

水质 苯胺类化合物测定 HJ 822-2017

1、适用范围

适用于地表水、地下水、海水、生活污水和工业废水中苯胺类化合物的测定。（本实验采用自来水为样品）

参考标准：《HJ 822-2017 水质 苯胺类化合物测定 气相色谱-质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：用二氯甲烷将混标（1mg/mL 甲苯）稀释定容至 10ml，混合稀释至 100mg/mL 的混标，0℃-4℃保存。
- 2) 标准工作液（10mg/mL）：取 1mL 标准储备液，用甲醇定容至 10mL，0℃-4℃保存。
- 3) 水样：将自来水过 0.45μm 有机滤膜抽滤，待用

3、提取步骤

用量筒量取 100ml 水样至 200ml 烧杯中，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®C18，规格：500mg/6mL。

活化：依次用 10mL 甲醇、10mL 水活化；

上样：待净液全部上样，弃去；

洗脱：12m 甲醇洗脱，抽干并收集于 15mL 离心管中

浓缩：将收集液体于 50℃氮气流吹至近干。

复容：用甲醇定容至 1mL

5、注意事项

1) 原国标方法为弗罗里硅土柱 (Florisil PR, 1000mg/6mL) , 将弗罗里硅土柱固定在固相萃取装置上, 用 10mL 正己烷平衡净化柱, 在溶剂流干之前, 将浓缩后的样品提取液转移至小柱上, 用 4mL 正己烷洗涤浓缩管, 洗涤液一并上柱, 接收淋洗液。先用 50mL 二氯甲烷/正己烷 (1/1, v/v) 洗脱该柱, 收集洗脱液;再用 50mL 的异丙醇/正己烷 (5/95, v/v) 洗脱柱, 收集洗脱液;用 50mL 甲醇/正己烷 (5/95, v/v) 洗脱柱, 收集洗脱液。在 35℃ 下氮吹近干, 用二氯甲烷定容至 1mL, 考虑洗脱液 150mL 氮吹体积较大, 改用先旋蒸至 10mL 后氮吹至近干, 但是标过柱回收率不高, 且有多种组分直接损失, 经查文献, 改用成 C18 小柱 (500mg/6mL), 水质可直接上样, 溶剂用量少, 过程简单, 有四种组分 (苯胺; 2-硝基苯胺 ; 2, 4, 6-三氯苯胺; 3-硝基苯胺) 回收较低,

2) 4-氯-2-硝基苯胺; 4-硝基苯胺, 这两个物质的出峰时间重叠

3) 加标水平: 100mL 样中加入 0.1mL 10mg/L 标准工作液, 最终定容至 1mL, 因此加标水平为 10µg/L, 最终机度数为 1mg/L。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS 30m*0.25mm, 0.25µm
进样口温度	260℃
升温程序	初始温度为 40℃, 保持 5min; 以 5℃/min 升温至 100℃; 以 10℃/min 升温至 200℃, 保持 8min, 以 30℃/min 升温至 280℃
载气	高纯氮气 (纯度>99.999%)
进样方式	不分流进样
恒流模式	1mL/min
进样量	1µL

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

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	260℃
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

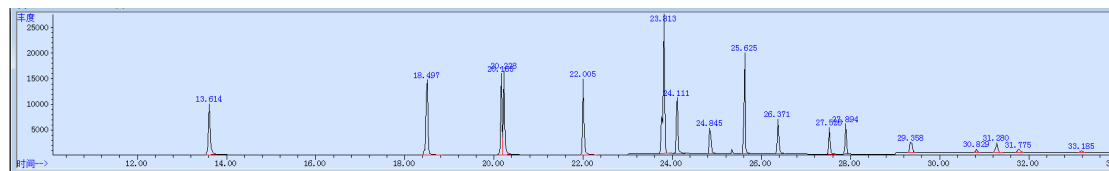


图 1.苯胺化合物混标 1mg/L 标准图谱

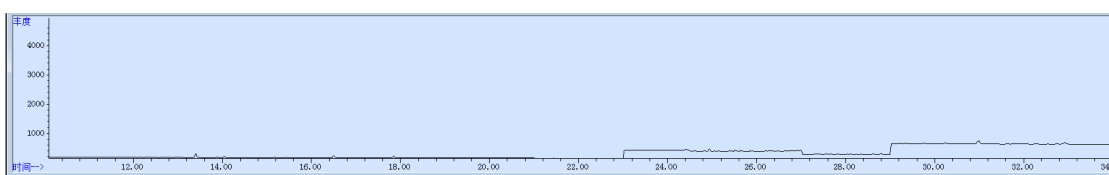


图 2.水样空白图谱

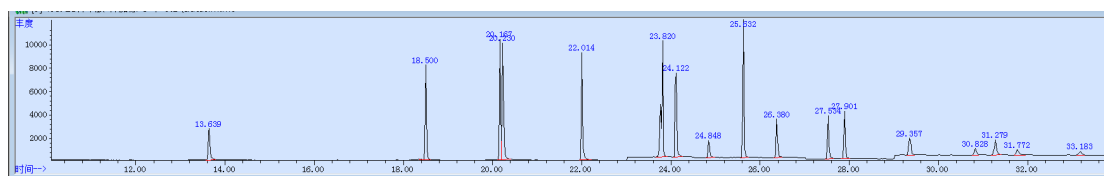


图 3.水样加标 10µg/L 图谱

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 1.大米加标回收表

分类	加标水平 $\mu\text{g/L}$	回收率%	RSD/% (n=2)
苯胺	10	31%	5.63%
2-氯苯胺		63%	6.15%
3-氯苯胺		66%	0.78%
4-氯苯胺		75%	3.00%
4-溴苯胺		70%	2.93%
2-硝基苯胺 ; 2, 4, 6-三氯苯胺		49%	5.57%
3,4-二氯苯胺		73%	3.30%
3-硝基苯胺		41%	1.46%
2, 4, 5-三氯苯胺		68%	2.21%
4-氯-2-硝基苯胺; 4-硝基苯胺		55%	7.99%
2-氯-4-硝基苯胺		95%	1.48%
2, 6-二氯-4-硝基苯胺		87%	0.51%
2-溴-6-氯-4-硝基苯胺		86%	0.62%
2-氯-4, 6-二硝基苯胺		94%	0.67%
2,6-二溴-4-硝基苯胺		96%	2.34%
2,4-二硝基苯胺		91%	2.48%
2-溴-4,6-二硝基苯胺		98%	2.17%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
----	----	----

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

00504-11006	SPE 小柱	Welchrom® C18, 500mg/6ml, 30pk
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
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com