

应用方案集

第三方检测类分册

目 录

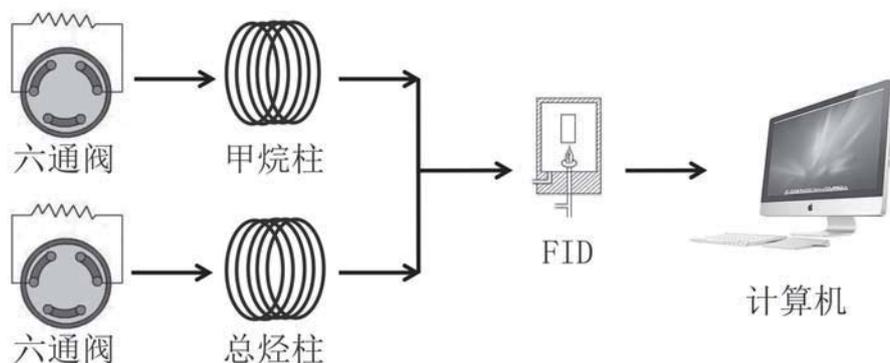
1. 空气中非甲烷总烃的含量测定·····(气相色谱法)	1
2. 气相色谱测定有机氯农药(六六六、滴滴涕)·····(气相色谱法)	4
3. 水中三氯甲烷和四氯化碳的含量测定·····(气相色谱-顶空法)	6
4. 室内环境中TVOC测定应用方案·····(气相色谱-热解析法)	8
5. 蔬菜中9种有机磷农药残留量的测定·····(气相色谱法)	13
6. 土壤中16种多环芳烃的测定·····(液相色谱法)	16
7. 离子色谱法检测饮用水中常规阴离子以及消毒副产物·····(离子色谱法)	18
8. 离子色谱法检测饮用水中常规阳离子·····(离子色谱法)	20
9. 土壤中的氯离子的测定·····(离子色谱法)	22
10. 水中挥发性有机物的分析检测·····(气质联用-吹扫捕集法)	24
11. 空气中挥发性有机物的分析检测·····(气质联用-二次热解析法)	28

第1章 空气中非甲烷总烃的含量测定

1-1 前言

非甲烷烃（NMHC）是除甲烷以外的所有可挥发性碳氢化合物，主要包括烷烃、烯烃、芳香烃和含氧烃等组分。大气中如果超过一定浓度会对人体产生危害作用，在日光照射下容易产生光化学烟雾，对环境和人类造成危害。多数国家采用气相色谱法，用双柱双氢火焰离子化检测器分别测出总烃和甲烷的含量，两者之差为 NMHC 的含量。我国《大气污染物综合排放标准》（GB16927-1996）的非甲烷总烃的厂界浓度标准为 $5\text{mg}/\text{m}^3$ 。本法采用双六通阀和单 FID 检测，减少不同 FID 的响应偏差，节约成本。符合标准 HJ/T 38-1999、HJ 604-2011。

1-2 检测流程图



1-3 仪器配置

名称	数量
GC1120主机	1台
填充柱进样口	2个
FID检测器	1套
色谱工作站	1套
甲烷柱	1根
总烃柱	1根
优质平面六通阀	2套

1-4 分析条件

载气流速	37 ml/min
氢气流速	26.5 ml/min
空气流速	110.0 ml/min
柱温	80℃
检测器	120℃
进样量	1 ml

1-5 实验结果

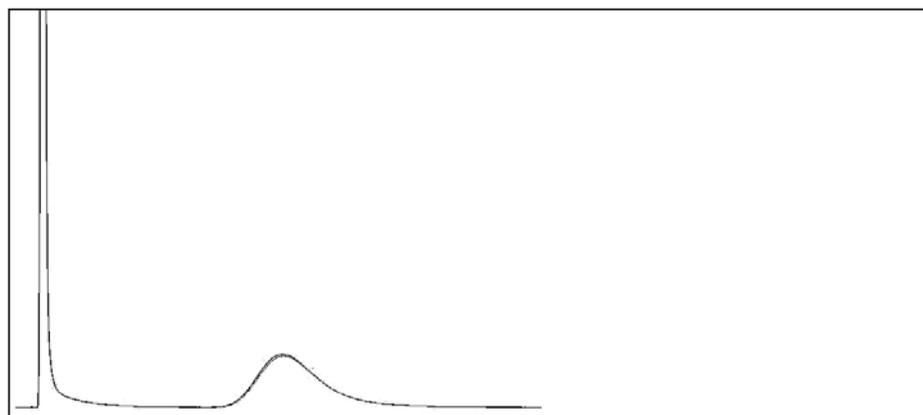
1-5-1 精密度实验

将浓度为 0.0197% 的标准气，在上述条件下连续进样 3 次，考察分析方法在同一浓度水平分析的精密度，结果如下表所示。

表 1 同一浓度标气连续进样 3 次的测定结果

No.	总烃		甲烷	
	Rt/min	A	Rt/min	A
1	0.364	667615.9	3.564	208743.9
2	0.369	642363.7	3.572	204315.2
3	0.361	665036.5	3.560	208056.2
RSD (%)	1.12	1.72	0.14	0.94

图 1 非甲烷总烃标气谱图



1-5-2 标准曲线

将一系列浓度的标准气由低浓度到高浓度进样，以峰面积（纵坐标 Y 轴）对标准品浓度（横坐标 X 轴，%）进行线性回归，求算标准曲线，结果如下表所示。

表 2 不同浓度混合标准气体测定结果

浓度 (%)	总烃	甲烷
0.0328	10669	3294
0.0656	20497	6288

图 2 总烃：校正方程：y=312.4548X+140.2943 相关系数：R=0.9997

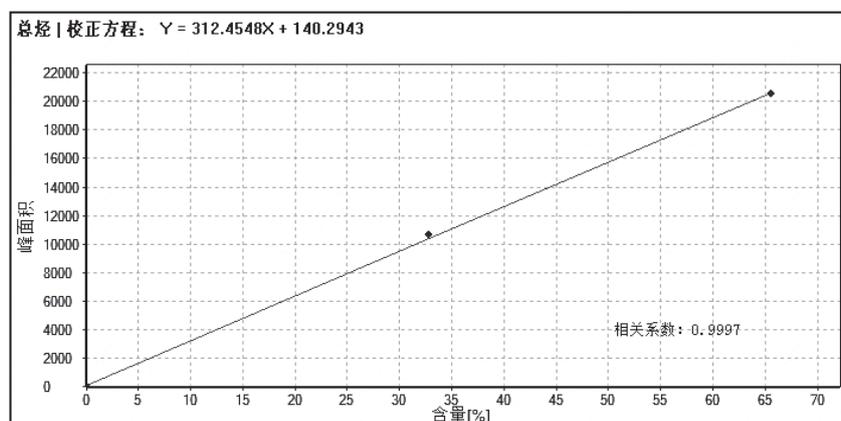
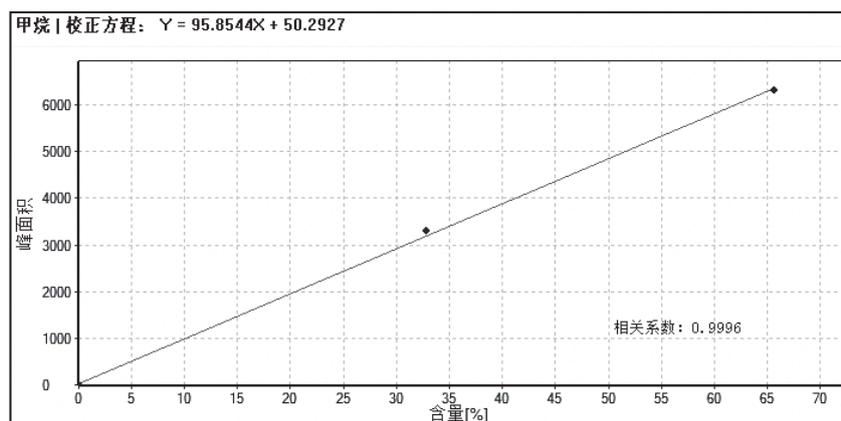


图3 甲烷：校正方程：y=95.8544X+50.2927相关系数：R=0.9996



1-6 结论

使用双六通阀并联双柱单 FID 检测器的接法也可以良好分离甲烷和总烃，此方法可避免不同检测器的响应干扰，而且符合 HJ/T 38—1999 的测定要求。

第2章 气相色谱测定有机氯农药（六六六、滴滴涕）

2-1 前言

有机氯农药是用于防治植物病、虫害的组成成分中含有有机氯元素的有机化合物。主要分为以苯为原料和以环戊二烯为原料的两大类。前者如使用最早、应用最广的杀虫剂 DDT 和六六六，以及杀螨剂三氯杀螨砜、三氯杀螨醇等，杀菌剂五氯硝基苯、百菌清、道丰宁。参考标准 GB/T 5009.19-2003。

2-2 仪器配置

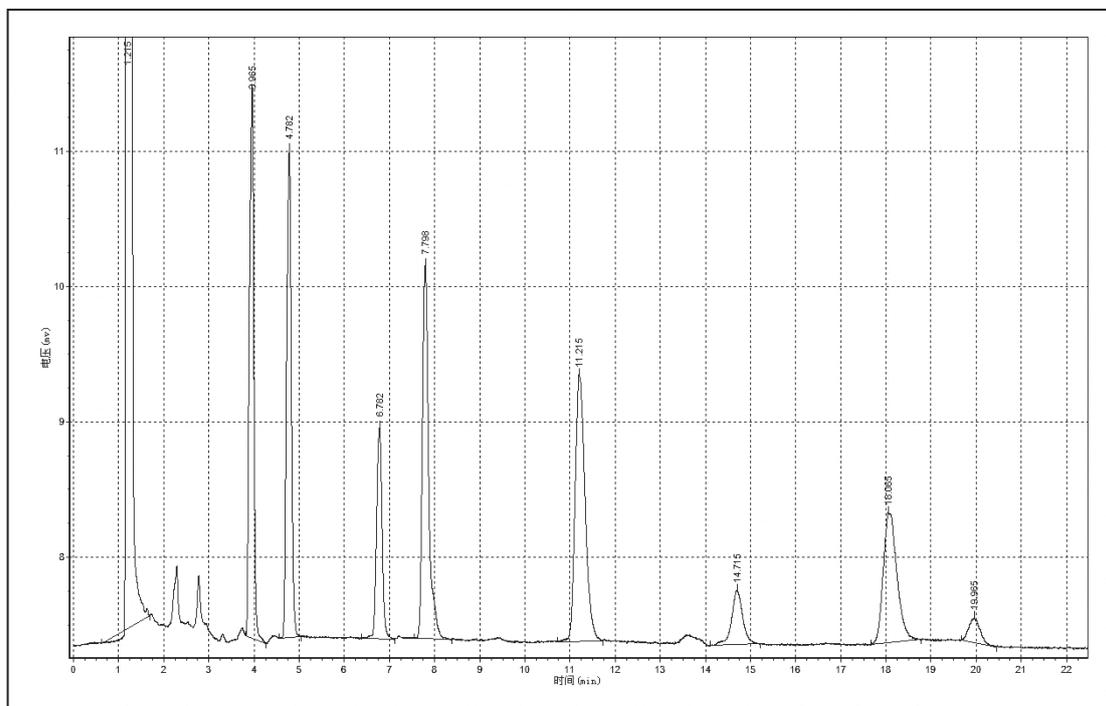
名称	数量
GC1120主机	1台
毛细管进样口	1个
ECD检测器	1套
色谱工作站	1套
有机氯农残专用柱	1根

2-3 试剂和分析条件

载气	4.0 (流速: 11.21 ml/min)
柱压	0.11 Mpa
分流	5.7 ml/min
尾吹	5.4T (29.0 ml/min)
放空	30 ml/min
柱温	220 °C
进样器	250 °C
检测器温度	260 °C
进样量	2 μl 样
浓度	10 ppb 的六六六, DDT 混合标样

2-4 实验结果

2-4-1 实验图谱



2-4-2 实验结果表

峰号	组分名	保留时间	峰高	峰面积	含量
1	溶剂	1.215	266997.563	1334153.500	89.5952
2	α -BHC	3.965	4092.163	27862.109	1.8711
3	γ -BHC	4.782	3542.933	26246.900	1.7626
4	β -BHC	6.782	1547.364	13339.800	0.8958
5	δ -BHC	7.798	2751.700	26685.699	1.7921
6	PP-DDE	11.215	1981.049	30276.199	2.0332
7	OP-DDT	14.715	398.909	6924.600	0.4650
8	PP-DDD	18.065	963.746	20426.699	1.3718
9	PP-DDT	19.965	177.000	3175.400	0.2000

第3章 水中三氯甲烷和四氯化碳的含量测定

3-1 前言

人们长期饮用含三氯甲烷和四氯化碳的水容易产生致癌和致畸等危害。本方法是参照 GB/T 5750.8-2006 标准，测定水中三氯甲烷和四氯化碳的含量。

3-2 检测流程

顶空瓶  顶空  ECD检测  分析结果

3-3 仪器配置

名称	数量
GC1120主机	1台
毛细管进样口	1个
ECD检测器	1套
色谱工作站	1套
SE-52色谱柱(30m*0.25mm*0.25um)	1根
半自动顶空进样器	1台

3-4 分析条件

3-4-1 顶空条件

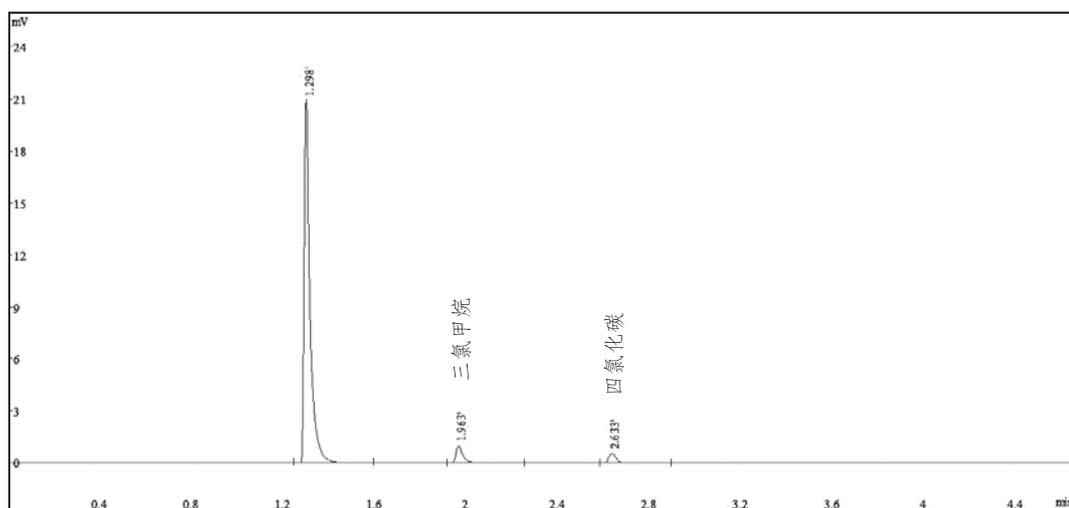
顶空加热温度	40℃
阀温度	70℃
管路温度	70℃
样品加热时间	40min
加压时间	10s
取样时间	10s
进样时间	10s

3-4-2 色谱条件

进样口	200℃
柱温	50℃
检测器	200℃

3-5 实验结果

图 1 实验图谱



第4章 室内环境中TVOC测定应用方案

4-1 前言

TVOC 是总挥发有机物的简称，来源广泛，有近千种之多。室外 TVOC 主要来自汽车尾气 (76%-92%)。在室内装饰过程中，TVOC 主要来自油漆，涂料和胶粘剂。据报道，室内 TVOC 浓度通常在 $0.2\text{mg}/\text{m}^3$ 到 $2\text{mg}/\text{m}^3$ 之间，而在不当装修施工中，甚至可高出数十倍。由于 TVOC 具有强挥发性，一般情况下，油漆施工后的 10 小时内，可挥发出 90%，而溶剂中的 TVOC 则在油漆风干过程只释放总量的 25%。TVOC 含量过大的话容易引起小儿白血病和致癌，国家也制定了相关标准。检测 TVOC 的技术设备要求较高，通常都采用气相色谱法检测，本方法是参照 GB/T 50325-2006 和 GB/T 18883-2001 标准，测定室内空气中 TVOC 的含量。

4-2 检测流程

样品采集  热解析  样品分析  分析结果

4-3 仪器配置

名称	数量
GC1120主机	1台
毛细管进样口	1个
FID检测器	1套
色谱工作站	1套
TVOC毛细管色谱柱 (50m*0.32mm)	1根
热解析仪 (JX-3)	1台
大气采样泵 (BS-H2)	1台

4-4 分析条件

4-4-1 热解析条件

热解析温度	300℃
阀温度	120℃
管路温度	120℃
标定时间	5min
解析时间	3min
取样时间	10s
进样时间	30s

4-4-2 色谱条件

进样口	250℃
柱温	50℃(5min) - 5℃/min - 250℃
检测器	250℃

4-5 实验结果

4-5-1 热解析条件

取 TVOC 标样 0.01mg/L、0.1mg/L、1.0 mg/L, 分别取样 1.0ul 进入解析管, 按照 3-4-1 的解析条件和 3-4-2 的色谱条件进行分析, 得到标准曲线如下。

图 1 TVOC 标准品图谱 (1.0 mg/ml)

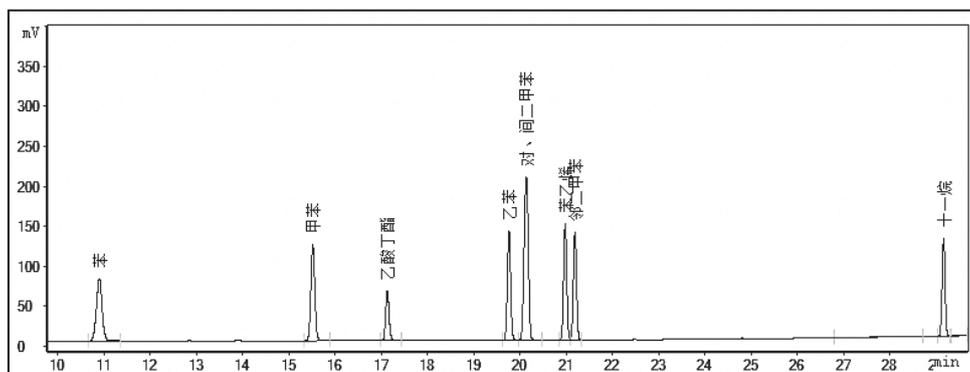


图 2 苯标准曲线

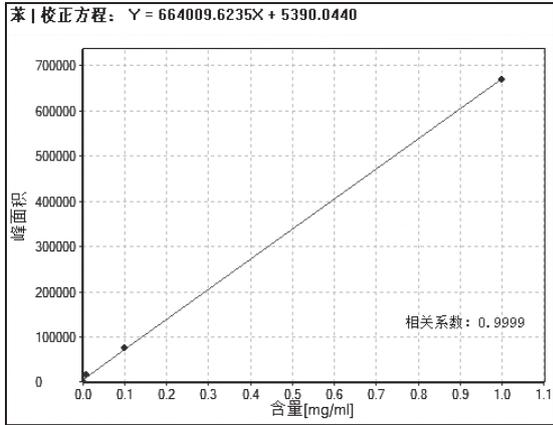


图 3 甲苯标准曲线

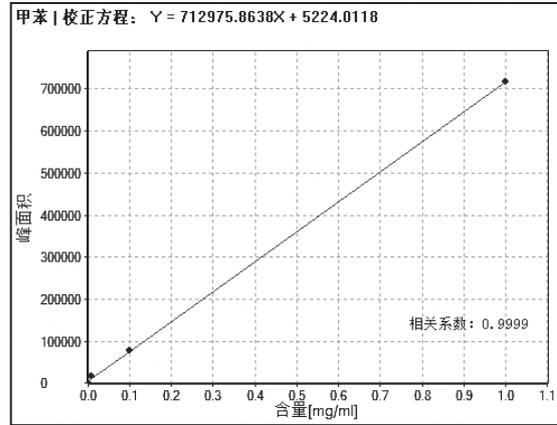


图 4 乙酸丁酯标准曲线

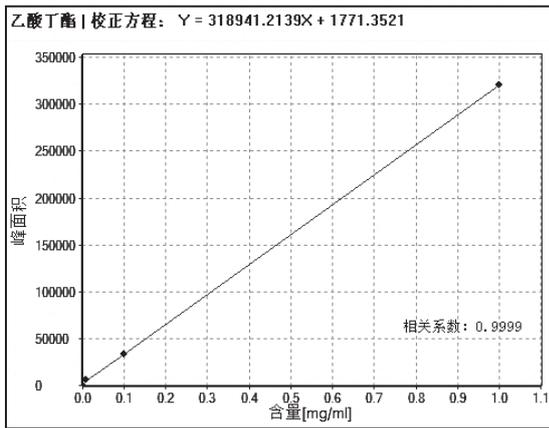


图 5 乙苯标准曲线

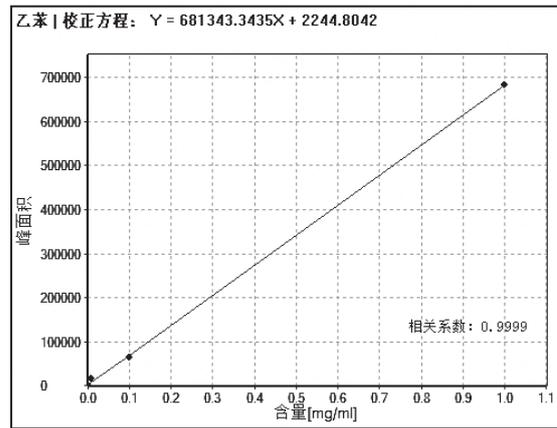


图 6 对间二甲苯标准曲线

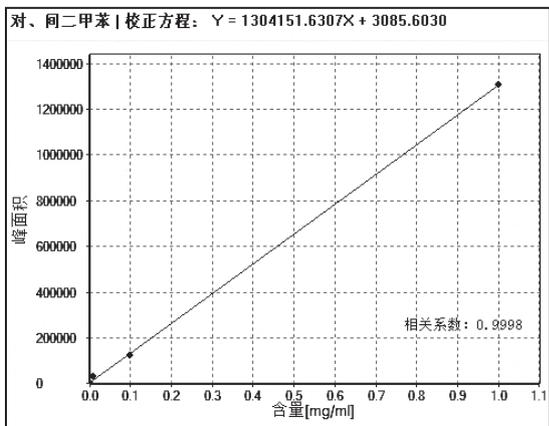


图 7 苯乙烯标准曲线

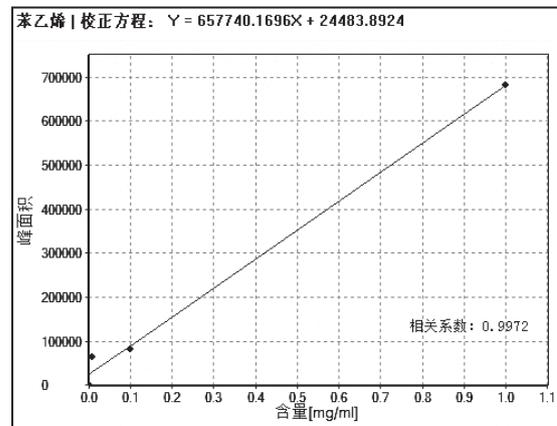


表 2 样品分析结果表

峰号	保留时间	组份名	峰面积($\mu\text{V}\cdot\text{s}$)	峰高(mV)	峰面积%	峰高%	含量(mg/ml)
1	10.992	苯	18417.144	2.142	4.85	3.74	1.962E-2
2	15.613	甲苯	22239.240	3.791	5.86	6.61	2.387E-2
3	19.850	乙苯	20187.533	4.085	5.32	7.13	2.633E-2
4	20.218	对、间二甲苯	35746.046	5.575	9.42	9.73	2.504E-2
5	21.061	苯乙烯	97850.916	21.021	25.77	36.67	0.112
6	21.272	邻二甲苯	15447.105	3.224	4.07	5.62	2.474E-2
7	29.222	十一烷	22884.918	4.593	6.03	8.01	4.668E-2

4-6 结论

该方法符合 GB/T 50325-2006 的要求，使用 JX-3 型热解析要比 HD-D 热解析要方便，用户也容易掌握使用。

第5章 蔬菜中9种有机磷农药残留量的测定

5-1 前言

农药残留是人们非常关心的问题，它不仅关系人们的身体健康，而且已经成为影响农产品进出口贸易的重要障碍，严重影响了农民的经济利益。在我国农药中，70%为有机磷农药，而在我国生产使用的有机磷农药中70%为剧毒、高毒类，而且较多是禁止在蔬菜作物上使用的。

采用气相色谱法检测挥发性农药，具有高选择性、高分离效能、高灵敏度、快速等特点，是农药残留量检测最常用的方法之一。本实验采用GC1120型气相色谱仪对蔬菜中9种常用有机磷农药残留进行测定，获得满意的分析结果，仪器最小检测浓度符合国标要求。

5-2 仪器配置

名称	数量
GC1120 气相色谱仪	1台
FPD 检测器	1套
色谱工作站	1套
有机磷农残专用柱	1根

5-3 试剂与样品前处理

9种有机磷农药标准样品（中国标准物质中心）；3种绿色蔬菜购自河北省石家庄市；其余试剂均为分析纯。

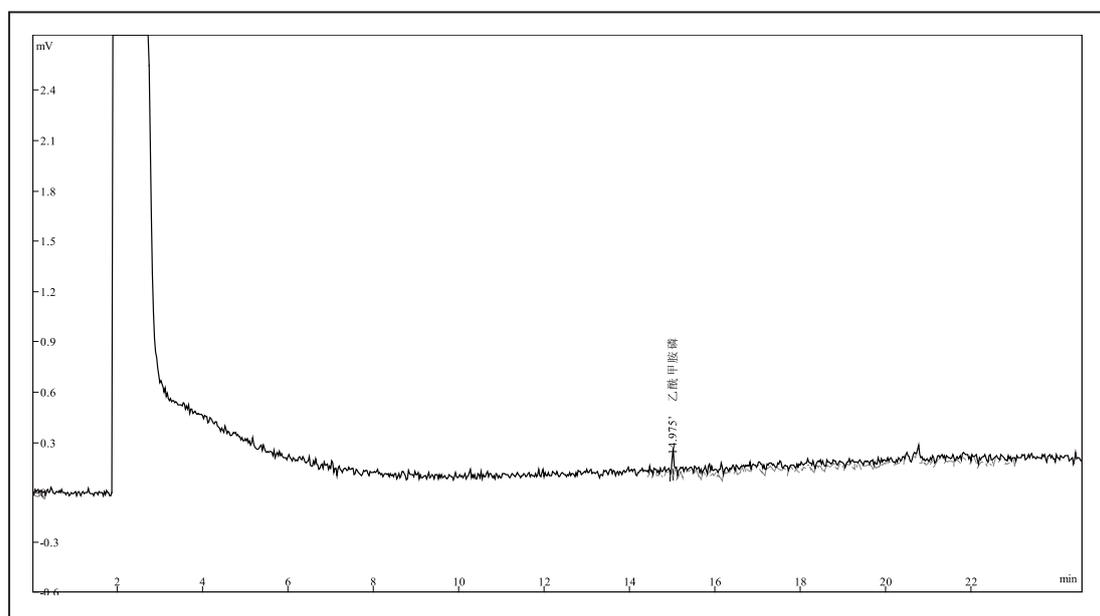
参照国标 GB/T 5009.20-2003《食品中有机磷农药残留量的测定》对菠菜、青椒和番茄进行处理。

表 1 标样浓度和最小检测浓度及国标最高残留限量 (mg/kg)

峰号	保留时间	名称	浓度	最小检测浓度	最高残留限量
1	12.568	敌敌畏	2	0.008	0.2
2	13.345	甲胺磷	3.5	0.04	0.1
3	14.278	速灭磷	1	0.01	/
4	15.059	乙酰甲胺磷	3.5	0.1	0.2
5	16.538	甲拌磷	1	0.005	不得检出
6	18.692	乐果	0.4	0.02	0.2
7	20.501	毒死蜱	2	0.03	1
8	20.668	马拉硫磷	1.2	0.004	不得检出
9	20.745	对硫磷	1.5	0.005	不得检出

三种样品菠菜、青椒和番茄经检测只有青椒中乙酰甲胺磷超标 (0.37mg/kg), 如图 2 所示。其余两种均未检出。

图 2 青椒样品分析色谱图



第6章 土壤中16种多环芳烃的测定

6-1 前言

多环芳烃是一类重要的环境污染物，其中 16 种多环芳烃由于存在显著的致畸、致癌、致突变作用，被美国环保署列为优先控制污染物。本法依据标准 HJ784-2016 对土壤中 16 种多环芳烃进行测定。

6-2 仪器配置

名称	数量
LC1620APlus高效液相色谱仪梯度	1台
FA2004电子分析天平	1台
C18色谱柱(4.6m×250mm×5um)	1根
120位自动进样器	1套

6-3 试剂

甲醇、乙腈(色谱纯)，多环芳烃标准品；

参考 HJ784-2016(土壤和沉积物多环芳烃的测定高效液相色谱法)，配制好标准工作液。

6-4 色谱条件

梯度表：

峰号	时间(min)	流量(mL/min)	A(%) 乙腈	B(%) 水
1	0	1.00	60	40
2	8	1.00	60	40
3	18	1.00	100	0
4	28	1.00	100	0
5	28.5	1.00	60	40
6	35	1.00	60	40

流速：1.0ml/min

柱温：室温

进样量：20μl

检测波长：波长梯度

6-5 实验结果

图 1 色谱图

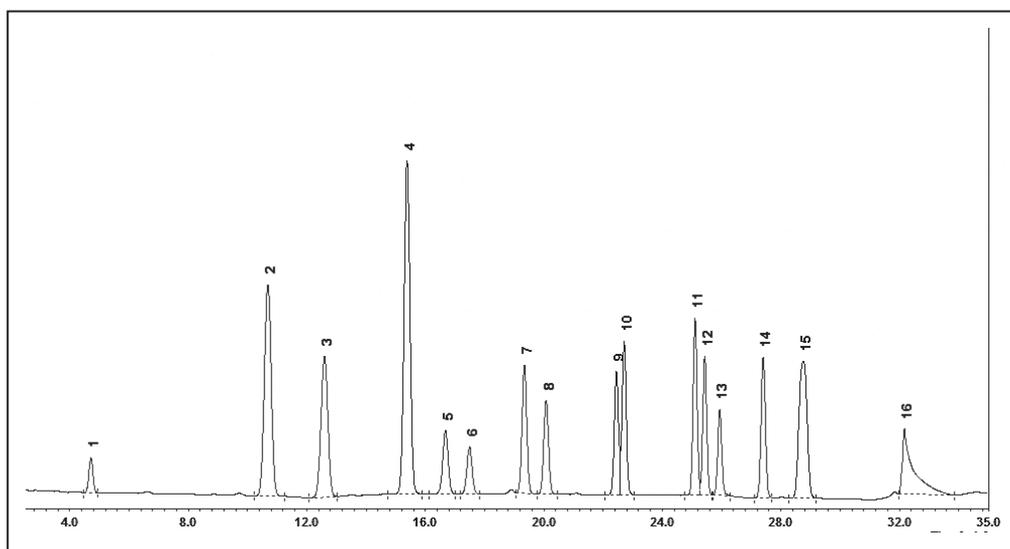


表 1 积分结果表

峰号	组分名	保留时间(min)
1	奈	4.71417
2	萘烯	10.68833
3	萘	12.59833
4	苊	15.3825
5	菲	16.68583
6	蒽	17.495
7	荧蒽	19.34583
8	芘	20.07917
9	苯并蒽	22.45333
10	蒽	22.71333
11	苯并荧蒽	25.10583
12	苯并(K)荧蒽	25.43333
13	苯并芘	25.93833
14	二苯并蒽	27.40333
15	苯并花	28.76
16	茚并芘	32.1725

第7章 离子色谱法检测饮用水中常规阴离子以及消毒副产物

7-1 前言

臭氧消毒近来越来越受到人类的青睐，相比于传统的氯气消毒更加高效、安全、便利，但是臭氧消毒副产物溴酸根含量需严格控制，本方法提供饮用水中常规阴离子及溴酸根离子的测定。

7-2 仪器配置

名称	数量
IC1800离子色谱仪	1台
AE224分析天平	1台
Shodex IC SI-52 4E阴离子色谱柱	1根
抑制性电导检测器	1套
120位自动进样器	1套

7-3 试剂与样品预处理

试剂：优级纯或以上级别的碳酸钠、碳酸氢钠；对应离子的标准溶液；超纯水；水样经 0.22 μ m 针头过滤膜过滤后离子色谱法直接测定；如果水样中的氯离子含量过高进而影响到溴酸盐测定的话，样品还需过 Ag 柱（预处理小柱）。

7-4 色谱条件

流动相	3.6mM 的 Na_2CO_3 溶液
流速	0.8ml/min
检测器温度	40 $^\circ\text{C}$
进样量	20 μ l（根据样品离子含量可改变）

7-5 实验结果

图 1 离子标准谱图 (F⁻、BrO₃⁻、Cl⁻、NO₂⁻、Br⁻、NO₃⁻、H₂PO₄⁻、SO₄²⁻)

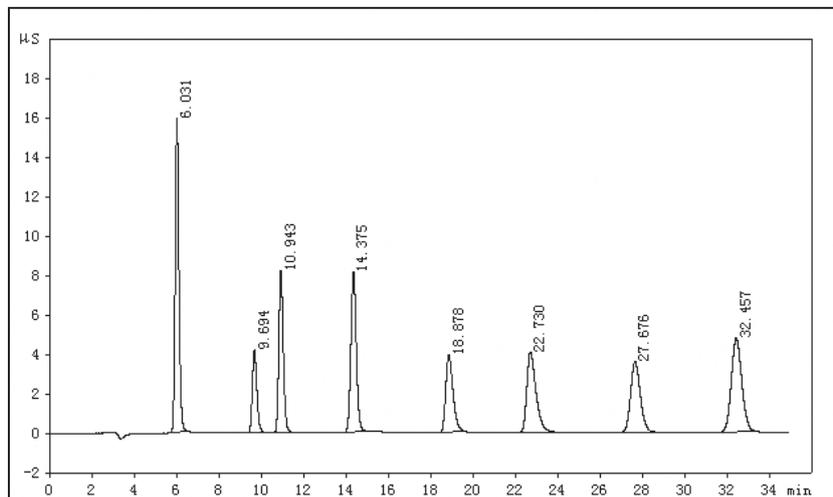
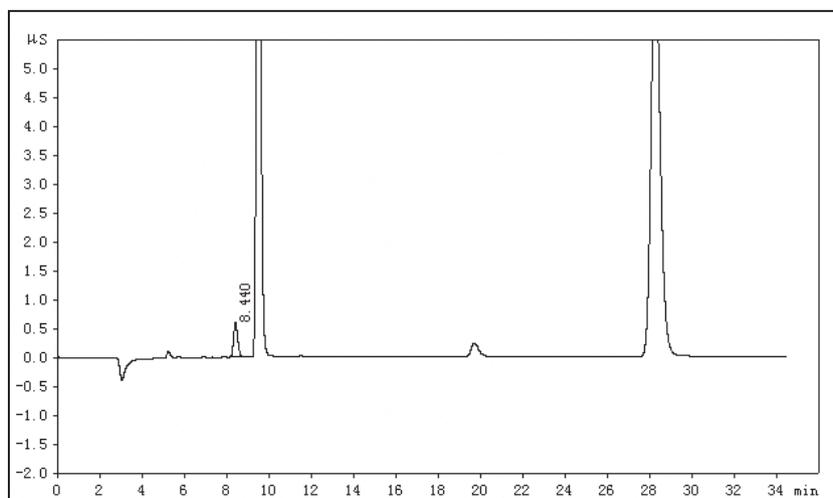


图 2 臭氧消毒下水样谱图，图中标示出的峰为 BrO₃⁻



7-6 结论

IC-1800 系列离子色谱完全可以准确测定饮用水中常规阴离子以及消毒副产物。

第8章 离子色谱法检测饮用水中常规阳离子

8-1 前言

水是生命之源。水质安全越来越受到社会的关注。在新的国家标准中对各项离子的浓度范围有了更加明确和严格的要求。本法依据标准 GB/T 5750.6-2006 对饮用水中常规阳离子进行检测。

8-2 仪器配置

名称	数量
IC1820离子色谱仪	1台
AE224分析天平	1台
Shodex IC YS-50阳离子色谱柱	1根
非抑制性电导检测器	1套
120位自动进样器	1套

8-3 试剂

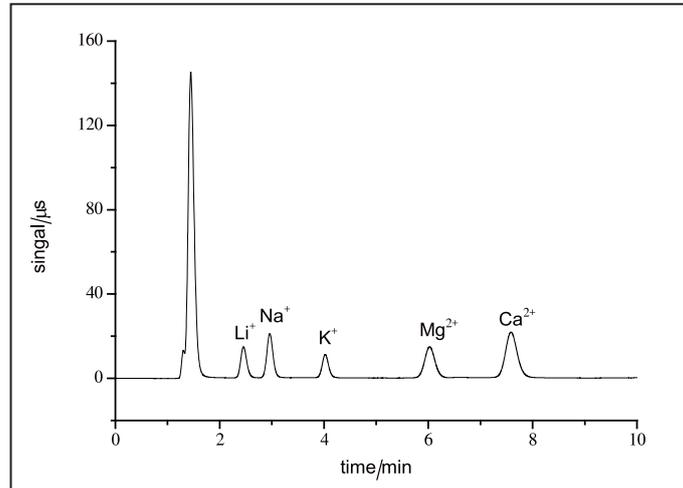
锂钠钾镁钙离子的标准储备液；甲烷磺酸。

8-4 色谱条件

柱温	40℃
流动相	4mM
流速	1.0mL/min
检测器温度	40℃
进样量	25ul (根据离子含量可选择不同定量环)

8-5 实验结果

图 1 标准谱图



8-6 结论

IC1820 系列离子色谱配备 Shodex IC YS-50 阳离子色谱柱可以检测饮用水中的常规阳离子。从上图可以看出，系统在 15 分钟内就可以完成对锂、钠、钾、镁和钙离子的检测。

第9章 土壤中的氯离子的测定

9-1 前言

氯是植物必需的营养元素之一，广泛存在于海水、空气、土壤和植物中。植物对氯具有敏感性，缺氯或“氯毒”都会对作物产生不良影响。氯对大部分作物都有效果，可根据土壤中的氯临界值进行施肥。本方法依据山东省地方标准 DB37/T 1555-2010，采用离子色谱法检测土壤中的 Cl^- 的含量。

9-2 仪器配置

名称	数量
离子色谱仪	1台
万分之一分析天平	1台
抑制电导检测器	1套
色谱工作站	1套
Shodex IC SI-90 4E阴离子色谱柱	1根
120位自动进样器	1套

9-3 试剂

碳酸钠（优级纯）、碳酸氢钠（优级纯）、NaCl（优级纯）；超纯水（电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega$ ）

9-4 样品预处理

9-4-1

试样经风干、研磨，用 2mm 筛孔筛选，然后称取 5g（精确到 0.001g）试样放入到 250ml 的塑料瓶中，准确加入 50ml 纯水用橡皮塞塞紧后超声 30min。

9-4-2

取上述样品依次过 0.22um 过滤膜、C18 柱，如果样品中碱土金属含量过高的话还需过 H 柱。

9-5 色谱条件

流动相	1.8mM Na ₂ CO ₃ +1.7mM NaHCO ₃
流速	1.0mL/min
柱温	25℃
检测器温度	40℃
抑制器电流	60mA
进样量	25u1

9-6 检测方法

根据土壤样品中 Cl⁻ 的大致含量，准确配置一定浓度（一般五个浓度点）Cl⁻ 的标准溶液。以时间定性，峰面积定量，外标法建立 Cl⁻ 的标准曲线，从而更加准确的测定土壤中 Cl⁻ 的含量。

9-7 样品谱图

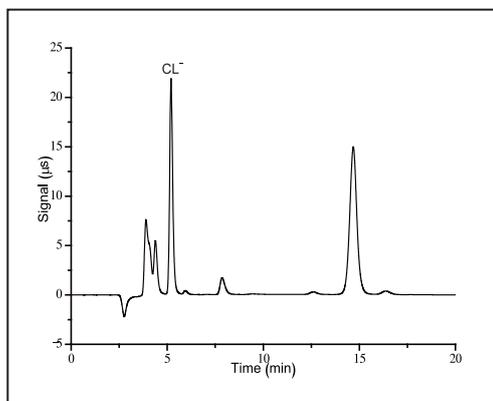


图 1 土壤样谱图

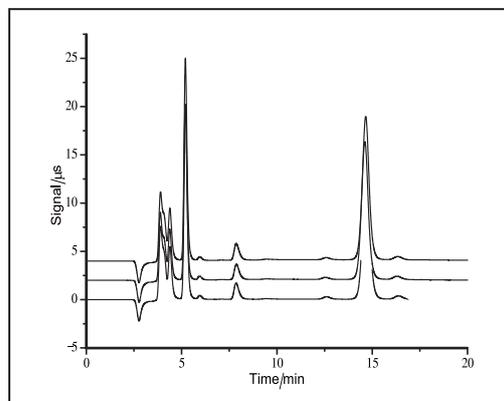


图 2 连续三次进样

图 2 为土壤样品连续三次进样测定 Cl⁻ 峰面积及出峰时间的 RSD%，测定结果分别为 1.37% 和 0.04%。

9-8 结论

本方法具有简单、快捷、预处理简单且峰面积和保留时间重复性好，加标回收率高等优点。本方法也可用于土壤中亚硝酸盐、硝酸盐、硫酸盐等离子的测定。

第10章 水中挥发性有机物的分析检测

10-1 前言

MSQ8100 气相色谱 - 质谱联用仪具备 GC 的高分离效率和 MS 强大的定性定量能力, 是分离与鉴定复杂组分的有效工具。可以有效应用于海水、地下水、地表水、生活污水和工业废水中多种挥发性有机物的测定。本法采用吹扫捕集样品浓缩仪结合 MSQ 气相色谱 - 质谱联用仪, 完成对水中挥发性有机物的分析检测。

10-2 检测流程



10-3 仪器配置

名称	数量
MSQ8100气质联用仪	1台
DB-624毛细管柱	1根
OI 4760吹扫捕集样品浓缩仪	1套
色谱工作站	1套

10-4 色谱条件

进样口温度	250℃
柱温	初温 50℃ 保持 2min, 升温速率 5℃, 末温 200℃ 保持 5min
柱流量	1mL/min (恒流)
分流比	10: 1
传输线温度	250℃

离子源温度	150℃
质量扫描范围	45 ~ 250amu
电离能量	70eV
扫描速率	5000u/s
电子倍增器电压	-1300V

10-5 样品

Aromatic VOC 标样 100ug/L、200ug/L、500ug/L、1000ug/L (来自美国 Chem Service 公司)。

10-6 实验结果

图 1 样品总离子流图

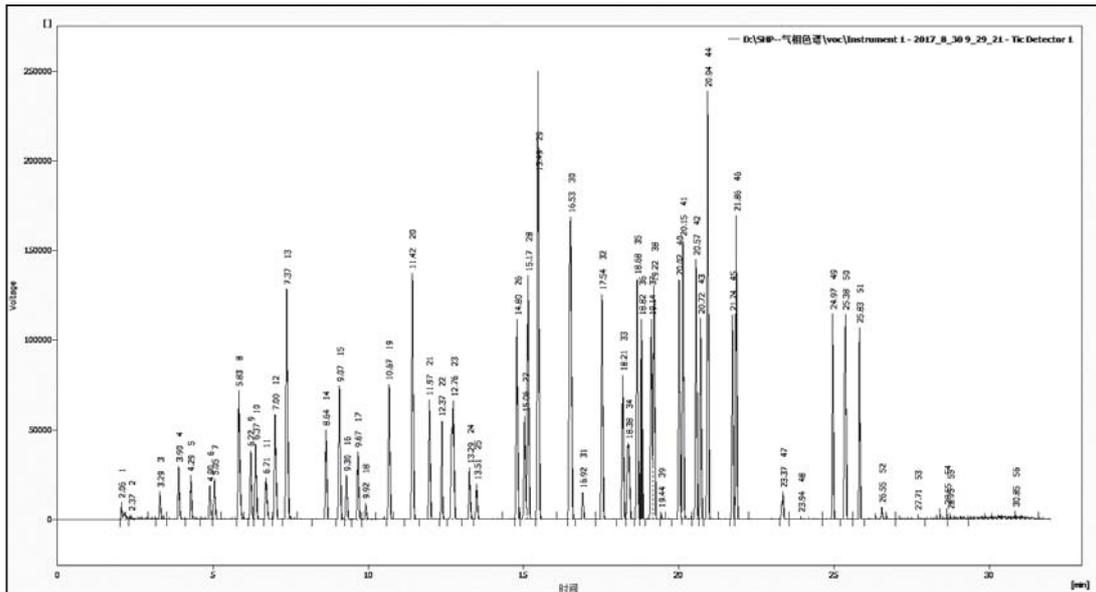


表 1 样品结果表

序号	保留时间	化合物	定量离子 (m/z)
1	2.057	氯乙烯	62
2	2.373	1,1-二氯乙烯	96
3	3.295	二氯甲烷	84
4	3.897	反-1,2-二氯乙烯	96
5	4.288	1,1-二氯乙烷	63
6	4.903	氯丁二烯	53

序号	保留时间	化合物	定量离子 (m/z)
7	5.052	顺-1,2-二氯乙烯	96
8	5.832	2,2-二氯丙烷	77
9	6.218	溴氯甲烷	128
10	6.373	氯仿	83
11	6.710	1,1,1-三氯乙烷	97
12	6.998	1,1-二氯丙烯	75
13	7.373	四氯化碳	117
14	8.642	苯	78
15	9.073	1,2-二氯乙烷	62
16	9.298	三氯乙烯	95
17	9.670	环氧氯丙烷	57
18	9.917	1,2-二氯丙烷	63
19	10.672	二溴甲烷	93
20	11.422	一溴二氯甲烷	83
21	11.970	顺-1,3-二氯丙烯	75
22	12.372	甲苯	91
23	12.758	反-1,3-二氯丙烯	75
24	13.285	1,1,2-三氯乙烷	83
25	13.512	四氯乙烯	166
26	14.803	1,3-二氯丙烷	76
27	15.055	二溴一氯甲烷	129
28	15.167	1,2-二溴乙烷	107
29	15.488	氯苯	112
30	16.532	1,1,1,2-四氯乙烷	131
31	16.923	乙苯	91
32/33	17.542	间, 对-二甲苯	106
34	18.213	邻-二甲苯	106
35	18.382	苯乙烯	104
36	18.677	溴仿	173
37	18.815	异丙基苯	105
38	19.135	1,1,2,2-四氯乙烷	83
39	19.215	溴苯	156

序号	保留时间	化合物	定量离子 (m/z)
40	20.023	1,2,3-三氯乙烷	75
41	20.148	丙基苯	91
42	20.570	2-氯甲苯	91
43	20.718	1,3,5-三甲苯	105
44	20.943	4-氯甲苯	91
45	21.743	叔丁基苯	119
46	21.863	1,2,4-三甲苯	105
47	23.368	仲丁基苯	105
48	23.943	1,3-二氯苯	146
49	24.967	对-异丙基甲苯	119
50	24.967	1,4-二氯苯	146
51	25.382	正丁基苯	91
52	25.828	1,2-二氯苯	146
53	26.548	1,2-二溴-3-氯丙烷	157
54	27.712	1,2,4-三氯苯	180
55	28.645	六氯丁二烯	225
56	28.745	萘	128
57	30.847	1,2,3-三氯苯	180

第11章 空气中挥发性有机物的分析检测

11-1 前言

MSQ8100 气相色谱 - 质谱联用仪具备 GC 的高分离效率和 MS 强大的定性定量能力，是分离与鉴定复杂组分的有效工具。热脱附法对空气中挥发性有机物起到富集作用，结合气质联用仪使用，具有检出能力强，定量准确度高等特点。可以有效地应用于乘用车舱、室内、环境空气中多种挥发性有机物的测定。

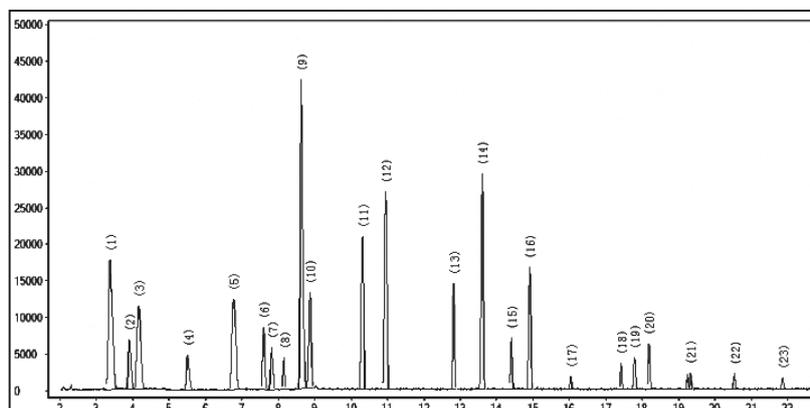
11-2 检测流程



11-3 仪器配置

名称	数量
MSQ8100气质联用仪	1台
DB-624毛细管柱	1根
二次热解析	1套
色谱工作站	1套

11-4 实验结果



上海舜宇恒平科学仪器有限公司

SHANGHAI SUNNY HENGPING SCIENTIFIC INSTRUMENT CO.,LTD.



地址：上海市徐汇区虹漕路456号8号楼6楼
邮编：200233
电话：021-64956777
网址：www.hengping.com
售后热线：400 888 9873

本资料归舜宇恒平仪器公司所有，未经允许不得复制；
舜宇恒平仪器公司保留变更产品设计及技术指标，恕不另行通知。