



# 中华人民共和国海洋行业标准

HY/T 259—2018

---

## 海洋生物体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 organisms—  
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 .....	5
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) 海洋生物体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:张小军、严忠雍、陈雪昌、方益、张帅、孙秀梅、郭远明、陈思、梅光明、李佩佩、李铁军、宋琍琍。

# 海洋生物体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生物体中六溴环十二烷(HBCD)的方法原理、样品贮存、操作步骤及结果计算等方法。

本标准适用于海洋生物体中  $\alpha$ -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

海洋生物体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  $\alpha$ -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 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  $100 \mu\text{g/mL}$ 。

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

4.8 六溴环十二烷混合标准中间液:分别准确移取  $0.50 \text{ mL}$   $\alpha$ -HBCD、 $\beta$ -HBCD、 $\gamma$ -HBCD 标准溶液(4.6),用甲醇稀释至  $50.00 \text{ mL}$ ,配成  $\alpha$ -HBCD、 $\beta$ -HBCD、 $\gamma$ -HBCD 质量浓度均为  $1.00 \mu\text{g/mL}$  的混合溶液, $4^\circ\text{C}$  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  $1.00 \text{ mL}$  六溴环十二烷混合标准中间液(4.8),用甲醇稀