号                 | 名称             | 规格                                                                       |
|--------------------|----------------|--------------------------------------------------------------------------|
| 03902-32001        | 气相色谱柱          | WM-5 30m*0.32mm*0.25μm                                                   |
| 00522-20006        | 固相萃取小柱         | Welchrom® BRP, 500 mg/6mL, 30pk                                          |
| 00551-20007        | 硫酸钠干燥柱         | Welchrom® Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 1g/6mL, 30pk                 |
| 00000-30016        | 50mL 螺口尖底离心管   | 50 支/包                                                                   |
| 00000-30113        | 15mL 螺口尖底离心管   | 100 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<br>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<br>11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk                            |
| 00802-02202        | 针头式过滤器         | 进口 MCE, 13mm*0.45μm, 100pk                                               |
| CDGG-116039-09-1ml | 15 种硝基苯类化合物标准品 | 15 种硝基苯混标(HJ648-2013/HJ716-2014 水质) 标准品 500&5000 mg/L 于二氯甲烷/甲醇 1:1, 1 ml |

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: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

