

# 目 次

前 言 .....	ii
1 适用范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 方法原理 .....	1
4 试剂和材料 .....	1
5 仪器和设备 .....	3
6 样品 .....	4
7 分析步骤 .....	8
8 结果计算与表示 .....	10
9 精密度和准确度 .....	11
10 质量保证和质量控制 .....	12
11 废物处理 .....	13
12 注意事项 .....	13
附录 A （规范性附录） 方法检出限和测定下限 .....	14
附录 B （资料性附录） 目标化合物的测定参考参数 .....	16
附录 C （资料性附录） 方法的精密度和准确度 .....	17

## 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》，保护环境，保障人体健康，规范固体废物及其浸出液中有机氯农药的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固体废物及其浸出液中23种有机氯农药的气相色谱-质谱法。

本标准的附录A为规范性附录，附录B和附录C为资料性附录。

本标准首次发布。

本标准由环境保护部环境监测司和科技标准司组织制订。

本标准起草单位：河南省环境监测中心。

本标准验证单位：新乡市环境保护监测站、河南省环境科学研究院、郑州市环境保护监测中心站、开封市环境监测站、中国地质科学院水文地质环境地质研究所和河南省环境监测中心。

本标准环境保护部2017年12月29日批准。

本标准自2018年4月1日起实施。

本标准由环境保护部解释。

# 固体废物 有机氯农药的测定 气相色谱-质谱法

警告：实验中所用的有机溶剂和标准物质为有毒物质，标准溶液配制及样品前处理过程应在通风橱中进行；操作时应按规定佩戴防护器具，避免直接接触皮肤和衣物。

## 1 适用范围

本标准规定了测定固体废物及其浸出液中有机氯农药的气相色谱-质谱法。

本标准适用于固体废物及其浸出液中 $\alpha$ -六六六、六氯苯、 $\beta$ -六六六、 $\gamma$ -六六六、 $\delta$ -六六六、七氯、艾氏剂、环氧七氯 B、 $\alpha$ -氯丹、硫丹 I、 $\gamma$ -氯丹、狄氏剂、*p,p'*-滴滴伊、异狄氏剂、硫丹 II、*p,p'*-滴滴滴、*o,p'*-滴滴涕、异狄氏剂醛、硫丹硫酸酯、*p,p'*-滴滴涕、异狄氏剂酮、甲氧滴滴涕、灭蚁灵等 23 种有机氯农药的测定。其他有机氯农药若通过验证，也可采用本标准测定。

当灰渣固体废物取样量为 10 g，定容体积为 1.0 ml 时，23 种有机氯农药的方法检出限为 0.02~0.09 mg/kg，测定下限为 0.08~0.36 mg/kg。当污泥固体废物取样量为 2 g，定容体积为 1.0 ml 时，23 种有机氯农药的方法检出限为 0.2~0.8 mg/kg，测定下限为 0.8~3.2 mg/kg。

当浸出液取样体积为 100 ml，定容体积为 10 ml 时，23 种有机氯农药的方法检出限为 0.04~0.1 mg/L，测定下限为 0.16~0.4 mg/L。

固体废物及其浸出液的方法检出限和测定下限详见附录 A。

## 2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

- HJ 765 固体废物 有机物的提取 微波萃取法
- HJ 782 固体废物 有机物的提取 加压流体萃取法
- HJ/T 20 工业固体废物采样制样技术规范
- HJ/T 298 危险废物鉴别技术规范
- HJ/T 299 工业固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法
- HJ/T 300 工业固体废物 浸出毒性浸出方法 醋酸缓冲溶液法

## 3 方法原理

固体废物和浸出液中的有机氯农药经提取、净化、浓缩、定容后，用气相色谱分离、质谱检测。根据质谱图、保留时间、碎片离子质荷比及其丰度定性，内标法定量。

## 4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂。实验用水为新制备的纯水或

蒸馏水。

- 4.1 丙酮 (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)：农残级。
- 4.2 正己烷 (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>)：农残级。
- 4.3 二氯甲烷 (CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>)：农残级。
- 4.4 乙酸乙酯 (C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>)：农残级。
- 4.5 环己烷 (C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>)：农残级。
- 4.6 乙醚 (C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>O)：农残级。
- 4.7 正己烷-丙酮混合溶剂 I：1+1。  
用正己烷 (4.2) 和丙酮 (4.1) 按 1:1 体积比混合。
- 4.8 正己烷-丙酮混合溶剂 II：9+1。  
用正己烷 (4.2) 和丙酮 (4.1) 按 9:1 体积比混合。
- 4.9 二氯甲烷-丙酮混合溶剂：1+1。  
用二氯甲烷 (4.3) 和丙酮 (4.1) 按 1:1 体积比混合。
- 4.10 正己烷-乙醚混合溶剂 I：94+6。  
用正己烷 (4.2) 和乙醚 (4.6) 按 94:6 体积比混合。
- 4.11 正己烷-乙醚混合溶剂 II：85+15。  
用正己烷 (4.2) 和乙醚 (4.6) 按 85:15 体积比混合。
- 4.12 正己烷-乙醚混合溶剂 III：1+1。  
用正己烷 (4.2) 和乙醚 (4.6) 按 1:1 体积比混合。
- 4.13 正己烷-二氯甲烷混合溶剂 I：1+1。  
用正己烷 (4.2) 和二氯甲烷 (4.3) 按 1:1 体积比混合。
- 4.14 正己烷-二氯甲烷混合溶剂 II：74+26。  
用正己烷 (4.2) 和二氯甲烷 (4.3) 按 74:26 体积比混合。
- 4.15 凝胶渗透色谱流动相。  
用乙酸乙酯 (4.4) 和环己烷 (4.5) 按 1:1 体积比混合，或按仪器说明书配制其他溶剂体系。
- 4.16 硝酸： $\rho$  (HNO<sub>3</sub>) = 1.42 g/ml，优级纯。
- 4.17 硝酸溶液：1+1。  
用硝酸 (4.16) 和水按 1:1 体积比混合配制。
- 4.18 有机氯农药标准贮备液： $\rho$  = 1 000~5 000 mg/L。可直接购买市售有证标准溶液。
- 4.19 有机氯农药标准使用液： $\rho$  = 200~500 mg/L。  
用正己烷-丙酮混合溶剂 I (4.7) 对有机氯农药标准贮备液 (4.18) 稀释配制，并混匀。
- 4.20 内标贮备液： $\rho$  = 5 000 mg/L。  
选用五氯硝基苯作为内标。可直接购买市售有证标准溶液。亦可选用菲-d<sub>10</sub> 和蒽-d<sub>12</sub> 做内标。
- 4.21 内标使用液： $\rho$  = 500 mg/L。  
量取 1.0 ml 内标贮备液 (4.20) 于 10 ml 容量瓶中，用正己烷-丙酮混合溶剂 I (4.7) 稀释至标线，混匀。

4.22 替代物标准贮备液： $\rho=1\ 000\sim 5\ 000\ \text{mg/L}$ 。

选用十氯联苯或 2,4,5,6-四氯-间-二甲苯和氯茵酸二丁酯作为替代物。可直接购买市售有证标准溶液。

4.23 替代物标准使用液： $\rho=200\sim 400\ \text{mg/L}$ 。

用正己烷-丙酮混合溶剂 I (4.7) 对替代物标准贮备液 (4.22) 稀释配制，并混匀。

4.24 十氟三苯基磷 (DFTPP) 标准溶液： $\rho=50\ \text{mg/L}$ 。

可直接购买市售有证标准溶液。其他浓度用二氯甲烷 (4.3) 稀释成  $50\ \text{mg/L}$  浓度。

4.25 凝胶渗透色谱校准标准溶液。

含玉米油 ( $25\ \text{mg/ml}$ )、邻苯二甲酸二 (2-二乙基己基) 酯 ( $1\ \text{mg/ml}$ )、甲氧滴滴涕 ( $200\ \text{mg/L}$ )、苝 ( $20\ \text{mg/L}$ ) 和硫 ( $80\ \text{mg/L}$ ) 的混合溶液。可直接购买市售有证标准溶液。

4.26 干燥剂：优级纯无水硫酸钠 ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) 或粒状硅藻土  $150\sim 250\ \mu\text{m}$  ( $100\sim 60$  目)。

在马弗炉中  $400^\circ\text{C}$  烘烤 4 h，冷却后装入具塞磨口玻璃瓶中密封，于干燥器中保存。

4.27 氯化钠 ( $\text{NaCl}$ )。

置于马弗炉中  $400^\circ\text{C}$  烘烤 4 h，冷却后装入具塞磨口玻璃瓶中密封，置于干燥器中保存。

4.28 铜粉：纯度  $\geq 99.5\%$ 。

使用前用硝酸溶液 (4.17) 去除铜粉表面的氧化物，用水冲洗除酸，再用丙酮 (4.1) 清洗，然后用高纯氮气 (4.35) 吹干待用，每次临用前处理，保持铜粉表面光亮。

4.29 硅酸镁： $75\sim 150\ \mu\text{m}$  ( $200\sim 100$  目)。

置于表面皿中，以铝箔纸轻覆， $130^\circ\text{C}$  下在烘箱中烘烤 12 h，取出放入干燥器中冷却、待用。临用前处理。

4.30 层析柱：内径  $20\ \text{mm}$ ，长  $10\sim 20\ \text{cm}$ ，具聚四氟乙烯活塞，材质为玻璃或其他同等性能材料。

4.31 硅酸镁固相萃取柱： $1\ 000\ \text{mg}/6\ \text{ml}$ ，或其他同等效果规格。

4.32 石英砂： $150\sim 830\ \mu\text{m}$  ( $100\sim 20$  目)

置于马弗炉中  $400^\circ\text{C}$  烘烤 4 h，冷却后装入具塞磨口玻璃瓶中密封保存。

4.33 玻璃棉或玻璃纤维滤膜。

使用前用二氯甲烷-丙酮混合溶剂 (4.9) 浸洗，待溶剂挥发后，贮于具塞磨口玻璃瓶中密封保存。

4.34 玻璃纤维或天然纤维材质套筒。

使用前将玻璃纤维套筒置于马弗炉中  $400^\circ\text{C}$  烘烤 4 h，天然纤维材质套筒用和样品提取相同的溶剂处理。

4.35 高纯氮气：纯度  $\geq 99.999\%$ 。

4.36 高纯氮气：纯度  $\geq 99.999\%$ 。

## 5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪：具有电子轰击源 (EI 源)。

5.2 色谱柱：石英毛细管柱， $30\ \text{m}\times 0.25\ \text{mm}\times 0.25\ \mu\text{m}$ ，固定相为 5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷，或其他等效的毛细管色谱柱。

- 5.3 提取装置：索氏提取器或加压流体萃取仪等性能相当的设备。
- 5.4 凝胶渗透色谱仪：具 254 nm 固定波长紫外检测器，填充凝胶填料的净化柱。
- 5.5 浓缩装置：氮吹浓缩仪、旋转蒸发仪或其他浓缩装置。
- 5.6 真空冷冻干燥仪：空载真空度达 13 Pa 以下。
- 5.7 翻转式振荡仪。
- 5.8 固相萃取装置。
- 5.9 一般实验室常用仪器和设备。

## 6 样品

### 6.1 样品采集和保存

按照 HJ/T 20 和 HJ/T 298 的相关规定进行固体废物样品的采集和保存。样品应于洁净的具塞磨口棕色玻璃瓶中保存。运输过程中应密封、避光、4℃以下冷藏。运至实验室后，若不能及时分析，应于 4℃以下冷藏、避光、密封保存，保存时间不超过 10 d。

### 6.2 样品的制备

#### 6.2.1 固体废物浸出液的制备

固体废物浸出液的制备按照 HJ/T 299 或 HJ/T 300 的相关规定执行。

#### 6.2.2 固体废物样品的制备

固体废物样品的制备按照 HJ 782 或 HJ 765 的相关规定执行。

### 6.3 试样的制备

#### 6.3.1 固体废物浸出液试样的制备

##### 6.3.1.1 萃取

取 100 ml 固体废物浸出液（6.2.1）转入合适体积的分液漏斗中，加入 10~20 μl 的替代物标准使用液（4.23）和适量氯化钠（4.27），再加入 20 ml 二氯甲烷（4.3），充分振荡、静置分层后，有机相经装有适量无水硫酸钠（4.26）的漏斗进行脱水，收集有机相于浓缩瓶中，再重复萃取一次，合并有机相，用少量二氯甲烷（4.3）反复洗涤漏斗和硫酸钠层 2~3 次，合并有机相，待浓缩。

注 1：如果浸出液浓度较高可适当减少取样量。

注 2：萃取过程如出现乳化现象，可通过冷冻和搅拌等方法破乳。

##### 6.3.1.2 浓缩

使用氮吹浓缩仪时应在室温条件下，开启氮气至溶剂表面有气流波动（避免形成气涡），用二氯甲烷（4.3）多次洗涤氮吹过程中已露出的浓缩器壁，将萃取液浓缩到 5 ml 左右，无需净化时，全部转移，加入适量内标使用液（4.21），定容至 10.0 ml，混匀，待测。如需净化，继续浓缩至 2 ml，加入约 5 ml 正己烷（4.2）并浓缩至约 1 ml，重复此浓缩过程 2 次，浓缩至 1 ml，待净化。亦可使用其他同等效果的浓缩方法。

### 6.3.1.3 净化

将硅酸镁固相萃取柱（4.31）固定在固相萃取装置（5.8）上，用 4 ml 正己烷（4.2）淋洗，再加入 5 ml 正己烷（4.2），关闭控制阀，浸润 5 min，然后缓慢打开控制阀。继续加入 5 ml 正己烷（4.2），在柱填料暴露于空气之前，关闭控制阀，弃去流出液。将浓缩后的萃取液（6.3.1.2）转移至硅酸镁固相萃取柱中，用 2 ml 正己烷（4.2）分次洗涤浓缩瓶，洗液全部转入硅酸镁固相萃取柱中。缓慢打开控制阀，在柱填料暴露于空气之前关闭控制阀。缓慢打开控制阀，用 9 ml 正己烷-丙酮混合溶剂 II（4.8）以 1 ml/min 的速度洗脱，收集全部洗脱液，加入适量内标使用液（4.21），定容至 10.0 ml，混匀，待测。

也可使用其他等效净化方法。

### 6.3.2 固体废物试样的制备

#### 6.3.2.1 水性液态固体废物

称取 10.0 g（精确到 0.01 g）样品，加入 90 ml 水，混匀后全部转入分液漏斗中，其余步骤按照 6.3.1.1 至 6.3.1.3 步骤进行。

#### 6.3.2.2 油状液态固体废物

称取适量或 10.0 g（精确到 0.01 g）样品，加入适量二氯甲烷（4.3）至样品完全溶解，混匀后全部转入分液漏斗中，加 100 ml 水，其余步骤按照 6.3.1.1 至 6.3.1.3 步骤进行。

#### 6.3.2.3 固态和半固态固体废物

##### 6.3.2.3.1 提取

提取方法可选择索氏提取、加压流体萃取、微波萃取或其他等效萃取方法，萃取溶剂为正己烷-丙酮混合溶剂 I（4.7）或二氯甲烷-丙酮混合溶剂（4.9）。

a) 索氏提取：将脱水后固体废物样品（6.2.2）全部转入玻璃纤维或天然纤维材质套筒（4.34）中，加入曲线中间点附近浓度的替代物标准使用液（4.23），将套筒小心置于索氏提取器回流管中，在圆底溶剂瓶中加入 100 ml 正己烷-丙酮混合溶剂 I（4.7），提取 16~18 h，回流速度控制在 4~6 次/h。提取完毕，取出底瓶，待浓缩。

b) 加压流体萃取：按照 HJ 782 步骤进行提取。

c) 微波萃取：按照 HJ 765 步骤进行提取。

注 1：有机物含量较高的固体废物样品可适当减少取样量。

注 2：如果提取液存在明显水分，需要进一步过滤和脱水。在玻璃漏斗上垫一层玻璃棉或玻璃纤维滤膜（4.33），加入约 5 g 无水硫酸钠（4.26），将提取液过滤至浓缩器皿中。再用少量正己烷-丙酮混合溶剂 I（4.7）洗涤提取容器 3 次，洗涤液并入漏斗中过滤，最后再用少量正己烷-丙酮混合溶剂 I（4.7）冲洗漏斗，全部收集至浓缩器皿中，待浓缩。

##### 6.3.2.3.2 浓缩

推荐使用以下两种浓缩方法。其他方法经验证满足要求也可使用。

###### a) 氮吹

按照 6.3.1.2 中氮吹浓缩的操作步骤执行。

###### b) 旋转蒸发

加热温度根据溶剂沸点设置在 30~60℃，将提取液（6.3.2.3.1）浓缩至约 10 ml，停止

浓缩。用一次性滴管将浓缩液转移至具刻度浓缩器皿中，并用少量正己烷-丙酮混合溶剂 I（4.7）将旋转蒸发瓶底部冲洗 2 次，合并全部的浓缩液，再用氮吹浓缩至 10 ml 以下，转移完全，加入适量内标使用液（4.21），定容于 10.0 ml，混匀后，待测。如需净化，继续浓缩至 1~2 ml，待净化。

注：当后续净化步骤选用凝胶渗透色谱法时，用氮吹将提取液浓缩至 5 ml 以下，加入约 10 ml 凝胶渗透色谱流动相（4.15），浓缩至 1~2ml，待净化。

### 6.3.2.3.3 净化

浓缩后提取液（6.3.2.3.2）可采用硅酸镁层析柱、凝胶渗透色谱或硅酸镁小柱净化。其他方法经验证满足要求也可使用。

#### a) 硅酸镁层析柱净化

##### 1) 硅酸镁层析柱制备

在层析柱（4.30）底部填入玻璃棉（4.33），依次加入约 1.5 cm 厚的无水硫酸钠（4.26）和 20 g 硅酸镁（4.29），轻敲层析柱壁，使硅酸镁（4.29）填充均匀。再添加约 1.5 cm 厚的无水硫酸钠（4.26）。如需脱硫，在柱上端加入约 2 g 铜粉（4.28）。加入 60 ml 正己烷（4.2）淋洗，同时轻敲层析柱壁，赶出气泡，使硅酸镁填实，保持填料充满正己烷（4.2），关闭活塞，浸泡填料至少 10 min。打开活塞的同时，继续加入 60 ml 正己烷（4.2）淋洗，在上端无水硫酸钠层暴露于空气之前，关闭活塞，待用。

##### 2) 净化

将浓缩后提取液（6.3.2.3.2）转至硅酸镁层析柱内，并用 2 ml 正己烷（4.2）分两次清洗浓缩器皿，全部移入制备好的硅酸镁层析柱，并将此溶液浸没在铜粉中约 5 min。

于硅酸镁层析柱下置一圆底烧瓶，打开活塞使提取液至液面刚没过硫酸钠层，关闭活塞。用 200 ml 正己烷-乙醚混合溶剂 I（4.10）淋洗层析柱，洗脱液速度保持在 5 ml/min，收集全部淋洗液。此洗脱液包含多氯联苯及六六六、滴滴涕、氯丹等大部分有机氯农药。然后用 200 ml 正己烷-乙醚混合溶剂 II（4.11）再次淋洗层析柱，此洗脱液包含硫丹 II、硫丹硫酸酯、异狄氏剂醛和异狄氏剂酮等有机氯农药。再用 200 ml 正己烷-乙醚混合溶剂 III（4.12）淋洗层析柱，此洗脱液将剩余硫丹 II、硫酸盐硫丹、异狄氏剂醛和异狄氏剂酮等有机氯农药完全淋洗，参见表 1。合并全部淋洗液，待再次浓缩（6.3.2.3.2）后，加入适量内标使用液（4.21），定容至 10.0 ml，混匀，待测。

注：其他淋洗体系在被验证对目标物有较好的净化效果时也可采用。

表 1 各组分在硅酸镁层析柱不同阶段参考洗脱率

序号	化合物名称	正己烷-乙醚混合溶剂 I	正己烷-乙醚混合溶剂 II	正己烷-乙醚混合溶剂 III
1	α-六六六	95.2%		
2	六氯苯	107.3%		
3	β-六六六	111.3%		
4	γ-六六六	105.5%		
5	δ-六六六	122.6%		
6	七氯	107.9%		
7	艾氏剂	109.5%		
8	环氧七氯 B	105.6%		

9	$\alpha$ -氯丹	113.8%		
10	硫丹 I	114.5%		
11	$\gamma$ -氯丹	108.4%		
12	狄氏剂	118.3%		
13	p,p'-滴滴伊	104.4%		
14	异狄氏剂	123.8%		
15	硫丹 II	7.4%	60.9%	7.2%
16	p,p'-滴滴滴	120.5%		
17	硫酸盐硫丹	5.8%	33.6%	40.0%
18	异狄氏剂醛	2.0%	31.2%	78.4%
19	o,p'-滴滴涕	111.8%		
20	异狄氏剂酮	11.0%	79.1%	7.1%
21	p,p'-滴滴涕	117.4%		
22	甲氧滴滴涕	121.8%		
23	灭蚁灵	99.8%		

## b) 凝胶渗透色谱净化

### 1) 凝胶渗透色谱柱的校准

按照仪器说明书对凝胶渗透色谱柱进行校准，得到的色谱峰应满足以下条件：所有峰形均匀对称；玉米油和邻苯二甲酸二（2-二乙基己基）酯的色谱峰之间分辨率大于 85%；邻苯二甲酸二（2-二乙基己基）酯和甲氧滴滴涕的色谱峰之间分辨率大于 85%；甲氧滴滴涕和茛的色谱峰之间分辨率大于 85%；茛和硫的色谱峰不能重叠，基线分离大于 90%。

### 2) 确定收集时间

有机氯农药的初步收集时间限定在玉米油出峰后至硫出峰前，茛洗脱出以后，立即停止收集。然后用有机氯农药标准使用液（4.19）直接进样获得标准谱图，根据标准谱图确定起始和停止收集时间，测定其回收率。确定的收集时间应保证目标物回收率 $\geq 90\%$ 。

### 3) 上机净化

按照确定后的收集时间将浓缩后提取液依次放置好，编程后开启仪器自动净化、收集流出液，再次浓缩（6.3.2.3.2）后，加入适量内标使用液（4.21），定容至 10.0 ml，混匀，待测。

## c) 硅酸镁小柱净化

按照 6.3.1.3 中硅酸镁小柱净化的步骤进行。

## 6.4 空白试样的制备

### 6.4.1 固体废物浸出液空白试样

用石英砂（4.32）代替实际样品，按照与固体废物浸出液样品制备（6.2.1）和固体废物浸出液试样制备（6.3.1）的相同步骤制备空白试样。

### 6.4.2 固体废物空白试样

用石英砂（4.32）代替实际样品，按照与固体废物试样制备（6.3.2）的相同步骤制备空白试样。

## 7 分析步骤

### 7.1 仪器参考条件

#### 7.1.1 气相色谱参考条件

进样口：温度250℃，不分流。

进样量：1.0 μl。

柱流量：1.0 ml/min（恒流）。

柱温：120℃保持2 min；以12℃/min速率升至180℃，保持5 min；再以7℃/min速率升至240℃，保持1 min；再以1℃/min速率升至250℃，保持2 min；再以10℃/min速率升至280℃保持2 min。

#### 7.1.2 质谱参考条件

电子轰击源：EI；

离子源温度：230℃；

离子化能量：70 eV；

接口温度：280℃；

四级杆温度：150℃；

质量扫描范围：45~450 amu；

溶剂延迟时间：5 min。

数据采集方式：全扫描（SCAN）或选择离子模式（SIM）模式。

## 7.2 校准

### 7.2.1 质谱性能检查

每次分析前，应进行质谱自动调谐，再将气相色谱和质谱仪设定至分析方法要求的仪器条件，并处于待机状态，通过气相色谱进样口直接注入1.0 μl 十氟三苯基膦（DFTPP）标准溶液（4.24），得到十氟三苯基膦质谱图，其质量碎片的离子丰度应全部符合表2中的要求，否则需清洗质谱仪离子源。

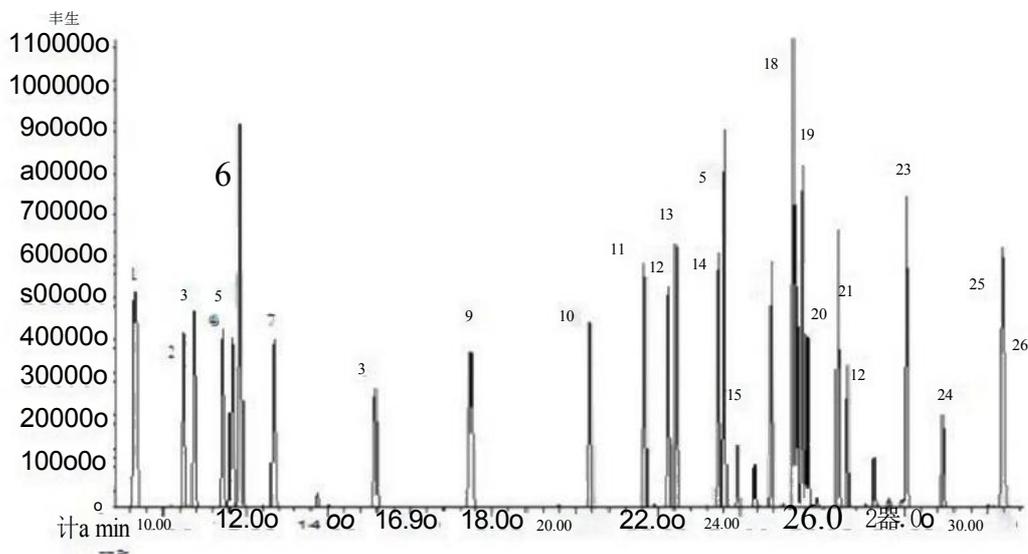
表2 十氟三苯基膦（DFTPP）关键离子及离子丰度评价

质荷比 ( $m/z$ )	相对丰度规范	质荷比 ( $m/z$ )	相对丰度规范
51	198 峰（基峰）的 30%~60%	199	198 峰的 5%~9%
68	小于 69 峰的 2%	275	基峰的 10%~30%
70	小于 69 峰的 2%	365	大于基峰的 1%
127	基峰的 40%~60%	441	存在且小于 443 峰
197	小于 198 峰的 1%	442	基峰或大于 198 峰的 40%
198	基峰，丰度 100%	443	442 峰的 17%~23%

## 7.2.2 校准曲线的建立

取 5 个 5ml 容量瓶, 预先加入 2 ml 正己烷-丙酮混合溶剂 I(4.7), 分别移取适量的有机氯农药标准使用液(4.19)、替代物标准使用液(4.23)和内标使用液(4.21), 用正己烷-丙酮混合溶剂 I(4.7) 定容后, 混匀, 配制成 5 个质量浓度点的标准系列, 目标物及替代物的质量浓度依次为 1.00  $\mu\text{g/ml}$ 、5.00  $\mu\text{g/ml}$ 、10.0  $\mu\text{g/ml}$ 、20.0  $\mu\text{g/ml}$ 、50.0  $\mu\text{g/ml}$ , 内标质量浓度均为 40.0  $\mu\text{g/ml}$ 。按照仪器参考条件(7.1), 从低浓度到高浓度依次进样分析。以目标化合物质量浓度为横坐标; 以目标化合物与内标化合物定量离子响应值的比值和内标化合物质量浓度的乘积为纵坐标, 建立校准曲线。

在本标准推荐的仪器参考条件下, 目标物的总离子流谱图见图 1。



1. 2,4,5,6-四氯间二甲苯(替代物); 2.  $\alpha$ -六六六; 3. 六氯苯; 4.  $\beta$ -六六六; 5.  $\gamma$ -六六六; 6. 五氯硝基苯(内标); 7. 8-六六六; 8. 七氯; 9. 艾氏剂; 10. 环氧七氯B; 11.  $\alpha$ -氯丹; 12. 硫丹I; 13.  $\gamma$ -氯丹; 14. 狄氏剂; 15. p,p'-滴滴伊; 16. 异狄氏剂; 17. 硫丹; 18. p,p'-滴滴涕; 19. o,p'-滴滴涕; 20. 异狄氏剂醛; 21. 硫丹硫酸酯; 22. p,p'-滴滴涕; 23. 异狄氏剂酮; 24. 甲氧滴滴涕; 25. 灭蚁灵; 26. 氯茵酸二丁酯(替代物)。

图 1 23种有机氯农药参考标准的总离子流图

## 7.3 试样测定

按照与校准曲线的建立(7.2.2)相同的仪器分析条件进行试样(6.3)的测定。

## 7.4 空白试验

按照与试样测定(7.3)相同的仪器分析条件进行空白试样(6.4)的测定。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。  
如要下载或阅读全文，请访问：

<https://d.book118.com/756242214004010241>