

土壤中多氯联苯的测定 HJ 922-2017

1、适用范围

适用于土壤和沉积物中多氯联苯的测定（该实验选用基质为土壤）

参考标准：《HJ 922-2017 土壤和沉积物 多氯联苯的测定 气相色谱法（发布稿）》

2、溶液的配制

- 1) 多氯联苯标准储备液：用正己烷稀释并定容，浓度为 $10\mu\text{g/mL}$ 。
- 2) 多氯联苯标准工作液：准确移取 1mL 标准储备液，用正己烷稀释至 10mL，浓度为 $1\mu\text{g/mL}$ 。
- 3) 丙酮-正己烷（1-9）：量取 10mL 丙酮，90mL 正己烷，混匀。

3、提取步骤

称取 5 g 样品（干燥后的样品），加入 20 mL 正己烷，涡旋振荡使样品分散，超声提取 10 min，6000 r/min 离心 2min，转移上清液至鸡心瓶中；往残渣中加入 15 mL 正己烷，6000 r/min 离心 2 min，重复提取两次，合并三次上清液，35℃ 旋蒸至 1-3mL，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：Welchrom® Florisil PR, 1g/6mL,

活化：5mL 正己烷，弃去

上样：待净化液全部上样，弃去；



淋洗：4mL 正己烷润洗鸡心瓶并上样，弃去

洗脱：10mL 正己烷-丙酮（9-1）洗脱，

复溶：30℃水浴氮吹浓缩至 1mL，待检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：5g 样品中加入 0.05mL 1μg/mL 标准贮备液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.01mg/kg，最终机度数为 0.05μg/mL。
- 2) 旋蒸后若不能及时进行净化，进行密封保存，尽可能减少溶剂挥发，影响回收。
- 3) 若氮吹后小于 1ml，可用正己烷-丙酮（9-1）定容至 1ml，再上机检测。
- 4) 本实验标准品溶液用空白基质溶液进行配置。

6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	WM-5MS 30.0m*0.25mm*0.25μm
进样口温度	250℃
检测器（ECD）温度	280℃
载气	N ₂
进样方式	不分流进样，0.75min 开阀
载气流量	1.0 mL/min
进样量	1μL
升温程序	120℃（1min），20℃/min 上升至 180℃，5℃/min 升至 280℃（10min）；



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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com

7、色谱图或者加标回收率结果

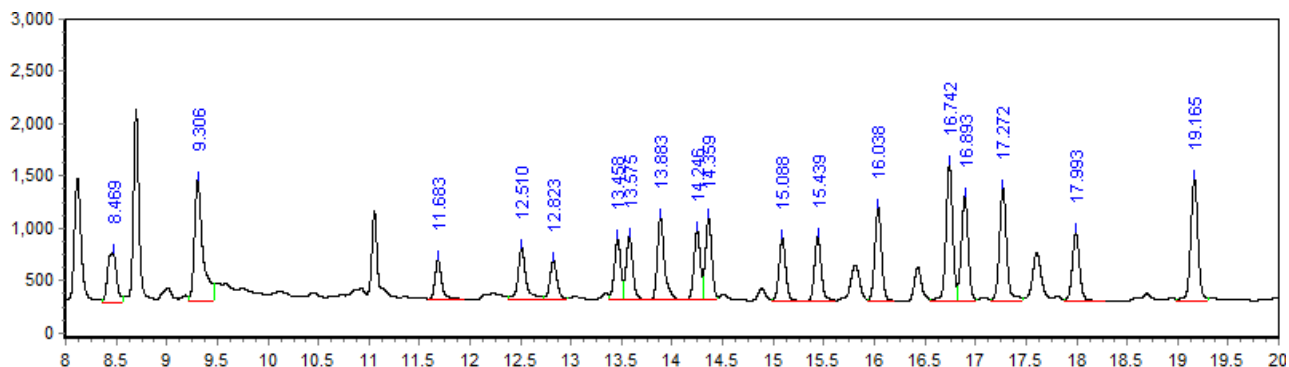


图 1. 混标标准品 200 μ g/L 图谱

峰名称	保留时间 min	峰高 Hz	峰面积 Hz*s	相对峰面 积%	分离度	塔板数 (EP)
PCB 28	8.469	466.27	2928.01	4.3665	0.965	40974
PCB 52	9.306	1153.8	6706.79	10.0019	0.937	82673
PCB 101	11.683	377.61	1727.26	2.5759	2.808	175655
PCB 81	12.51	495.38	2791.13	4.1624	1.059	169237
PCB 77	12.823	377.64	1896.21	2.8278	2.564	172663
PCB 123	13.458	585.39	2611.36	3.8943	1.042	205530
PCB 118	13.575	609.91	2814.1	4.1967	0.981	205809
PCB 114	13.883	798.02	3925.39	5.854	2.607	223421
PCB 138	14.246	671.68	2909.63	4.3391	3.095	235599
PCB 105	14.359	787.02	3509.89	5.2343	0.961	232701
PCB 153	15.088	599.56	2791.75	4.1634	1.601	253588
PCB 126	15.439	613.97	2892.89	4.3142	2.937	266155
PCB 167	16.038	893.89	4185.9	6.2424	1.579	279561
PCB 156	16.742	1312.2	6091.52	9.0843	2.562	317414
PCB 157	16.893	998.14	4735.12	7.0615	1.254	298115
PCB 180	17.272	1082.73	5484.75	8.1794	1.288	309089
PCB 169	17.993	656.21	3250.26	4.8471	1.326	328630
PCB 189	19.165	1172.01	5803.49	8.6548	1.495	377875



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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com

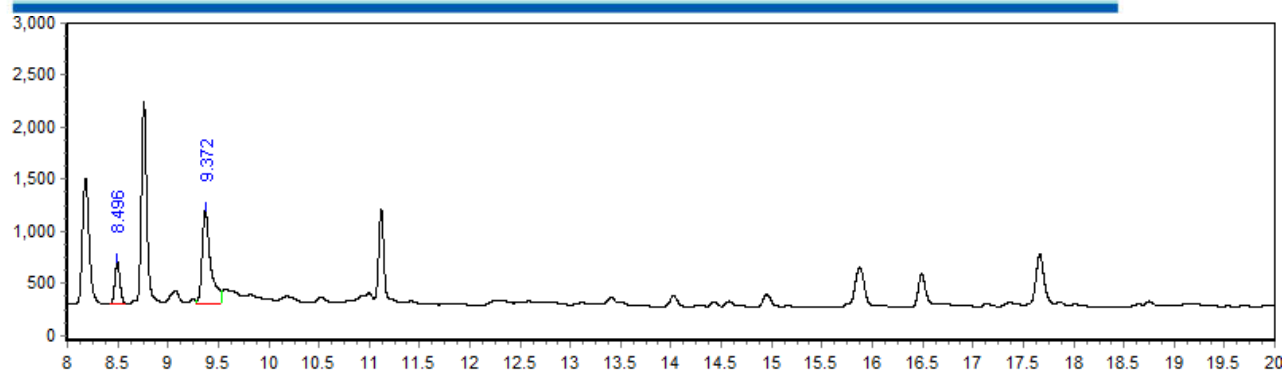


图 2.土壤样品空白图谱

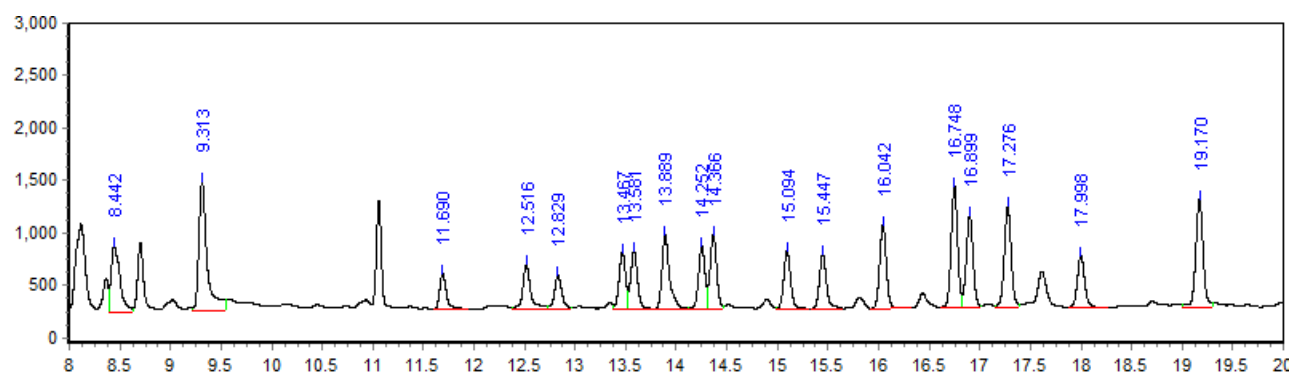


图 3. 土壤样品加标 80ng/g 图谱

表 1.加标回收率表

分类	加标水平 $\mu\text{g/kg}$	平均回收率%	RSD %
PCB 28	80	127.42%	4.53%
PCB 52		103.11%	3.69%
PCB 101		92.38%	0.02%
PCB 81		78.64%	3.49%
PCB 77		81.05%	1.60%
PCB 123		93.47%	2.13%
PCB 118		91.57%	2.24%
PCB 114		94.60%	2.55%
PCB 138		92.16%	1.66%
PCB 105		93.54%	2.95%
PCB 153		93.38%	1.50%



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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu @welchmat.com

PCB 126		89.41%	4.29%
PCB 167		90.65%	3.40%
PCB 156		88.61%	5.33%
PCB 157		89.90%	4.17%
PCB 180		85.39%	2.72%
PCB 169		78.58%	4.88%
PCB 189		88.45%	0.02%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20007	SPE 小柱	Welchrom Florisil PR,1g/6ml,30pk
00837-05006	离心管	一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,袋装, 未灭菌, 50ml, 50/包
00837-05003	离心管	一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,袋装, 灭菌, 15ml, 25/包
00824-31001	固相萃取装置	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 100 套
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口样品瓶带书写处 9-425 11.6*32mm 新包装 一级水解玻璃 100 个
03904-22001	气相毛细管柱	WM-5MS 30m*0.25mm*0.25μm
00826-MW084M 100HXAF	正己烷中 18 种 PCB 混标	100mg/L in N-hexane 1.1ml

