

土壤中 15 种醛酮类化合物含量测定 HJ 997-2018

1、适用范围

本方法适用土壤和沉积物中 15 种醛酮类化合物的测定（该实验选用基质为土壤）

参考标准：《HJ 997-2018 土壤和沉积物 醛、酮类化合物的测定 高效液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) DNPH 衍生剂：称取 0.30g DNPH 用乙腈溶解定容至 100mL。
- 2) 醛酮类标准使用液 10 $\mu\text{g/mL}$ ：将 15 种醛酮类化合物混标用乙腈稀释定容至 10mL。

3、提取、衍生步骤

去除样品中的异物(石子,叶片等),准确称取 10.0 土壤样品(精确至 0.01g)于 50 mL 离心管中,加入 25 mL 乙腈,涡旋混匀,超声分散 10 min, 4000 r/min 离心 5 min, 取上层乙腈清液层;再次加入 15 mL 乙腈重复提取一遍;第三次加入 10 mL 乙腈重复提取,合并乙腈层。准确移取 25 mL, 加入 6mL 的 DNPH 衍生剂 6 mL, 1 mL 20%磷酸溶液,冷藏衍生 6 h, 加入 100mL 水稀释,待净化。

4、净化步骤



SPE 柱：月旭 Welchrom® C18E 小柱，规格：1000mg/6mL

活化：10 mL 乙腈，10 mL 20%乙腈水，弃去；

上样：全部上样，弃去；

淋洗：10mL20%乙腈水，弃去。

洗脱：用乙腈洗脱定容至 10 mL 容量瓶，待测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：200ul 10ppm 混标加到 10g 土壤里 50mL 提取，取 25mL 衍生，因此加标水平为 0.2 mg/kg，最终机度数为 0.1mg/L。

6、色谱条件

6.1 高效液相色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18, 4.6*250mm , 5 μ m

流动相：乙腈-水=65: 35

流速：1.0mL/min

柱温：30℃

检测波长：360nm

进样量：20 μ L



7、色谱图或者加标回收率结果

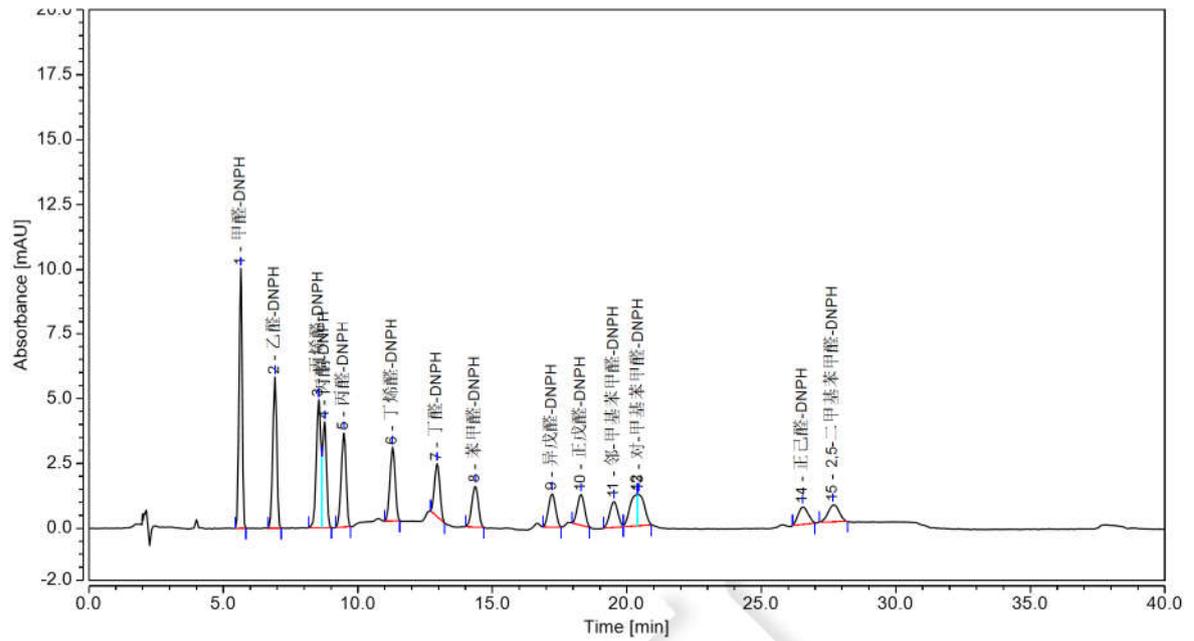


图 1 DNPH 标品 0.1ppm 图谱

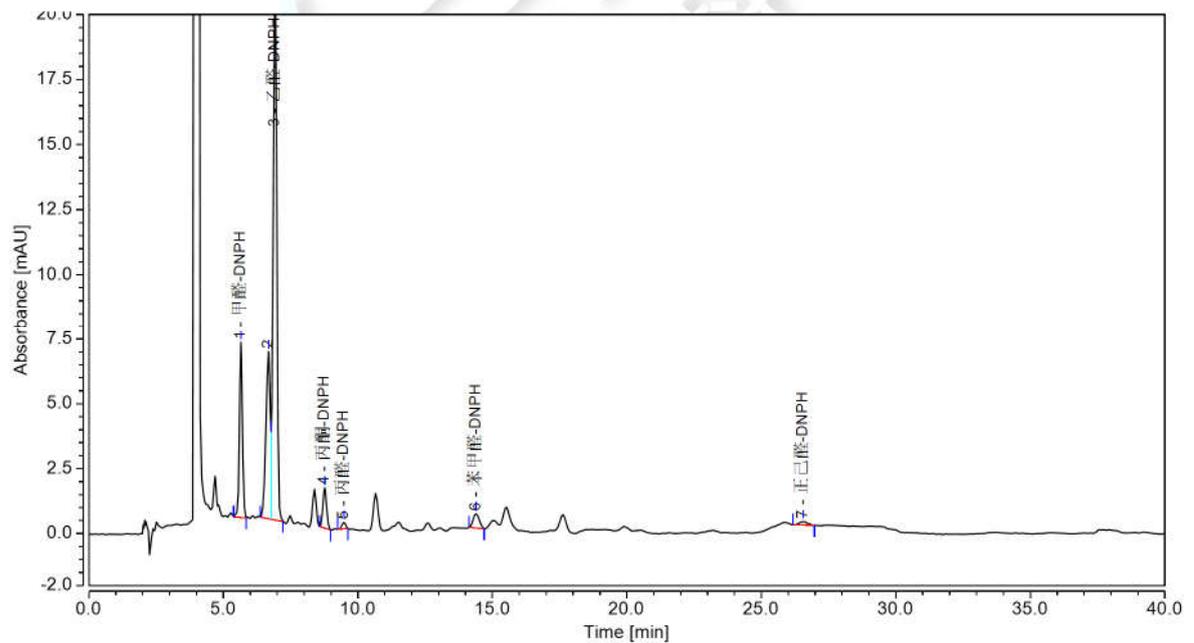


图 2 乙腈提取样品图谱



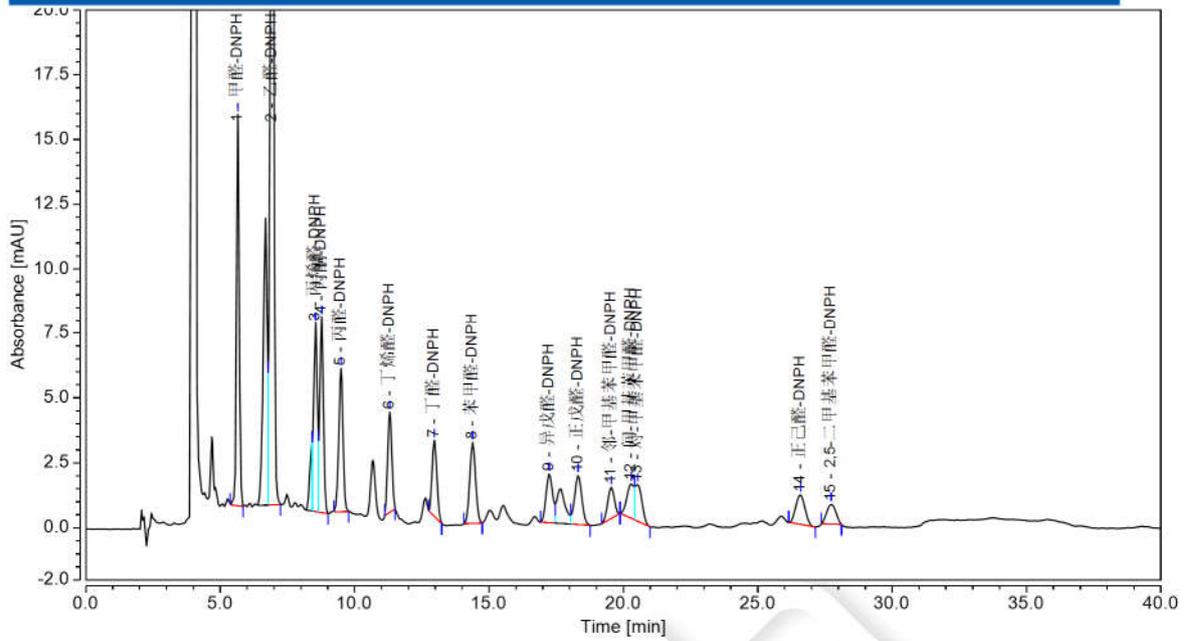


图 3 土壤样加标 0.2mg/kg 图谱

表 1. 加标回收率表

物质	加标水平	平均回收率	RSD 值 (n=2)
甲醛-DNPH	0.2 mg/Kg	72%	1.69%
乙醛-DNPH		112%	4.06%
丙烯醛-DNPH		99%	5.00%
丙酮-DNPH		104%	1.23%
丙醛-DNPH		105%	3.53%
丁烯醛-DNPH		107%	1.45%
丁醛-DNPH		100%	3.52%
苯甲醛-DNPH		106%	3.86%
异戊醛-DNPH		107%	4.26%
正戊醛-DNPH		105%	1.85%
邻-甲基苯甲醛-DNPH		87%	0.59%
间-甲基苯甲醛-DNPH		85%	2.79%



对-甲基苯甲醛-DNPH		91%	5.10%
正己醛-DNPH		104%	2.93%
2,5-二甲基苯甲醛-DNPH		97%	1.97%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00559-11007	SPE 小柱	Welchrom® C18E, 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
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
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate® XB-C18, 4.6*250mm , 5 μ m

