

水质中多氯联苯的测定 HJ 715-2014

1、适用范围

适用于水质中多氯联苯的测定。（本实验样品采用娃哈哈饮用水）

参考标准《HJ 715-2014 水质 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法》

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 μ 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 μ 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

量取水样 100mL 至 250mL 分液漏斗中，用盐酸溶液或氢氧化钠溶液调节水样 pH 值至 5-9（本身水样 pH 值在 7 左右，未调整），加入 2g 氯化钠，完全溶解后加入 20mL 正己烷，用手振摇 30s 排气，振荡 5min 后静置分层，移取上层溶液。重复萃取三次，35 $^{\circ}$ C 水浴旋蒸浓缩至 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；

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

淋洗：4mL 正己烷润洗鸡心瓶并上样，弃去

洗脱：15mL 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：100mL 样品中加入 0.02mL 1 μ g/mL 标准贮备液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.2 μ g/L，最终机度数为 0.02 μ g/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) 萃取后，可以再用少量正己烷润洗分液漏斗，并转移至鸡心瓶中。
- 4) 若选取的水样有悬浮物或者过脏，可抽滤后再进行实验

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m×0.25mm×0.25 μ m
进样口温度	250℃
升温程序	初始温度为 120℃，保持 1min；以 20℃/min 升温至 180℃；再以 5℃/min 升温至 280℃，保持 20min
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	不分流进样
恒流模式	1.2mL/min
进样量	1 μ L

6.2 质谱条件

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

电离方式	电子轰击电离源 (EI)
电离能量	70Ev
传输线温度	270°C
离子源温度	250°C
四极杆温度	150°C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
溶剂延迟	7min

7、色谱图或者加标回收率结果

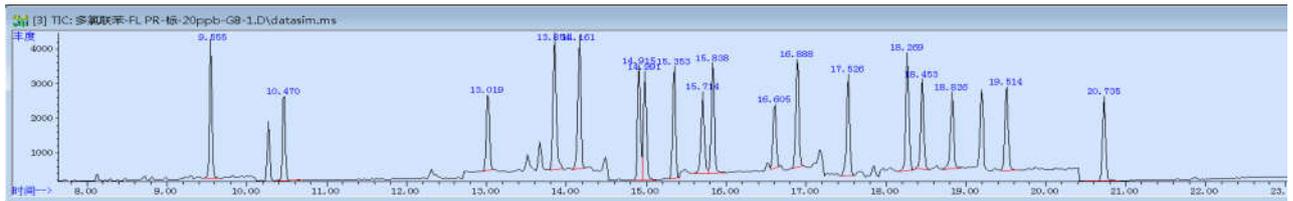


图 1. 多氯联苯混标 0.02 μ g/mL 图谱

峰号	物质	保留时间	峰宽	面积	开始时间	结束时间
1	PCB 28	9.543	0.036	80854	9.486	9.602
2	PCB 52	10.465	0.065	60704	10.365	10.708
3	PCB 101	13.011	0.041	68335	12.951	13.088
4	PCB 81	13.853	0.052	113762	13.795	13.97
5	PCB 77	14.155	0.044	96104	14.083	14.228
6	PCB 123	14.91	0.043	82457	14.824	14.948
7	PCB 118	14.985	0.046	80585	14.948	15.13
8	PCB 114	15.347	0.061	83259	15.288	15.408
9	PCB 138	15.702	0.047	61397	15.603	15.767
10	PCB 105	15.824	0.04	80606	15.767	15.884
11	PCB 153	16.598	0.041	48036	16.553	16.649
12	PCB 126	16.885	0.044	87409	16.821	16.941

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

13	PCB 167	17.522	0.05	91526	17.426	17.593
14	PCB 156	18.268	0.053	107454	18.14	18.341
15	PCB 157	18.452	0.049	86960	18.341	18.56
16	PCB 180	18.825	0.074	70113	18.719	18.964
17	PCB 169	19.506	0.048	75468	19.43	19.626
18	PCB 189	20.729	0.071	70533	20.63	20.9

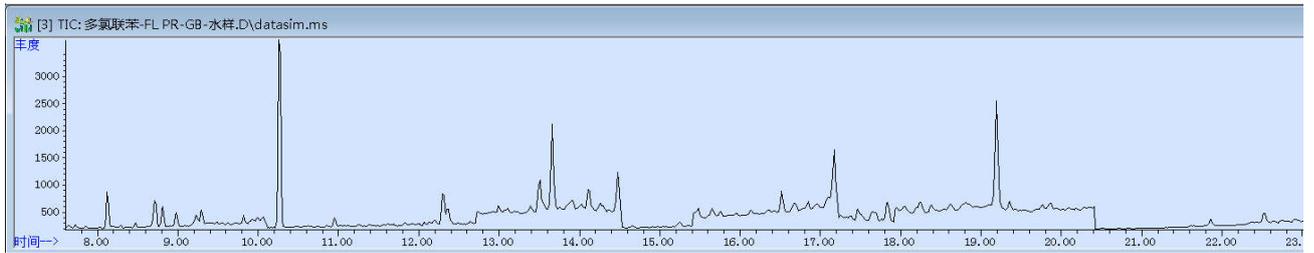


图 2.水质样品空白图谱

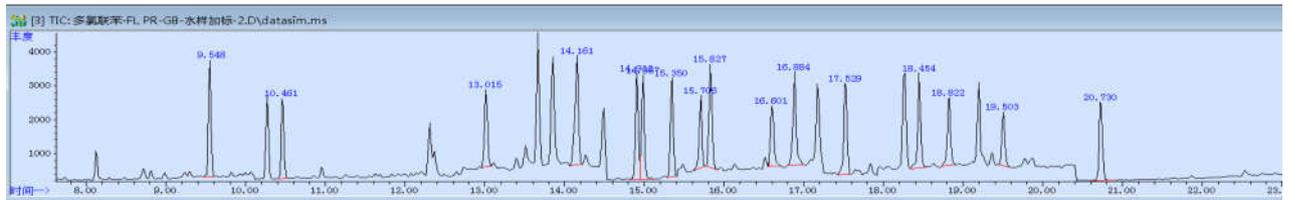


图 3. 水质样品加标 0.2μg/L 图谱

表 1.加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值
PCB 28	0.2μg/L	85%	2.61%
PCB 52		76%	1.63%
PCB 101		90%	3.26%
PCB 81		75%	0.67%
PCB 77		87%	2.45%
PCB 123		86%	3.68%
PCB 118		83%	3.95%
PCB 114		83%	2.86%
PCB 138		96%	4.72%
PCB 105		90%	5.36%

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

PCB 153		83%	5.39%
PCB 126		82%	3.26%
PCB 167		80%	2.17%
PCB 156		79%	4.79%
PCB 157		78%	5.04%
PCB 180		87%	4.75%
PCB 169		72%	4.56%
PCB 189		85%	0.65%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00516-20007	SPE 小柱	Welchrom® Florisil PR,1000mg/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,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
00826-MW084M1 00HXAF	正己烷中 18 种 PCB 混标	100mg/L in N-hexane 1.1ml

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