



中华人民共和国海洋行业标准

HY/T 260—2018

海洋沉积物中六溴环十二烷的测定 高效液相色谱-串联质谱法

Determination of hexabromocyclododecanes in marine sediment—
High performance liquid chromatography tandem mass spectrometry

2018-07-30 发布

2018-11-01 实施

中华人民共和国自然资源部 发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法原理	1
4 试剂或材料	1
5 仪器设备	2
6 样品	2
7 试验步骤	2
8 试验数据处理	4
9 精密度	4
10 灵敏度	5
附录 A (资料性附录) 六溴环十二烷标准溶液色谱图和质谱图	6
附录 B (资料性附录) 海洋沉积物中六溴环十二烷分析记录表	7

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国自然资源部提出。

本标准由全国海洋标准化技术委员会海洋环境保护分技术委员会(SAC/TC 283/SC 1)归口。

本标准主要起草单位:浙江省海洋水产研究所、浙江省海洋监测预报中心。

本标准主要起草人:郭远明、张帅、李铁军、张小军、严忠雍、方益、孙秀梅、陈雪昌、梅光明、李佩佩、宋珺珺。

海洋沉积物中六溴环十二烷的测定

高效液相色谱-串联质谱法

1 范围

本标准规定了采用高效液相色谱-串联质谱法测定海洋沉积物中六溴环十二烷(HBCD)的方法原理、样品贮存、操作步骤及结果计算等方法。

本标准适用于大洋、近海、近岸及河口海洋沉积物中 α -HBCD、 β -HBCD和 γ -HBCD的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 17378.2 海洋监测规范 第2部分:数据处理与分析质量控制

GB 17378.3—2007 海洋监测规范 第3部分:样品采集、贮存与运输

3 方法原理

海洋沉积物中的六溴环十二烷经正己烷提取后,旋蒸浓缩,经硅胶固相萃取柱净化,氮气吹干用甲醇定容,通过高效液相色谱柱分离,以甲醇、乙腈和水为流动相进行洗脱,用高效液相色谱-串联质谱法测定 α -HBCD、 β -HBCD和 γ -HBCD的含量,内标法定量。

4 试剂或材料

4.1 除非另有说明,本标准所用试剂均为分析纯,水符合GB/T 6682一级水要求。

4.2 正己烷(C_6H_{14}):色谱纯。

4.3 甲醇(CH_3OH):色谱纯。

4.4 乙腈(CH_3CN):色谱纯。

4.5 二氯甲烷(CH_2Cl_2):色谱纯。

4.6 六溴环十二烷(HBCD)单标储备液:标准物质, α -HBCD、 β -HBCD、 γ -HBCD质量浓度均为 $100\mu g/mL$ 。

4.7 六溴环十二烷同位素(^{13}C -HBCD)单标储备液:标准物质, ^{13}C - α -HBCD、 ^{13}C - β -HBCD、 ^{13}C - γ -HBCD质量浓度均为 $50.0\mu g/mL$ 。

4.8 六溴环十二烷混合标准中间液:分别准确移取 $0.50mL$ α -HBCD、 β -HBCD、 γ -HBCD标准溶液(4.6),用甲醇稀释至 $50.00mL$,配成 α -HBCD、 β -HBCD、 γ -HBCD质量浓度均为 $1.00\mu g/mL$ 的混合溶液, $4^\circ C$ 冷藏保存,有效期6个月。

4.9 六溴环十二烷混合标准使用液:准确移取 $1.00mL$ 六溴环十二烷混合标准中间液(4.8),用甲醇稀释至 $10.00mL$, α -HBCD、 β -HBCD、 γ -HBCD质量浓度均为 $100ng/mL$ 的混合溶液, $4^\circ C$ 冷藏保存,有效期1个月。