

水质 联苯胺的测定 HJ 1017-2019

1、适用范围

适用于水中的检测。（本实验样品采用自来水）

参考标准《HJ 1017-2019 水质 联苯胺的测定》

2、溶液的配制

- 1) 联苯胺储备液：精确称量 1mg 联苯胺样品，用甲醇定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液。
- 2) 联苯胺工作液：精确移取 0.01mL 联苯胺储备液，用甲醇定容至 10mL，即 0.1 μ g/mL 储备液。
- 3) 0.5mol/L 氢氧化钾溶液：2g 氢氧化钠用水溶解并定容至 100mL。
- 4) 乙酸溶液：3mL 乙酸，用水定溶至 100mL。
- 5) 流动相 A：0.01mol/L 乙酸铵溶液：0.77g 乙酸铵溶液，用水溶解并定容至 1L。
- 6) 5%氨水甲醇：5mL 氨水用甲醇定容至 100mL。

3、提取步骤

取 150mL 自来水，加入 0.12mg 的硫代硫酸钠，用 0.5mol/L 的氢氧化钠溶液调 pH 至 8.5，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® P-SCX 规格：150mg/6mL

活化：5mL 甲醇、5mL 水，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：5mL 乙酸溶液，5mL 甲醇弃去，抽干。

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

洗脱：8mL5%氨水甲醇洗脱，收集于 15mL 离心管中，抽干。

复溶：洗脱液在 40° 氮吹下吹至 1mL，用水定容至 2mL，过 0.22μm 有机滤头，供液相检测。

5、注意事项

加标水平：在 150mL 水中加入 40μL 0.1μg/mL 的联苯胺工作液，定容至 2mL，加标水平 0.027μg/L，机读数 2μg/L。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate®XB-C18，4.6×150mm, 5μm

流动相：A-0.01mol/L 乙酸铵溶液: B-乙腈=80:20（等度）

流速：1.000mL/min

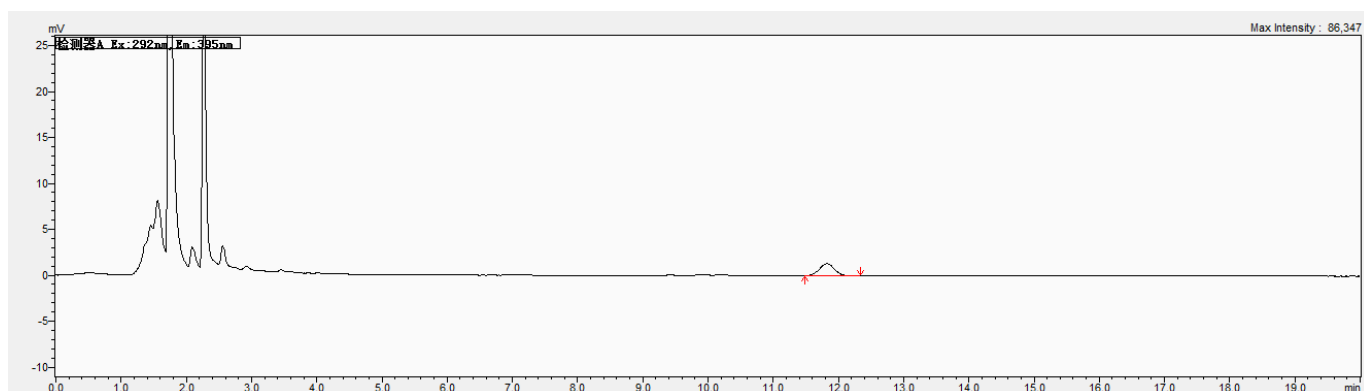
进样量：20μL

柱温：40°C

检测波长：395nm

激发波长：292nm

7、色谱图或者加标回收率结果



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

图 1. 2 μ g/L 联苯胺标准品图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	不对称度	分离度	塔板数
		min	mAU*min	mAU	%	(EP)	(EP)	(EP)
1	联苯胺	11.825	21642	1312	100.000	0.999	---	11435

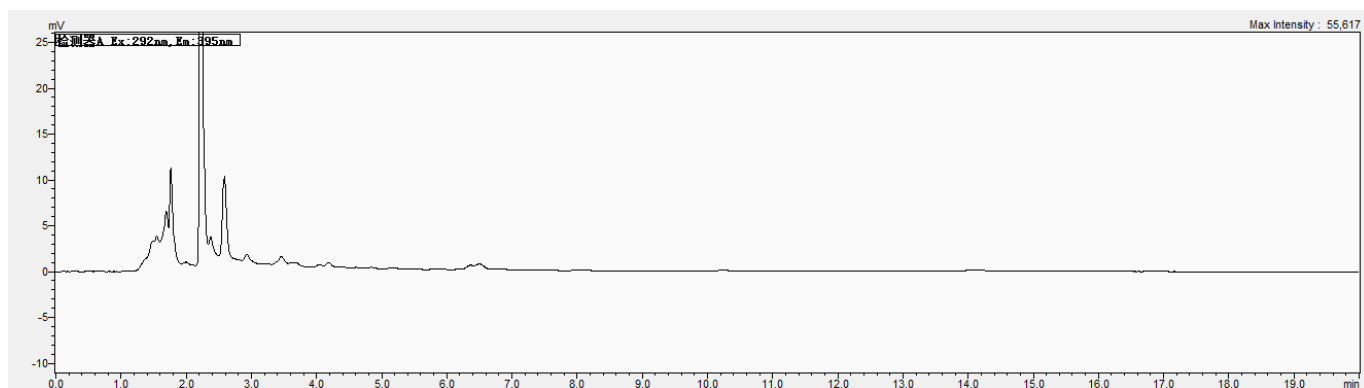


图 2.自来水空白图谱

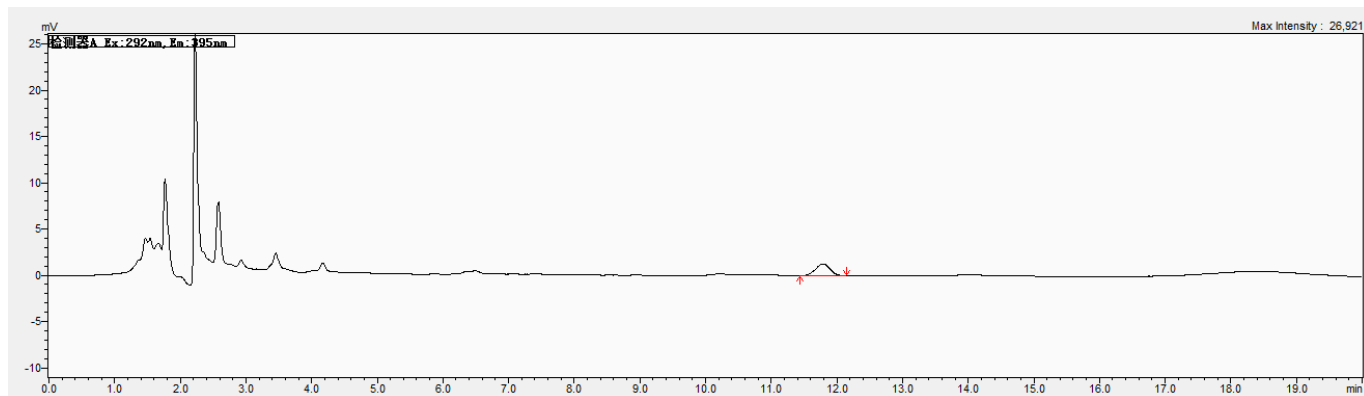


图 3. 自来水样加标 0.027 μ g/L 图谱

表 1.加标回收表

名称	加标水平 μ g/L	平均回收率%	RSD% N=2
联苯胺	0.027 μ g/L	94	3.75

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

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00523-20043	SPE 小柱	Welchrom® P-SCX,150mg/6ml,30pk
00837-05002	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
00224-31041	液相色谱柱	Ultimate®XB-C18, 4.6×150mm,5μm
00826-B070P100	联苯胺标准品	CAS No.:92-87-5,100mg
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk

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