



# 中华人民共和国海洋行业标准

HY/T 261—2018

---

## 海水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 seawater—  
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) 海水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:陈雪昌、方益、张小军、严忠雍、张帅、孙秀梅、郭远明、梅光明、李佩佩、李铁军、宋珺珺。

# 海水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-串联质谱法测定海水中六溴环十二烷(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、近岸及河口海水中 $\alpha$ -HBCD、 $\beta$ -HBCD和 $\gamma$ -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

海水中的六溴环十二烷经正己烷萃取,萃取液经无水硫酸钠脱水、硅胶柱净化浓缩后,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 $\alpha$ -HBCD、 $\beta$ -HBCD和 $\gamma$ -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 无水硫酸钠( $Na_2SO_4$ ):650℃灼烧4h,置于干燥器中备用。

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

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

4.9 六溴环十二烷混合标准中间液:分别准确移取0.50mL $\alpha$ -HBCD、 $\beta$ -HBCD、 $\gamma$ -HBCD标准溶液(4.7),用甲醇稀释至50.00mL,配成 $\alpha$ -HBCD、 $\beta$ -HBCD、 $\gamma$ -HBCD质量浓度均为1.00 $\mu$ g/mL的混合溶液,4℃冷藏保存,有效期6个月。

4.10 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(4.9),用甲醇