

## 固体废物有机氯农药的测定 HJ 912-2017

### 1、适用范围

适用于固体废物的测定（该实验选用基质为橘子皮）

参考标准：《HJ912-2017 固体废物 有机氯农药的测定 气相色谱-质谱法》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准工作液：准确移取 1mL 标准贮备液，用正己烷稀释并定容至 10mL，冷藏保存，浓度为 10 $\mu$ g/mL。
- 2) 正己烷-丙酮（1-1）：量取 100mL 正己烷和 100mL 丙酮，混合。
- 3) 正己烷-丙酮（9-1）：量取 180mL 正己烷和 20mL 丙酮，混合。

### 3、提取步骤

称取 5.00g 样品（精确至 $\pm 0.05$ g，经搅碎机搅碎的样品），加入 20 mL 正己烷-丙酮（1-1）溶液，再加入均质子，称取 13g 无水硫酸钠，涡旋振荡使样品分散，超声提取 10 min，6000 r/min 离心 5min，转移上清液至另一干净离心管中；往残渣中加入 20 mL 正己烷-丙酮（1-1）溶液，超声提取 10 min，6000 r/min 离心 5min，合并两次上清液，于 40 $^{\circ}$ C 水浴氮吹至 1 mL 左右，待净化。

### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom<sup>®</sup> Florisil PR 规格：1000mg/6mL。

活化：5mL 正己烷，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

上样：待净化液全部上样，收集；

淋洗：先用 2mL 正己烷润洗离心管，上样收集；

洗脱：再用 12mL 正己烷-丙酮（9-1）洗脱，收集于 15mL 离心管中，并抽干。

浓缩：在 40°C 水浴下氮气吹近干，加入 1mL 正己烷-丙酮（1-1）复溶，待检测。

## 5、注意事项

1) 加标水平：5g 样中加入 0.02mL 10 $\mu$ g/mL 混合标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.04mg/kg，最终机度数为 0.2 $\mu$ g/mL。

2) 橘子皮当中含水，若加入 13g 无水硫酸钠之后，提取上清液后仍含水，可在再小柱上装 2g 的无水硫酸钠。

## 6、色谱条件

### 6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-1701, 30m $\times$ 0.25mm, 0.25 $\mu$ m
进样口温度	250°C
升温程序	初始柱温 120°C, 保持 2min; 以 12°C/min 升温至 180°C, 保持 5min; 再以 7°C/min 升温至 240°C, 保持 1min; 再以 1°C/min 升温至 250°C, 保持 2min; 再以 10°C/min 升温至 270°C, 保持 2min。
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	无分流进样
恒流模式	1mL/min
进样量	1 $\mu$ L

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

## 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	280°C
离子源温度	230°C
四极杆温度	150°C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
溶剂延迟	8min

## 7、色谱图或者加标回收率结果

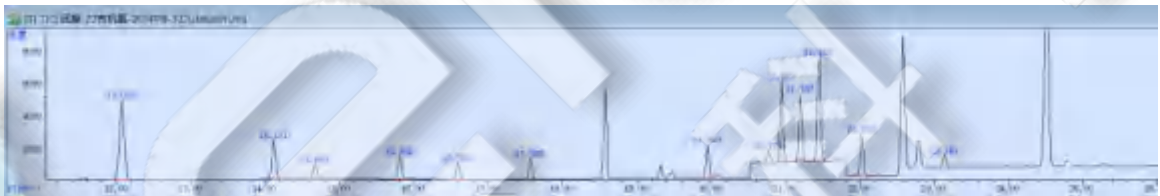


图 1. 有机氯混合对照品 0.2µg/mL 图谱

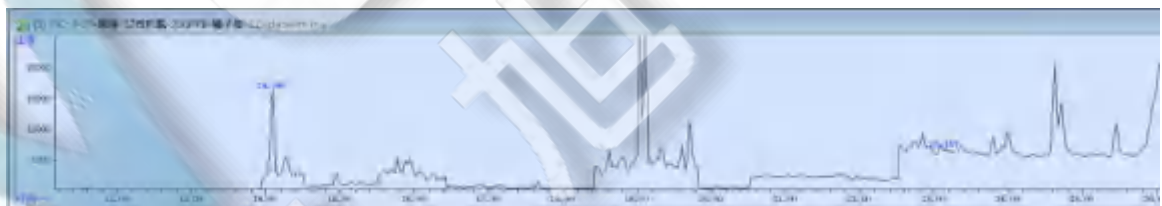


图 2. 橘子皮样品空白 图谱

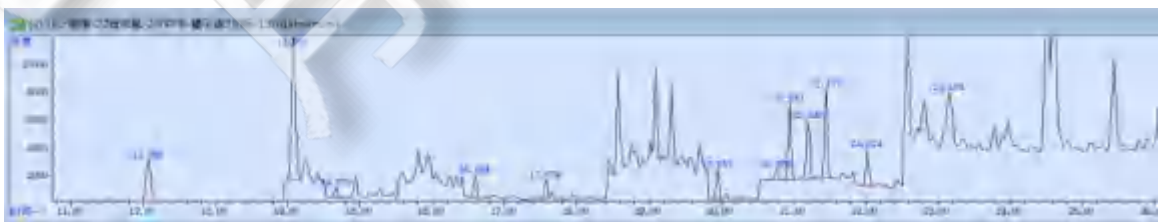


图 3. 橘子皮样加标 0.04mg/kg 图谱

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:321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

表 1.加标回收率表

数量	物质	加标水平	平均回收率	RSD 值
1	六氯苯	0.04mg/kg	65%	4.35%
2	$\beta$ -666		90%	2.55%
3	五氯硝基苯		82%	3.88%
4	七氯		127%	3.46%
5	艾氏剂		111%	3.42%
6	环氧七氯 B		111%	1.88%
7	硫丹 I		101%	0.45%
8	反式氯丹		108%	2.11%
9	顺式氯丹		116%	0.03%
10	P, P' -DDE		96%	0.44%
11	狄氏剂		99%	0.38%
12	P, P' -DDD		123%	5.70%

## 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
03907-22001	气相色谱柱	WM-1701, 30m×0.25mm, 0.25 $\mu$ m

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