

土壤中多氯联苯的测定 HJ715-2014

1、适用范围

适用于土壤中多氯联苯的测定。（本实验样品土壤）

参考标准《HJ 715-2014 水质 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法》（选用仪器方法和过柱方法）

《HJ 890-2017 土壤和沉积物 多氯联苯混合物的测定 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 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

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，8000 r/min 离心 2 min，再重复提取两次，合并三次上清液，35 $^{\circ}$ C 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：15mL 正己烷-丙酮（9-1）洗脱，

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

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 0.02mL 1 μ g/mL 标准贮备液, 定容至 1mL, 因此加标水平为 0.004mg/kg, 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) 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。

6、色谱条件

6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS ,30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m
进样口温度	250 $^{\circ}$ C
升温程序	初始温度为 120 $^{\circ}$ C, 保持 1min; 以 20 $^{\circ}$ C/min 升温至 180 $^{\circ}$ C; 再以 5 $^{\circ}$ C/min 升温至 280 $^{\circ}$ C, 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

电离方式	电子轰击电离源 (EI)
电离能量	70Ev
传输线温度	270 $^{\circ}$ C

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	250℃
四极杆温度	150℃
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

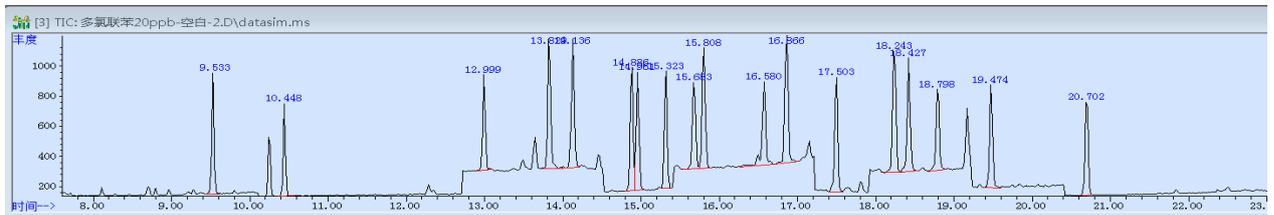


图 1. 多氯联苯混标 0.02 μ g/mL 图谱

物质	峰号	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
PCB 28	1	9.533	BB	0.037	17716	9.434	9.63
PCB 52	2	10.448	BB	0.054	13069	10.377	10.573
PCB 101	3	12.999	BB	0.041	14917	12.913	13.097
PCB 81	4	13.829	BV	0.046	23602	13.734	13.946
PCB 77	5	14.136	PV	0.047	23485	13.946	14.216
PCB 123	6	14.886	BV	0.042	20393	14.799	14.924
PCB 118	7	14.961	VB	0.042	19450	14.924	15.057
PCB 114	8	15.323	BV	0.042	20179	15.265	15.393
PCB 138	9	15.683	BV	0.046	15753	15.547	15.745
PCB 105	10	15.808	VB	0.046	21402	15.745	15.902
PCB 153	11	16.58	BB	0.077	17158	16.257	16.698
PCB 126	12	16.866	BB	0.068	24057	16.71	17.017
PCB 167	13	17.503	BV	0.045	20246	17.409	17.58
PCB 156	14	18.243	BV	0.047	23378	18.107	18.321
PCB 157	15	18.427	VB	0.046	20306	18.321	18.548
PCB 180	16	18.798	BB	0.063	15795	18.67	18.903

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 169	17	19.474	M	0.046	19119	19.392	19.594
PCB 189	18	20.702	BB	0.045	17313	20.63	20.777

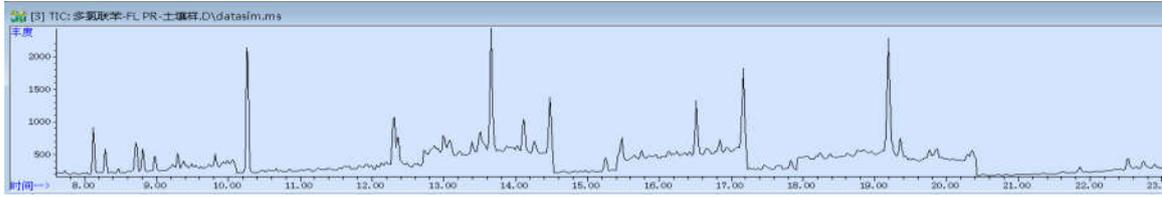


图 2.土壤样品空白图谱

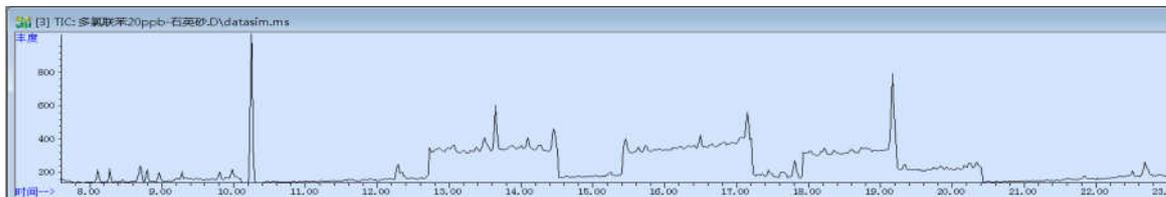


图 3.石英砂样品空白图谱

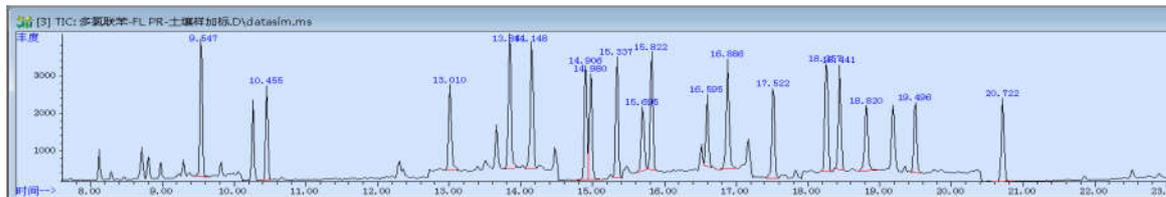


图 4.土壤样品加标 0.004mg/kg 图谱

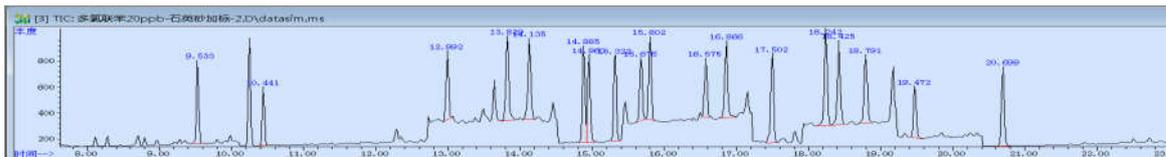


图 5.石英砂样品加标 0.004mg/kg 图谱

表 1.加标回收率表

基质	物质	加标水平	平均回收率	RSD 值
土壤	PCB 28	0.004mg/kg	85%	2.61%
	PCB 52		76%	1.63%
	PCB 101		90%	3.26%
	PCB 81		75%	0.67%

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 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%
	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%
	石英砂	PCB 28		82%
PCB 52			78%	4.23%
PCB 101			82%	1.89%
PCB 81			77%	2.15%
PCB 77			78%	5.03%
PCB 123			93%	1.94%
PCB 118			88%	1.67%
PCB 114			89%	3.69%
PCB 138			83%	0.87%
PCB 105			78%	3.31%
PCB 153			65%	2.71%
PCB 126			72%	5.17%
PCB 167			94%	0.95%
PCB 156			92%	0.69%
PCB 157			91%	1.69%
PCB 180		96%	1.30%	
PCB 169		62%	0.44%	

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 189		97%	2.42%
--	---------	--	-----	-------

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