

水质中有机氯的测定(HJ699-2014)

1、适用范围

适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中的有机氯农药的测定（本实验采用地表水为样品）

参考标准：《HJ 699-2014 水质 有机氯农药和氯苯类化合物的测定 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准工作液：准确移取 1mL 标准贮备液，用正己烷稀释并定容至 10mL，该浓度为 10 μ g/mL。
- 2) 正己烷-丙酮（9-1）：量取 90mL 正己烷，10mL 丙酮，混匀，

3、提取步骤

量取 200mL 水样（水样提前处理，用盐酸调节 pH<2），加入 10g 氯化钠，振荡至完全溶解后，再加入 15mL 正己烷，剧烈摇晃（注意放气），静置 5min 分层；再重复萃取一次，合并萃取液并经过干燥柱脱水，38℃氮吹至小于 4mL，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Florisil PR 规格：500mg/6mL。

活化：8mL 正己烷，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，弃去；

淋洗：2mL 正己烷，弃去；

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

洗脱：用 15mL 正己烷-丙酮（9-1）洗脱，收集于 15mL 离心管中，并抽干。

浓缩：在 38℃ 水浴下氮气吹近干，加入 1mL 正己烷复溶，待检测。

5、注意事项

1) 加标水平：200mL 样中加入 0.05mL 10 μ g/mL 标准工作液，最后定容至 1mL，该加标水平为 0.025mg/L，机读数为 0.5 μ g/mL。

2) 氮吹后近干，大约在一滴左右。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS 30m $\times$ 0.25mm, 0.25 μ m
进样口温度	250℃
升温程序	初始柱温 80℃,保持 1min; 以 20℃/min 升温至 150℃, 再以 5℃/min 升温至 300℃, 保持 5min。
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	无分流进样
恒流模式	1mL/min
进样量	1 μ L

6.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源（EI）
电离能量	70eV
传输线温度	300℃

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

离子源温度	230℃
四极杆温度	150℃
监测方式	选择离子扫描（SIM）
溶剂延迟	10min

7、色谱图或者加标回收率结果

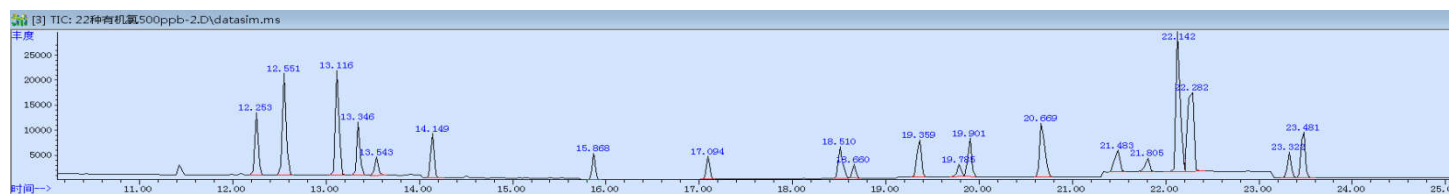


图 1 20 种有机氯混合标准品 0.5µg/mL 图谱

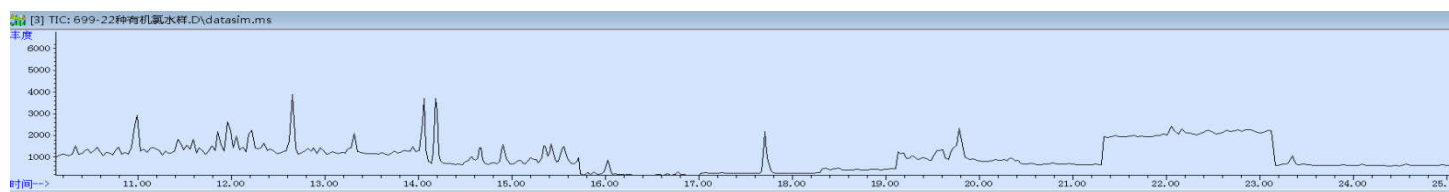


图 2 水样过柱图谱

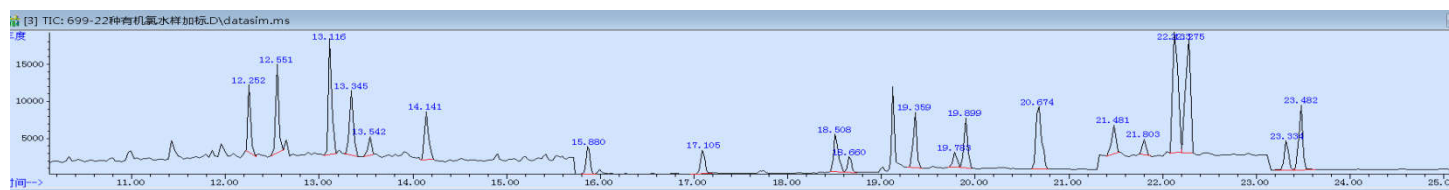


图 3 水样样加标 0.025mg/L 过柱图谱

表 2. 回收表

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

名称	加标水平	平均回收率	RSD 值
α -666	0.025mg/L	73%	1.21%
六氯苯		38%	0.53%
β -666		84%	8.26%
γ -666		94%	2.49%
五氯硝基苯		73%	2.94%
δ -666		100%	5.14%
七氯		69%	4.93%
艾氏剂		60%	1.41%
顺式环氧七氯		91%	7.36%
反式环氧七氯		96%	1.28%
反式氯丹		95%	3.13%
顺式氯丹		102%	9.05%
α -硫丹		89%	2.53%
顺式氯丹		94%	7.13%
p,p'-DDE		92%	8.39%
异狄氏剂		81%	5.15%
β -硫丹		101%	4.09%
p,p'-DDD		78%	9.36%
o,p'-DDT		115%	2.66%
硫丹硫酸盐		116%	4.24%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20006	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR,500mg/6mL,30pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,

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

		袋装,未灭菌, 50ml, 50/包
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 15ml, 50/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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30m×0.25mm, 0.25μm

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