



# 土壤和沉积物半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法

----HJ834-2017、GB36600-2018

## 前言

土壤是经济社会可持续发展的重要物质基础，是经济发展的重要保证。保护好土壤环境是推进生态文明建设和维护国家生态安全的前提条件因此，党和国家高度重视土壤环境问题。2022年2月16日，国务院印发《关于开展第三次全国土壤普查的通知》，对我国下一个时期土壤污染防治工作做出了全面的战略部署，为确保国家粮食安全奠定坚实基础，为加快农业农村现代化、全面推进乡村振兴、促进生态文明建设提供有力支撑。

## Abstract

本应用通过使用赛里安436i气相色谱仪搭配赛里安eSQ质谱仪检测土壤中半挥发性有机物。方法线性优异，重复性和加标回收率良好，满足标准的要求。

**Author :**

CH-Marketing Team

HJ834-2017规定了测定土壤和沉积物中半挥发性有机物的气相色谱-质谱法，适用于土壤和沉积物中氯代烃类、邻苯二甲酸酯类、亚硝胺类、醚类、卤醚类、酮类、苯胺类、吡啶类、喹啉类、硝基芳香烃类、酚类包括硝基酚类、有机氯农药类、多环芳烃类等半挥发性有机物的筛查鉴定和定量分析，对于特定类别的化合物，应在此筛选基础上选用专属的分析方法测定。

实验仪器

赛里安436i气相色谱仪（配备8400自动进样器）、赛里安eSQ质谱仪



试剂和样品

标准品：64种半挥发性有机物混标  
替代物：2-氟酚，苯酚-d6，硝基苯-d5，2-氟联苯，2,4,6-三溴苯酚，4,4'-三联苯d14  
内标化合物：1,4-二氯苯-d4，萘-d8，蒎-d10，菲-d10，蒈-d12，花-d12

标液配置

标准溶液配制：在容量瓶内预先加入2mL的二氯甲烷溶剂，分别量取适量的半挥发性有机物、替代物和内标物储备液，使用二氯甲烷定容混匀。标准溶液浓度分别为1.0µg/mL、5.0µg/mL、10.0µg/mL、20.0µg/mL、40µg/mL，内标物浓度为40.0µg/mL。

仪器条件

表1 仪器设置参数	
色谱柱：	SCION-5MS, 30m×0.25mm×0.25µm
进样口温度：	280℃
分流比：	20:1
升温程序：	35℃保持2min; 15℃/min到150℃保持5min; 3℃/min到290℃保持2min
质谱传输线温度：	280℃
离子源温度：	300℃
扫描模式：	选择离子（SIM）
扫描范围：	35~450amu
溶剂延迟：	3.7min
载气流速：	恒流, 1mL/min

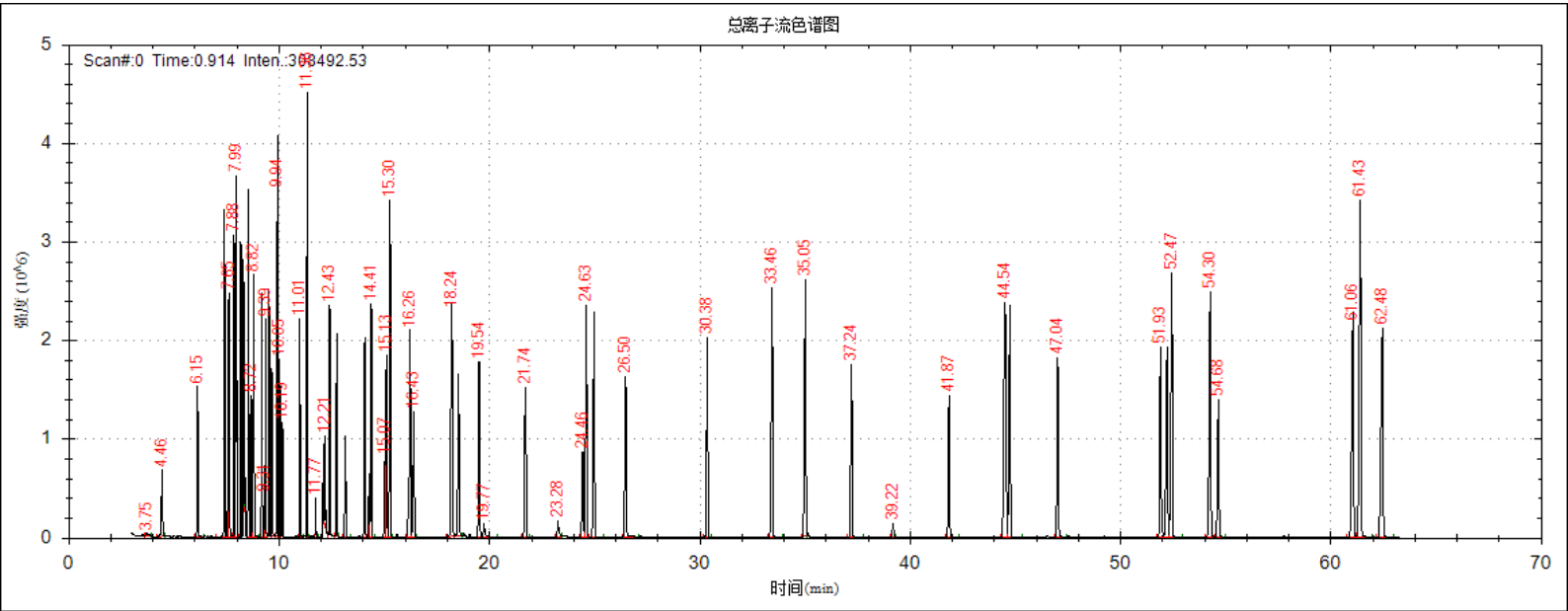


图1 HJ834标准溶液（50mg/L）选择离子扫描（Sim）总离子流图

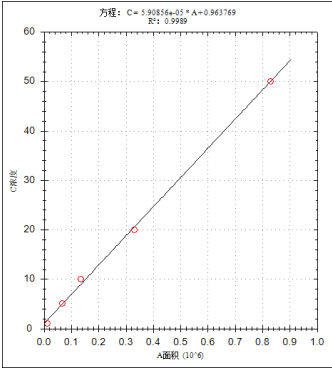


图2 N-亚硝基二甲胺

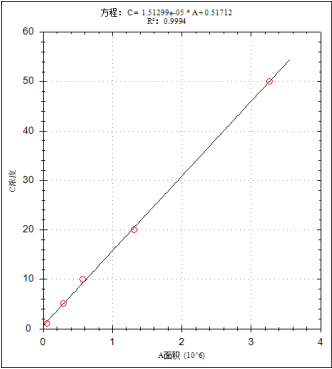


图3 苯酚

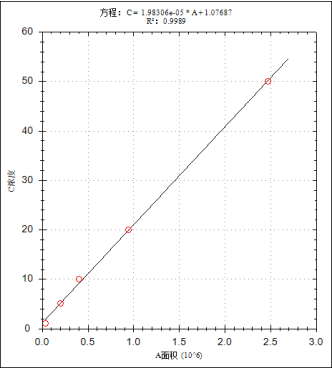


图4 2-氯苯酚

使用上述的仪器条件，64种半挥发性化合物的总离子流图（50mg/L）如图1所示，各色谱峰均能得到有效的分离，采用多内标法进行校准，依次从低浓度到高浓度进行测定。所有化合物的保留时间、定量离子、定性离子以及线性回归系数（R2）均列于表2中。从表2中可以看出，所有化合物的线性回归系数R2均在0.995以上，绝大部分化合物在0.999左右。

表2 64种半挥发性有机物的采集条件、线性

保留时间	化合物	定量离子	定性离子	R2
4.762	N-亚硝基二甲胺	42	74, 43	0.9989
6.407	2-氟酚（替代物）	112	64, 92	0.9981
7.661	苯酚-d <sub>6</sub> （替代物）	71	99	0.9975
7.678	苯酚	66	40, 94	0.9994
7.808	双（2-氯乙基）醚	95	63, 93	0.9993
7.892	2-氯苯酚	128	93, 63	0.9989
8.101	1,3-二氯苯	148	75, 111, 146	0.9994
8.213	1,4-二氯苯	146	148, 111	0.9994
8.436	1,2-二氯苯	113	146, 148, 111	0.9992
8.559	2-甲基苯酚	90	107, 108, 77	0.9991
8.575	二(2-氯异丙基)醚	121	123	0.9995
8.78	N-亚硝基二正丙胺	130	70, 43	0.9986
8.781	4-甲基苯酚	70	107, 108, 77	0.9990
8.933	六氯乙烷	166	117, 201	0.9988
9.028	硝基苯-d <sub>5</sub> （替代物）	128	82, 54	0.9991
9.056	硝基苯	123	51, 77	0.9987
9.404	异佛尔酮	82	54, 138	0.9987
9.545	2-硝基苯酚	139	65, 81	0.9985
9.597	2,4-二甲基苯酚	107	122, 77	0.9992
9.739	二（2-氯乙氧基）甲烷	94	63, 123, 93	0.9985
9.925	2,4-二氯苯酚	166	162, 164, 63	0.9987
10.045	1,2,4-三氯苯	147	74, 109	0.9992
10.177	萘	102	128, 129	0.9991
10.318	4-氯苯胺	127	65, 129	0.9992
10.389	六氯丁二烯	262	118, 223, 260	0.9987
11.309	4-氯-3-甲基苯酚	142	107, 77	0.9984
11.649	2-甲基萘	115	141, 142	0.9991
12.064	六氯环戊二烯	132	235, 239	0.9987
12.482	2,4,6-三氯苯酚	196	198, 200	0.9979
12.602	2,4,5-三氯苯酚	196	198, 200	0.9978
12.746	2-氟联苯（替代物）	170	171, 172	0.9983
13.144	2-氯萘	162	127, 162	0.9987
13.64	2-硝基苯胺	65	138, 92	0.9988
14.494	邻苯二甲酸二甲酯	163	77	0.9983
14.772	2,6-二硝基甲苯	165	63, 89	0.9987
14.929	萘烯	152	151, 76	0.9986

保留时间	化合物	定量离子	定性离子	R2
15.607	3-硝基苯胺	65	92, 138	0.9989
15.834	芴	153	76	0.9986
16.261	2,4-二硝基苯酚	184	63, 154	0.9987
16.787	二苯并呋喃	168	139	0.9984
16.81	4-硝基苯酚	109	65	0.9999
16.972	2,4-二硝基甲苯	89	165, 63	0.9976
18.638	邻苯二甲酸二乙酯	149	177	0.9985
18.831	芴	166	163, 82	0.9983
19.05	4-氯苯基苯基醚	204	141, 77	0.9982
19.295	4-硝基苯胺	92	65, 138, 108	0.9981
19.441	4,6-二硝基-2-甲基苯酚	168	51, 105, 198	0.9996
20.055	偶氮苯	77	51, 181	0.9987
20.421	4,6-三溴苯酚（替代物）	62	332, 143	0.9985
22.305	4-溴二苯基醚	250	77, 141	0.9989
22.398	六氯苯	284	286, 282	0.9980
23.993	五氯苯酚	95	266, 165,	0.9987
25.296	菲	176	178, 179	0.9980
25.665	蒽	176	178, 179	0.9977
27.211	咔唑	139	166, 167	0.9982
30.728	邻苯二甲酸二正丁酯	206	149, 150, 76	0.9980
34.173	荧蒽	203	202, 200	0.9986
35.785	芘	200	202, 201	0.9985
37.797	4,4'-三联苯-d <sub>14</sub> （替代物）	245	243, 244	0.9986
42.225	邻苯二甲酸丁基苄基酯	149	91, 206	0.9986
45.217	苯并（a）蒽	228	226, 229	0.9985
45.449	蒽	228	226, 229	0.9989
47.132	邻苯二甲酸二（2-二乙基己基）酯	149	167, 57	0.9980
51.942	邻苯二甲酸二正辛酯	149	279	0.9994
52.929	苯并（b）荧蒽	252	250, 126	0.9976
53.124	苯并（k）荧蒽	252	250, 126	0.9960
54.993	苯并（a）芘	252	250, 253	0.9988
61.735	茚并（1,2,3-cd）芘	276	138, 274	0.9985
62.039	二苯并（ah）蒽	278	276, 139	0.9974
63.231	苯并（ghi）花	276	138, 274	0.9978

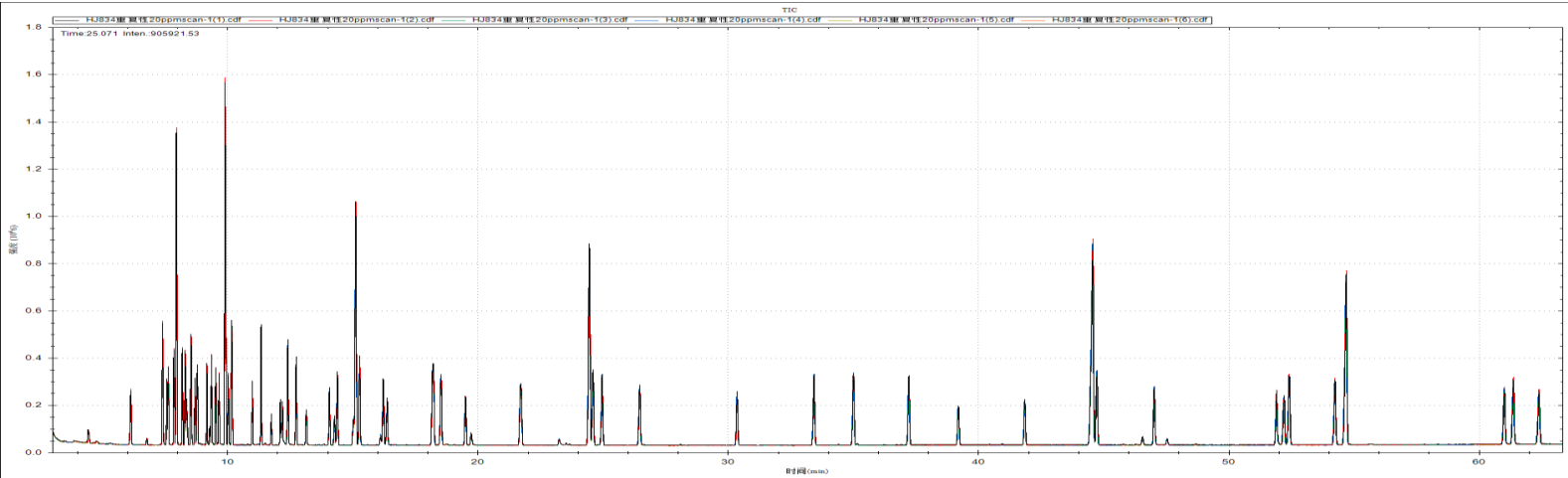


图5 浓度20ppm样品6针结果

表3 10ppm、20ppm的各物质保留时间与浓度RSD值

物质名称	10ppm		20ppm	
	保留时间RSD[%]	含量RSD[%]	保留时间RSD[%]	含量RSD[%]
N-亚硝基二甲胺	0.176	3.69	0.134	2.46
2-氟酚（替代物）	0.087	2.9	0.046	1.43
苯酚-d6（替代物）	0.084	3.33	0.035	1.14
苯酚	0.084	2.77	0.053	1.35
双（2-氯乙基）醚	0.086	2.99	0.035	1.51
2-氯苯酚	0.085	3.54	0.035	1.69
1,3-二氯苯	0.08	3	0.048	1.77
1,4-二氯苯-D4（内标1）	0.081	3.73	0.031	0.85
1,4-二氯苯	0.082	4.82	0.03	1.43
1,2-二氯苯	0.098	2.66	0.061	2.4
2-甲基苯酚	0.075	3.38	0.027	1.79
二(2-氯异丙基)醚	0.076	4.34	0.029	1.13
4-甲基苯酚	0.081	3.61	0.023	1.54
N-亚硝基二正丙胺	0.08	4.61	0.024	2.11
六氯乙烷	0.073	4.69	0.029	1.15
硝基苯-d5（替代物）	0.093	3.73	0.048	1.4
硝基苯	0.073	4	0.019	1.45
异佛尔酮	0.07	3.87	0.028	1.64
2-硝基苯酚	0.069	4.56	0.028	1.81
2,4-二甲基苯酚	0.069	3.27	0.027	1.32
二（2-氯乙氧基）甲烷	0.057	3.77	0.026	1.86
2,4-二氯苯酚	0.056	3	0.026	1.82
萘-d8（内标2）	0.066	3.58	0.018	1.44
萘	0.09	3.6	0.024	1.76
4-氯苯胺	0.082	4.44	0.024	1.37
六氯丁二烯	0.063	3.52	0.041	1.92
1,2,4-三氯苯	0.078	3.37	0.037	2.05
4-氯-3-甲基苯酚	0.083	3.68	0.041	1.49
2-甲基萘	0.078	3.99	0.024	1.5
六氯环戊二烯	0.073	3.97	0.035	2.09
2,4,6-三氯苯酚	0.092	3.96	0.311	4.51
2,4,5-三氯苯酚	0.077	4.27	0.041	1.62
2-氟联苯（替代物）	0.1	3.67	0.047	1.9
2-氯萘	0.103	3.7	0.04	1.33
2-硝基苯胺	0.102	4.8	0.043	1.91
邻苯二甲酸二甲酯	0.11	4.95	0.041	1.49
2,6-二硝基甲苯	0.107	4.9	0.04	1.5

续表3 10ppm、20ppm的各物质保留时间与浓度RSD值

物质名称	10ppm		20ppm	
	保留时间RSD[%]	含量RSD[%]	保留时间RSD[%]	含量RSD[%]
萘烯	0.112	4.38	0.041	1.36
3-硝基苯胺	0.114	4.93	0.042	1.39
萘-d10（内标3）	0.114	4.27	0.032	1.34
萘	0.114	4.08	0.046	1.45
2,4-二硝基苯酚	0.1	4.35	0.043	3.29
4-硝基苯酚	0.105	4.48	0.042	1.59
二苯并呋喃	0.109	4.87	0.04	1.22
2,4-二硝基甲苯	0.104	4.59	0.041	1.8
邻苯二甲酸二乙酯	0.091	4.69	0.034	2.04
茚	0.103	4.5	0.037	1.55
4-硝基苯胺	0.096	4.91	0.043	1.47
4-氯苯基苯基醚	0.096	4.82	0.03	1.4
4,6-二硝基-2-甲基苯酚	0.088	4.08	0.044	2.57
偶氮苯	0.099	4.35	0.041	1.57
2,4,6-三溴苯酚（替代物）	0.096	4.17	0.032	3.43
六氯苯	0.094	4.26	0.045	1.46
4-溴二苯基醚	0.089	4.52	0.033	1.25
五氯苯酚	0.091	4.91	0.043	3.17
菲-d10（内标4）	0.076	4.89	0.035	1.31
菲	0.08	4.96	0.032	2.27
蒽	0.072	4.98	0.031	1.88
咔唑	0.07	3.8	0.027	1.73
邻苯二甲酸二正丁酯	0.062	4.3	0.025	1.64
茱萸	0.066	4.57	0.024	1.54
芘	0.061	4.39	0.021	1.55
4,4'-三联苯-d14（替代物）	0.052	4.97	0.024	2.03
邻苯二甲酸丁基苄基酯	0.045	4.51	0.016	2.4
苯并（a）蒽	0.054	4.86	0.024	2.08
蒎-d12（内标5）	0.049	4.67	0.023	1.97
蒎	0.049	4.78	0.02	2.01
邻苯二甲酸二（2-二乙基己基）酯	0.043	4.56	0.02	2.62
邻苯二甲酸二正辛酯	0.036	4.77	0.016	3.61
苯并（b）茱萸	0.044	4.67	0.146	2.32
苯并（k）茱萸	0.045	4.55	0.02	2.22
苯并（a）芘	0.04	4.91	0.021	2.18
芘-d12（内标6）	0.041	4.89	0.017	2.08
茚并（1,2,3-cd）芘	0.042	4.63	0.021	2.19
二苯并（ah）蒽	0.037	4.65	0.021	2.14
苯并（ghi）芘	0.036	4.39	0.019	1.96

实验结论

选取10ppm和20ppm浓度级别，重复进样6针，计算保留时间和响应值的RSD值，结果表3所示。可以看出保留时间（RSD均小于0.5%）和响应值重复性良好（RSD值均小于5%），满足标准要求。

值得注意的是，部分化合物活性较强，如六氯环戊二烯，易在进样口发生热分解，在丙酮溶液中发生化学反应以及光化学分解，所以需要对接样口和衬管部分进行惰性化处理；N-二甲基亚硝铵易与溶剂共流出，与二苯胺难以分离，且在进样口易发生热分解，回收率不稳定。如出现结果异常或线性较差的情况时，建议及时更换衬管。另外对于多环芳烃类高沸点化合物，需要较高的离子源温度，避免谱峰发生拖尾。

**400-810-7898**  
**[www.techcomp.cn](http://www.techcomp.cn)**  
**[www.techcomp.com.hk](http://www.techcomp.com.hk)**



大美集团官方网站



大美集团官方微信