



中华人民共和国水产行业标准

SC/T 9420—2015

水产养殖环境(水体、底泥)中多溴联苯醚 的测定 气相色谱—质谱法

Determination of polybrominated diphenyl ethers in water and sediment from the
aquaculture environment by GC-MS

2015-02-09 发布

2015-05-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由农业部渔业渔政管理局提出。

本标准由全国水产标准化技术委员会渔业资源分技术委员会(SAC/TC 156/SC 10)归口。

本标准起草单位:农业部水产种质与渔业环境质量监督检验测试中心(青岛)、中国水产科学研究院黄海水产研究所。

本标准主要起草人:周明莹、曲克明、陈碧鹃、马绍赛、夏斌、乔向英、冷凯良、邢丽红、孙伟红。

水产养殖环境(水体、底泥)中多溴联苯醚的测定 气相色谱—质谱法

1 范围

本标准规定了水产养殖环境(水体、底泥)中 BDE - 3、BDE - 15、BDE - 28、BDE - 47、BDE - 99、BDE - 100、BDE - 153、BDE - 154、BDE - 183、BDE - 203、BDE - 206 和 BDE - 209 12 种多溴联苯醚的气相色谱—质谱测定方法。

本标准适用于水产养殖环境(水体、底泥)中 12 种多溴联苯醚的测定。

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

3 样品保存

采集的水样置于棕色玻璃瓶中,在 0℃~5℃ 条件下避光保存,一周内完成分析。

采集的底泥样品置于广口棕色玻璃瓶中,在 -10℃ 以下避光保存,一月内完成分析。

4 测定方法

4.1 方法原理

水体中的多溴联苯醚用二氯甲烷提取,底泥样品中的多溴联苯醚用正己烷和丙酮混合溶剂超声提取。提取后的溶液用酸性硅胶柱净化,用配有 EI 源的气相色谱—质谱联用仪测定,内标法定量。

4.2 试剂和材料

以下所用试剂,除另有说明外,均为色谱纯试剂;所有试剂经气相色谱—质谱联用仪测定不得检出多溴联苯醚。

4.2.1 实验用水:GB/T 6682 规定的一级水。

4.2.2 二氯甲烷。

4.2.3 正己烷。

4.2.4 丙酮。

4.2.5 异辛烷。

4.2.6 甲苯。

4.2.7 无水硫酸钠:分析纯,550℃ 高温灼烧 4 h,冷却后存放于具有螺旋瓶盖的玻璃瓶中。

4.2.8 氯化钠:分析纯。

4.2.9 浓硫酸(含量 98%):优级纯。

4.2.10 铜粉(200 目,纯度 99.8%):分析纯,用(1+1)的盐酸溶液浸洗 10 min,倾去酸,用水洗至中性,用丙酮洗涤数次,置于盛有丙酮的具塞瓶中,使用时用氮气吹干。

4.2.11 活化硅胶(80 目~100 目):将层析硅胶用二氯甲烷清洗,150℃ 下烘干 2 h,干燥器中冷却后,存放于具有螺旋瓶盖的玻璃瓶中。