

# 采用 Agilent Intuvo 和 5977 系统实现 扩展校准范围的饮用水中半挥发性有 机化合物分析

技术优势：

配备 MSD 的 Agilent Intuvo 9000 气相色谱仪



## 作者

Matthew Giardina 博士  
安捷伦科技有限公司

## 前言

世界各地的许多政府监管机构都制定了监测饮用水中有机污染物的指令。气相色谱-质谱 (GC/MS) 具有高灵敏度和高选择性，是定量分析广泛污染物的一种重要技术<sup>1</sup>。美国国家环境保护局 (EPA) 方法 525 详细说明了涵盖不同分析物类别 100 多种有机化合物的萃取和分析步骤<sup>2,3</sup>。这些分析物包括有机氯农药、氮和磷农药、多环芳烃、某些多氯联苯和其他半挥发性有机化合物。此外，该方法可用于多组分分析物，如毒杀芬、阿罗克洛和技术级氯丹。由于分析物极性、挥发性和稳定性差异很大，对上述不同种类化合物进行同时分析难度较大。

EPA 方法版本 525.2 和 525.3 分别指定了 0.1–10 ng/μL 和 0.1–5 ng/μL 的校准范围，以进行全扫描分析。一些国家机构降低了报告限值，要求实验室扩大校准区间，将 0.02 ng/μL 作为低浓度标准<sup>4</sup>。对于某些化合物而言，在 0.02–5 ng/μL 范围内获得线性校准较为困难，并且通常不会尝试在更宽的区间内进行校准。这可能导致浓度水平高于校准范围的样品的重新分析，特别是仪器用于分析最终饮用水以外的样品时。

本研究比较了惰性 EI 源使用 9 mm 拉出极板与 3 mm 和 6 mm 极板在 0.02–15 ng/μL 校准范围内的效果，所用仪器为 Agilent 5977 MSD 和 Agilent Intuvo 9000 气相色谱仪。结果表明，对于所有研究的化合物，线性范围均可扩展，同时可保持足够高的灵敏度，能够检测大多数低浓度标准品，并满足方法中规定的校准要求。9 mm 拉出极板在整个校准范围内提供更一致的响应，特别是对于因表面吸附亲和活性而较为棘手的化合物。

### 样品前处理

三种 100 ng/μL 半挥发性物质 (SVM-525)、有机氯农药 (PPM-525E) 和氮/磷农药 (NPM-525C) 的多组分标准品购自 Ultra Scientific，混合以配制储备液。用乙酸乙酯稀释等分的储备液，配制大多数化合物（附录表 A1）的校准标准溶液，浓度为 0.02、0.05、0.1、0.2、0.5、1、2.53、5、10 和 15.3 ng/μL。顺式和反式

## 实验部分

### 仪器

参数	值
GC	带有简单 MS 流路的 Agilent Intuvo 9000 气相色谱仪
MS	配备惰性 EI 源的 Agilent 5977 MSD
拉出极板	3、6 和 9 mm（分别为 G2589-20100、G2589-20045、G3440-20022）
色谱柱	Agilent DB-UI 8270D, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm (122-9732-INT)
衬管	带玻璃毛的安捷伦超高惰性不分流细径单锥衬管 (5190-2293)

### 仪器条件

参数	值
进样量	1 μL
进样口	分流/不分流 280 °C 脉冲不分流 1 min 前采用 50 psi 1 min 时吹扫流速为 50 mL/min 隔垫吹扫切换流量模式 3 mL/min
芯片式保护柱	40 °C 保持 1 min, 以 25 °C/min 升至 160 °C, 保持 3 min, 以 6 °C/min 升至 312 °C
柱温	40 °C 保持 1 min, 以 25 °C/min 升至 160 °C, 保持 3 min, 以 6 °C/min 升至 312 °C
总线温度	245 °C
流速	1.2 mL/min, 恒流模式
传输线温度	270 °C
拉出极板	3、6 或 9 mm
离子源温度	320 °C
四极杆温度	200 °C

氯菊酯异构体在有机氯农药标准品中总浓度为 200 ng/μL。假设混合物为等摩尔，浓度接近上面列出的浓度。五氯酚在半挥发性混合物中的浓度为上述浓度的 4 倍，因此在每个校准水平下校准标准溶液浓度为上述浓度的 4 倍。MGK-264 以异构体

混合物形式存在，在氮/磷农药标准品中总浓度为 100 ng/μL。鉴定了两种主要异构体。各自分别定量，假定浓度为上面所列浓度水平的一半。向每个校准标准溶液添加内标和替代物 (ISM-510)，使每个水平的浓度为 5 ng/μL。

## 结果与讨论

### 仪器性能验证

根据方法 525, GC/MS 必须通过仪器适用性测试才能分析样品。适用性测试中包括仪器性能检测 (IPC) 标准品, 其中包含 DFTPP、异狄氏剂和 4,4'-DDT, 用于验证 MSD 调谐和流路惰性。Intuvo 和 5977 的 IPC 测定结果请参见其他文献<sup>5</sup>。

在方法 525.2 中, 必须证明选定异构体的色谱分离度。对于蒽和菲, 需要基线分离。对于苯并[a]蒽和蒎, 要求最小分离度低于 25%。分离度测定为峰谷高度与两种化合物平均峰高 (中等浓度溶液) 之比。图 1A 展示了中等浓度 2.5 ng/μL 的

所有目标化合物和 5 ng/μL 的内标和替代物的分离。图 1B 展示了蒽和菲 ( $m/z$  178) 的提取离子色谱图 (EIC); 图 1C 展示了苯并[a]蒽和蒎 ( $m/z$  228) 的 EIC。对于上述两对异构体, 均实现了基线分离。

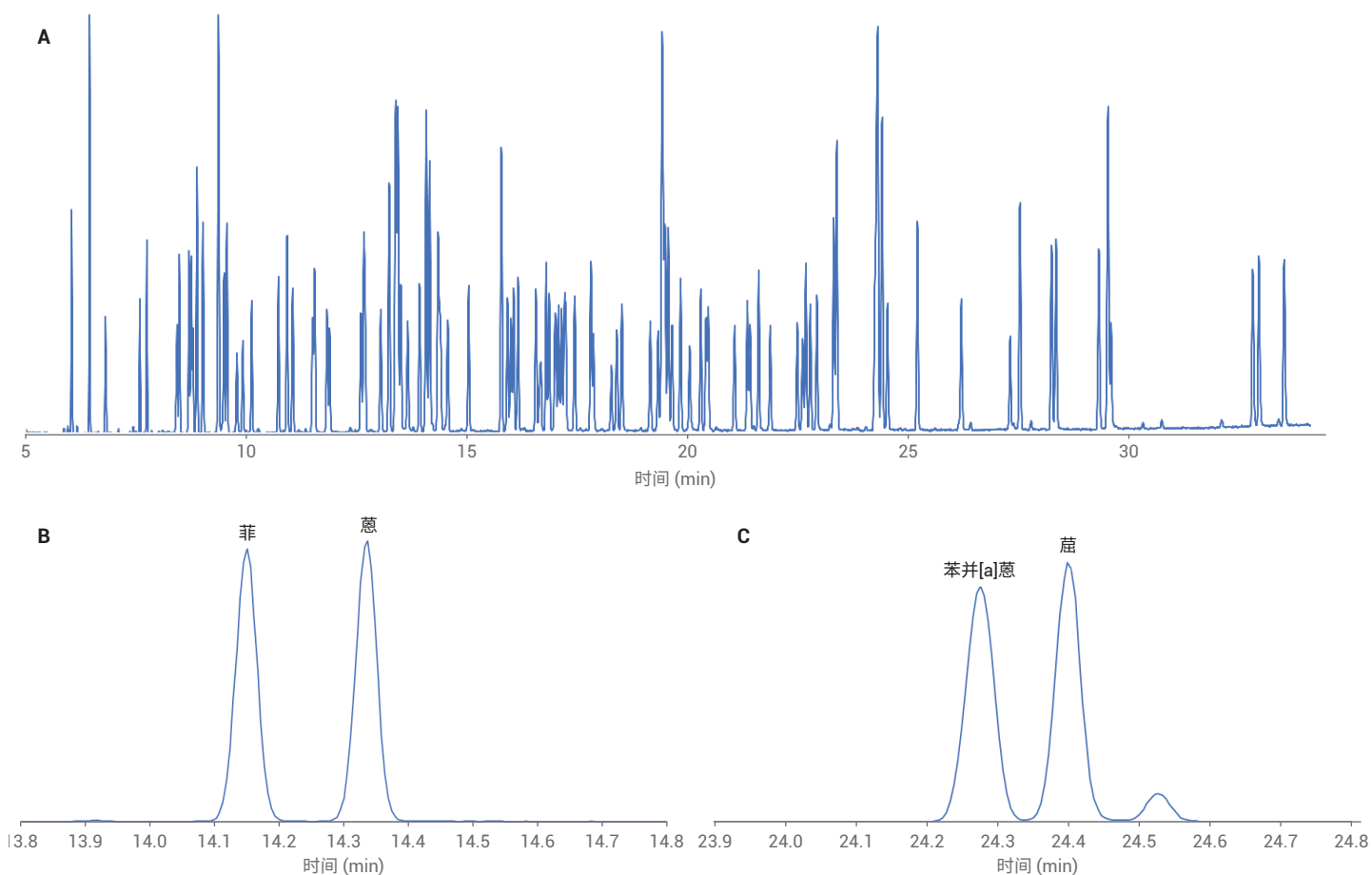


图 1. 展示所有目标化合物、内标和替代物分离结果的总离子流色谱图 (A)。展示菲和蒽 (B) 以及苯并[a]蒽和蒎 (C) 基线分离的提取离子色谱图

## EI 拉出极板比较

对惰性 EI 源中 3、6 和 9 mm 直径拉出极板的响应、线性 and 信噪比 (S/N) 进行了比较。通过检查三种目标化合物 (2,3-二氯联苯、双(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯和苯并[ghi]花) 的结果可以阐明普遍的性能差异。选择上述化合物是因为它们具有低至中等极性、无反应性且稳定。但是, 这些化合物的大小、蒸气压、沸点和极性各不相同 (表 1)。

图 2 展示了每个校准浓度下每种所选目标化合物的相对响应, 其中将 3 mm 和 6 mm 极板归一化至 9 mm 极板 (即提取离子峰面积之比)。图 2 中的虚线表示校准范围内的平均归一化响应值。正如预期, 对于较大孔径的极板, 相对响应降低。平均而言, 3 mm 透镜的响应约为 6 mm 的 1.5 倍, 6 mm 的响应约为 9 mm 的 1.9 倍。该图还显示了与拉出极板直径

和目标化合物相关的响应变化。通过观察这种变化对校准的影响, 对此进行了更详细的研究。

根据方法 525, 只要达到合格标准, 通过回归或平均响应因子进行校准都是可接受的。对于使用平均响应因子的校准, 响应因子的相对标准偏差 (RSD) 必须小

于 30%。对于任意一种校准方法, 在每个浓度水平下, 计算浓度应在实际浓度的 30% 范围内。表 2 列出了 0.02–15 ng/μL 校准范围内每种所选目标化合物在每个拉出极板直径下的平均响应因子、标准偏差和 RSD。图 3 展示了每个拉出极板在每个校准浓度下的计算浓度的误差。

表 1. 所选目标化合物的物理性质

目标化合物	分子式	沸点 (°C)	蒸气压 (Torr) [9]	极性 (cm <sup>3</sup> ) [10]	横截面积 (Å <sup>2</sup> ) [11]
2,3-二氯联苯	C <sub>12</sub> H <sub>6</sub> Cl <sub>2</sub>	172 [6]	1.29 × 10 <sup>-3</sup>	24 × 10 <sup>-24</sup>	227.13
苯并[ghi]花	C <sub>22</sub> H <sub>12</sub>	550 [7]	1.12 × 10 <sup>-9</sup>	40 × 10 <sup>-24</sup>	276.58
双(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O	386 [8]	3.95 × 10 <sup>-6</sup>	45 × 10 <sup>-24</sup>	484.54

表 2. 所选目标的平均响应因子和偏差

	2,3-二氯联苯			苯并[ghi]花			双(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯		
	3 mm	6 mm	9 mm	3 mm	6 mm	9 mm	3 mm	6 mm	9 mm
平均 RF	0.804	0.756	0.730	0.830	0.946	0.974	0.531	0.806	0.962
标准偏差	0.033	0.038	0.035	0.162	0.103	0.051	0.202	0.090	0.063
%RSD	4.13	4.99	4.84	19.53	10.90	5.20	38.13	11.14	6.54

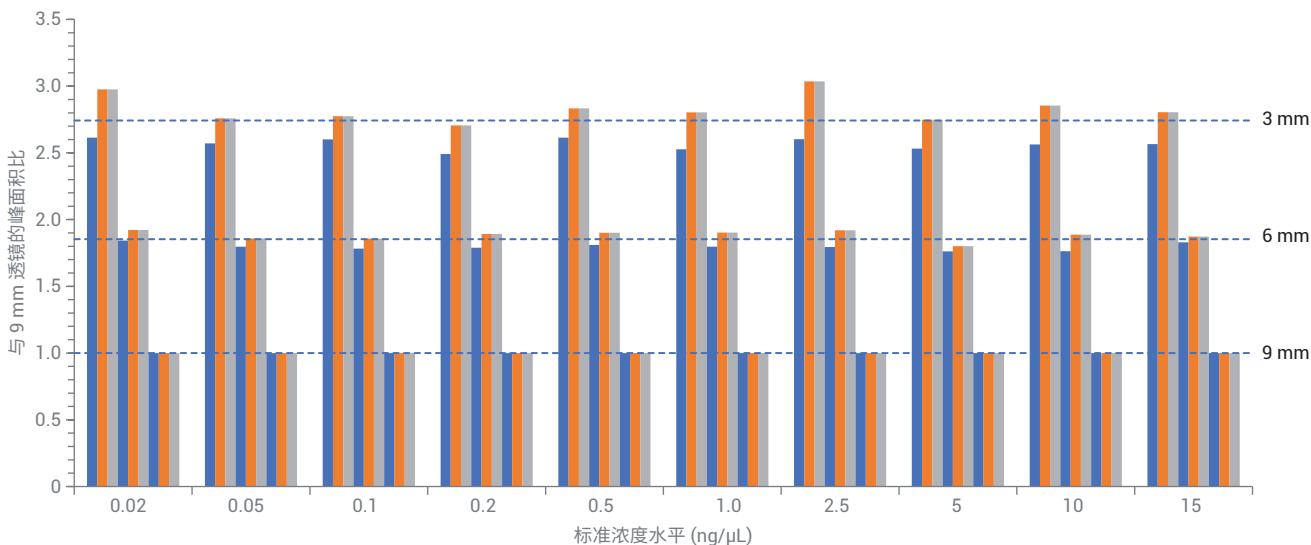


图 2. 所选目标化合物 2,3-二氯联苯 (蓝色)、苯并[ghi]花 (橙色) 和双(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯 (灰色) 的响应比较。所有化合物的平均归一化响应值和每种板直径的浓度用虚线表示

这些校准结果中有几种现象较为明显。对于 2,3-二氯联苯, 从 3 mm 到 9 mm 板平均响应因子 (表 2) 略有下降, 但仍在两个标准偏差范围内。这表明平均值差异可能不显著。更重要的是, 对于每个拉出极板, 校准通过了平均响应因子 RSD 和计算误差标准 (图 3A)。基本上, 无论拉出极板直径多大, 都未观察到校准性能差异。苯并[ghi]花的结果则相当不同。此化合物是目标物列表中最后洗脱的物质, 具有较高的沸点和较低的蒸气压 (表 1)。如表 2 和图 3B 所示, 基于所选的拉出极板直径, 校准结果存在较大差异。拉出极板从 3 mm 换为 9 mm 时, 平均响应因子的 RSD 和每个校准浓度下的计算误差降低。对于双(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯, 观察到类似趋势且更加明显。使用 3 mm 拉出极板时, 此化合物未通过 RSD 和计算浓度标准。有趣的是, 双(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯比苯并[ghi]花沸点更低、蒸气压更高, 但极性和横截表面积更大 (表 1)。这表明观察到的非线性与挥发性并不严格相关, 还取决于分析物与拉出极板表面之间的相互作用倾向。

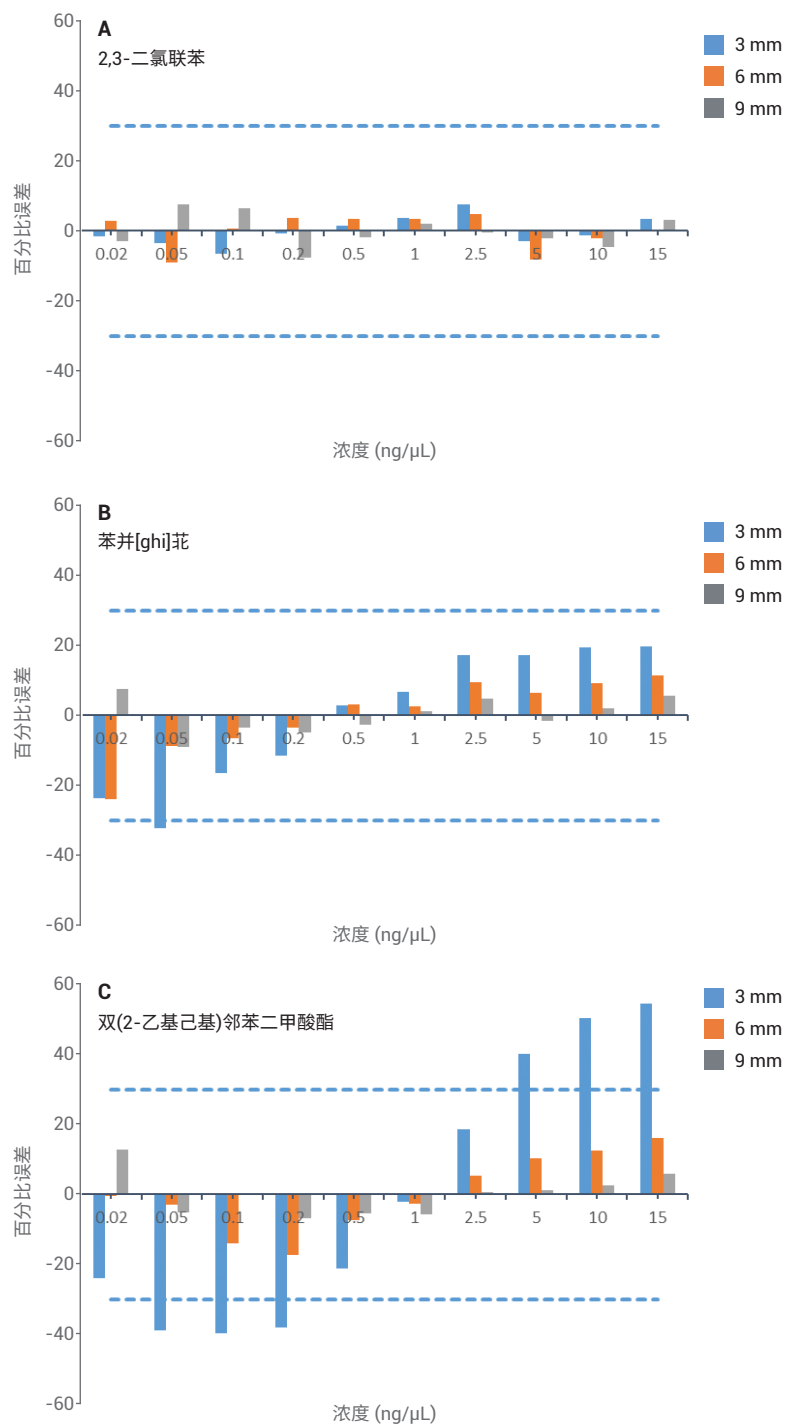


图 3. 拉出极板直径分别为 3 mm (蓝色)、6 mm (橙色) 和 9 mm (灰色) 时, 2,3-二氯联苯 (A)、苯并[ghi]花 (B) 和双(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯 (C) 在每个校准浓度下基于平均响应因子的计算浓度的误差

对于三种孔径，计算了每种目标化合物在 0.02 ng/μL 的峰间 S/N (表 3)。只有 2,3-二氯联苯表现出随拉出极板孔径增加，S/N 明显降低的趋势。对于苯并[ghi]花和双(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯，吸附效应可能抵消了 S/N 的明显变化趋势。

### 扩展线性范围校准 (9 mm 拉出极板)

安装 9 mm 拉出极板后，将所有 101 种目标化合物的扩展校准范围 0.02–15 ng/μL 与校准范围 0.1–10 ng/μL (如方法 525.2 中所述) 和 0.1–5 ng/μL (如方法 525.3 中所述) 进行对比。校准方案遵循环境实验室中使用的方法要求和典型方法。首先，根据平均响应因子使用所有 10 种校准浓度尝试校准。如果平均响应因子的标准偏差低于 30% RSD，则验证了每个浓度水平下的计算浓度均处于真实值的 30% 以内。如果计算浓度未通过 30% 阈

值或 30% RSD 标准，则删除校准浓度下限直至通过要求。如果通过删除浓度点无法获得最少五个校准点，则使用加权线性回归。所有浓度水平下的计算浓度必须在真实值的 30% 以内。

图 4 展示了所有目标化合物在三个校准范围内的平均响应因子 RSD 对比，异狄氏剂和硫丹硫酸酯除外。异狄氏剂在三个校准范围内均需使用加权线性回归，

硫丹硫酸酯在 0.02–15 ng/μL 范围内需使用加权线性回归 (附录表 A2)。表 4 列出了每个校准范围的 RSD 平均值和标准偏差。对于上限为 5 和 10 ng/μL 的校准，RSD 的分布几乎没有差别；对于上限为 15 ng/μL 的校准，平均 RSD 略有增加。在所有三种情况下，基于方法标准成功实现了校准。(所有目标化合物的响应因子列于附录表 A1 中)

表 3. 所选目标化合物的 S/N

拉出极板直径 (mm)	2,3-二氯联苯	苯并[ghi]花	双(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯
3	23.7	43.4	18.7
6	20.7	26.4	36.2
9	13.4	26.0	22.8

表 4. 三个校准范围的特征

校准范围 (ng/μL)	RF 的平均 RSD	平均 RSD RF 的标准偏差	需要加权线性回归的目标化合物
0.02–15	8.38	3.51	异狄氏剂、硫丹硫酸酯
0.1–10	6.69	3.42	异狄氏剂
0.1–5	6.64	3.30	异狄氏剂

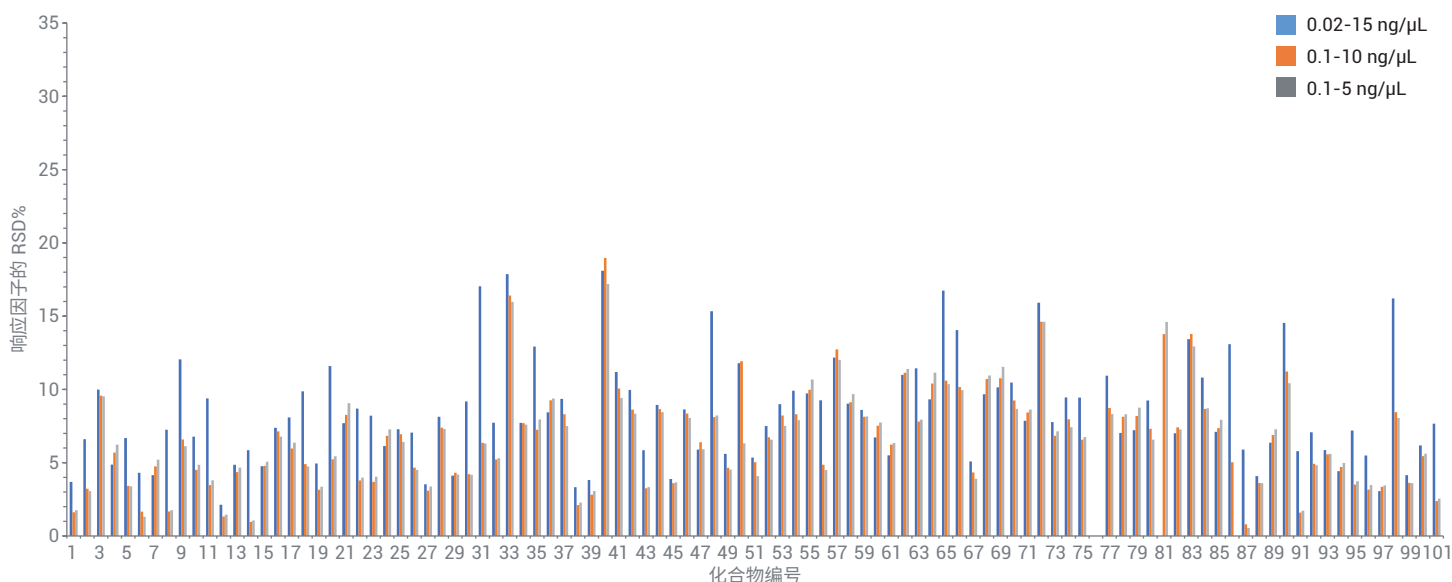


图 4. 校准范围 0.02–15 ng/μL (蓝色)、0.1–10 ng/μL (橙色) 和 0.1–5 ng/μL (灰色) 的 RSD% 比较。(化合物的鉴定信息列于附录表 A1)

## 结论

使用 Intuvo 和 5977 可以满足 EPA 方法 525 中规定的饮用水中半挥发性有机化合物分析的校准要求。将 EI 源中的拉出极板直径从 3 mm 增加到 9 mm 增加了定量动态范围，大多数化合物的校准范围扩展到 0.02–15 ng/μL。

## 参考文献

1. Padilla-Sánchez, J. A.; Plaza-Bolaños, P.; Frenich, A. G. Applications and strategies Based on Gas Chromatograph - Low-Resolution Mass Spectrometry (GC-LRMS) for the Determination of Residues and Organic Contaminants in Environmental Samples. *In* Comprehensive Analytical Chemistry; Cappelletto, A.; Palma, P., Eds.; Advanced Techniques in Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS-MS and GC-TOF-MS) for Environmental Chemistry, Volume 61; Ferrer, I.; Thurman, E., Eds.; Elsevier, Oxford, 2013; pp 181-202
2. Munch, J. W. Method 525.2: Determination of Organic Compounds in Drinking Water by Liquid-Solid Extraction and Capillary Column Gas Chromatography/Mass Spectrometry. United States Environmental Protection Agency, Department of Water, **1995**
3. Munch, J. W.; *et al.* Method 525.3: Determination of Organic Compounds in Drinking Water by Liquid-Solid Extraction and Capillary Column Gas Chromatography/Mass Spectrometry. United States Environmental Protection Agency, **2012**
4. Title 18. Environmental Quality, Chapter 11. Department of Environmental Quality – Water Quality Standard, Arizona Department of State, Phoenix, AZ, **2016**
5. 采用饮用水方法 EPA 525.2 在 Intuvo 上进行异狄氏剂和 DDT 的稳定性研究，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5991-9277ZHCN, **2018**
6. de Crauw, Th. Recueil des Travaux Chimiques des Pays-Bas et de la Belgique. **1931**, 50(9), 753-855
7. Katsoyiannis, A. *Environ. Sci. Technol.* **2011**, 45(20), 8897-8906.
8. Gartner, S. J. *Agric. Food Chem.* **2009**, 57(22), 10675-10681
9. Calculated using Advanced Chemistry Development (ACD/Labs) Software V11.02
10. ChemSpider. <http://www.chemspider.com/> (**2018** 年 4 月 18 日访问)
11. Spartan '16, Version 2.0.7, 64-bit for Windows and Linux, Wavefunction, Inc. Irvine, CA, August 1, **2017**

## 附录 A

表 A1. 目标化合物在 0.02–15 ng/μL 范围内的保留时间、响应因子、平均响应因子和 %RSD

	化合物	保留时间 (min)	浓度水平 (ng/μL)										均值	%RSD
			1 (0.02)	2 (0.05)	3 (0.1)	4 (0.2)	5 (0.5)	6 (1)	7 (2.53)	8 (5)	9 (10)	10 (15.3)		
1	异佛尔酮	6.026	1.415	1.229	1.399	1.370	1.352	1.331	1.342	1.365	1.353	1.347	1.350	3.69
2	敌敌畏	6.791	0.924	0.720	0.787	0.773	0.832	0.803	0.817	0.835	0.843	0.853	0.819	6.61
3	六氯环戊二烯	7.572	0.308	0.335	0.287	0.345	0.353	0.357	0.372	0.382	0.390	0.396	0.352	9.99
4	EPTC	7.732	0.438	0.454	0.507	0.420	0.445	0.454	0.459	0.460	0.458	0.458	0.455	4.87
5	速灭磷	8.417	0.829	0.674	0.851	0.778	0.822	0.792	0.830	0.836	0.850	0.850	0.811	6.68
6	丁草敌	8.470	不适用	0.750	0.680	0.676	0.666	0.684	0.661	0.666	0.652	0.657	0.677	4.32
7	灭草猛	8.690	不适用	0.516	0.570	0.495	0.497	0.529	0.525	0.524	0.527	0.524	0.523	4.15
8	邻苯二甲酸二甲酯	8.738	1.670	1.580	1.420	1.427	1.373	1.373	1.379	1.382	1.375	1.374	1.435	7.25
9	土菌灵	8.775	0.259	0.214	0.170	0.199	0.180	0.189	0.188	0.201	0.206	0.209	0.202	12.05
10	2,6-二硝基甲苯	8.861	0.320	0.330	0.306	0.265	0.278	0.283	0.292	0.280	0.291	0.302	0.295	6.78
11	克草猛	8.872	0.641	0.512	0.491	0.531	0.474	0.495	0.490	0.496	0.494	0.490	0.511	9.39
12	危烯	9.005	1.999	1.850	1.952	1.933	1.879	1.951	1.923	1.948	1.928	1.932	1.930	2.13
13	地茂散	9.481	0.473	0.474	0.528	0.554	0.513	0.506	0.483	0.505	0.503	0.502	0.504	4.86
14	2-氯联苯 (BZ #1)	9.546	1.299	1.116	1.117	1.084	1.093	1.092	1.088	1.093	1.094	1.083	1.116	5.86
15	丁噻隆	9.776	0.492	0.474	0.531	0.454	0.499	0.496	0.511	0.493	0.515	0.531	0.499	4.76
16	2,4-二硝基甲苯	9.909	0.313	0.353	0.301	0.328	0.342	0.345	0.357	0.367	0.374	0.379	0.346	7.38
17	草达灭	10.107	0.813	0.671	0.765	0.667	0.643	0.662	0.670	0.667	0.656	0.656	0.687	8.09
18	邻苯二甲酸二乙酯	10.717	1.771	1.466	1.465	1.492	1.367	1.370	1.359	1.325	1.314	1.295	1.423	9.87
19	芴	10.915	1.471	1.507	1.419	1.407	1.367	1.298	1.335	1.341	1.336	1.326	1.381	4.94
20	毒草胺	11.038	0.946	0.774	0.766	0.667	0.737	0.688	0.681	0.687	0.676	0.687	0.731	11.59
21	灭线磷	11.492	不适用	不适用	0.214	0.270	0.212	0.229	0.233	0.235	0.233	0.239	0.233	7.70
22	环草敌	11.535	1.043	1.288	1.105	1.006	0.998	0.999	1.020	1.017	0.996	1.000	1.047	8.69
23	氯苯胺灵	11.819	0.499	0.445	0.390	0.430	0.383	0.398	0.400	0.407	0.402	0.414	0.417	8.21
24	氟乐灵	11.878	不适用	0.257	0.291	0.248	0.237	0.250	0.251	0.256	0.268	0.271	0.259	6.13
25	α-BHC	12.584	0.252	0.251	0.313	0.276	0.281	0.279	0.265	0.263	0.253	0.251	0.268	7.28
26	2,3-二氯联苯 (BZ #5)	12.653	0.864	0.956	0.883	0.852	0.819	0.800	0.794	0.790	0.777	0.769	0.830	7.05
27	六氯苯	12.680	0.413	0.405	0.436	0.436	0.450	0.415	0.441	0.413	0.429	0.414	0.425	3.53
28	阿特拉通	13.038	不适用	0.239	0.191	0.191	0.203	0.200	0.227	0.220	0.224	0.227	0.214	8.14
29	西玛津	13.231	0.147	0.153	0.146	0.138	0.143	0.136	0.150	0.150	0.152	0.153	0.147	4.12
30	扑灭通	13.231	0.159	0.207	0.216	0.206	0.205	0.201	0.218	0.223	0.222	0.224	0.208	9.18
31	β-BHC	13.364	0.193	0.121	0.131	0.113	0.117	0.120	0.129	0.131	0.133	0.131	0.132	17.04
32	莠去津	13.381	0.270	0.223	0.219	0.209	0.209	0.221	0.237	0.233	0.233	0.237	0.229	7.73
33	五氯酚 <sup>†</sup>	13.423	0.104	0.105	0.103	0.108	0.121	0.126	0.150	0.150	0.155	0.157	0.128	17.86
34	扑灭津	13.493	0.214	0.182	0.187	0.187	0.196	0.196	0.218	0.222	0.220	0.217	0.204	7.72
35	γ-BHC	13.648	0.181	0.159	0.153	0.125	0.129	0.127	0.128	0.137	0.134	0.133	0.141	12.92
36	拿草特	13.915	0.379	0.341	0.299	0.342	0.348	0.350	0.387	0.388	0.388	0.392	0.361	8.43
37	百菌清	14.140	0.247	0.223	0.255	0.235	0.239	0.258	0.279	0.282	0.292	0.290	0.260	9.35

38	菲	14.151	1.183	1.220	1.165	1.137	1.130	1.094	1.108	1.146	1.120	1.117	1.142	3.33
39	葱	14.338	1.257	1.121	1.220	1.162	1.134	1.124	1.133	1.162	1.147	1.143	1.160	3.82
40	甲基对氧磷	14.370	0.186	0.191	0.150	0.169	0.178	0.184	0.221	0.236	0.250	0.258	0.202	18.10
41	特草定	14.397	0.092	0.077	0.089	0.085	0.089	0.082	0.100	0.103	0.105	0.107	0.093	11.18
42	δ-BHC	14.557	0.136	0.103	0.104	0.113	0.126	0.118	0.127	0.131	0.134	0.133	0.122	9.97
43	2,4,5-三氯联苯	15.028	0.367	0.337	0.304	0.325	0.300	0.311	0.318	0.324	0.324	0.323	0.323	5.85
44	甲草胺	15.771	0.304	0.253	0.281	0.238	0.270	0.266	0.299	0.301	0.307	0.312	0.283	8.95
45	西草净	15.910	不适用	0.303	0.324	0.308	0.308	0.309	0.329	0.333	0.330	0.333	0.320	3.88
46	七氯	15.985	0.185	0.158	0.135	0.170	0.149	0.164	0.158	0.164	0.174	0.174	0.163	8.64
47	莠灭净	16.050	不适用	0.245	0.236	0.221	0.236	0.235	0.258	0.257	0.263	0.259	0.246	5.90
48	扑草净	16.151	0.278	0.297	0.186	0.189	0.216	0.212	0.223	0.225	0.227	0.227	0.228	15.34
49	去草净	16.558	0.280	0.238	0.260	0.253	0.250	0.240	0.264	0.273	0.272	0.271	0.260	5.60
50	除草定	16.670	0.266	0.256	0.212	0.223	0.225	0.219	0.247	0.245	0.295	0.290	0.248	11.79
51	邻苯二甲酸二丁酯	16.788	1.445	1.298	1.318	1.310	1.297	1.268	1.389	1.407	1.454	1.452	1.364	5.35
52	2,2',4,4'-四氯联苯 (BZ #47)	16.857	0.197	0.180	0.190	0.194	0.196	0.202	0.222	0.218	0.221	0.221	0.204	7.51
53	异丙甲草胺	16.996	0.568	0.493	0.520	0.523	0.545	0.549	0.593	0.627	0.631	0.636	0.568	8.99
54	毒死蜱	17.071	0.196	0.158	0.161	0.139	0.155	0.148	0.168	0.173	0.176	0.177	0.165	9.91
55	艾氏剂	17.135	不适用	0.158	0.212	0.194	0.181	0.160	0.167	0.172	0.173	0.173	0.177	9.72
56	DCPA	17.205	0.210	0.181	0.234	0.220	0.229	0.220	0.241	0.244	0.248	0.249	0.228	9.25
57	氟草津	17.237	0.064	0.054	0.044	0.052	0.048	0.049	0.060	0.058	0.061	0.060	0.055	12.17
58	三唑酮	17.435	0.187	0.176	0.176	0.135	0.151	0.157	0.166	0.174	0.171	0.173	0.167	9.02
59	草乃敌	17.804	0.828	0.670	0.685	0.656	0.688	0.705	0.793	0.794	0.788	0.783	0.739	8.61
60	MGK-264a <sup>†</sup>	17.857	不适用	0.311	0.303	0.260	0.287	0.292	0.319	0.323	0.320	0.316	0.303	6.73
61	MGK-264b <sup>†</sup>	18.264	不适用	0.232	0.210	0.240	0.229	0.216	0.241	0.246	0.245	0.240	0.233	5.50
62	环氧七氯	18.392	不适用	0.059	0.055	0.062	0.066	0.064	0.076	0.072	0.074	0.073	0.067	10.99
63	2,2',3',4,6-五氯联苯 (BZ #98)	18.510	0.143	0.105	0.131	0.138	0.141	0.132	0.156	0.157	0.155	0.156	0.141	11.44
64	γ-氯丹	19.152	0.096	0.099	0.085	0.113	0.096	0.099	0.114	0.109	0.110	0.111	0.103	9.32
65	杀虫畏	19.323	0.366	0.199	0.242	0.254	0.258	0.259	0.307	0.306	0.308	0.304	0.280	16.74
66	丁草胺	19.441	0.361	0.314	0.256	0.224	0.243	0.252	0.287	0.291	0.293	0.291	0.281	14.05
67	莠	19.483	1.412	1.232	1.249	1.297	1.242	1.244	1.337	1.355	1.374	1.373	1.311	5.09
68	α-氯丹	19.553	不适用	0.083	0.069	0.075	0.086	0.076	0.090	0.090	0.090	0.090	0.083	9.67
69	硫丹	19.558	不适用	不适用	0.049	0.037	0.042	0.037	0.047	0.046	0.046	0.046	0.044	10.15
70	反式九氯	19.644	不适用	0.088	0.091	0.096	0.100	0.097	0.112	0.112	0.115	0.116	0.103	10.47
71	敌草胺	19.836	0.538	0.529	0.537	0.496	0.546	0.542	0.622	0.611	0.608	0.609	0.564	7.86
72	三环唑	20.045	0.180	0.227	0.213	0.194	0.235	0.238	0.279	0.282	0.284	0.278	0.241	15.91
73	4,4'-DDE	20.291	0.283	0.227	0.258	0.225	0.250	0.236	0.264	0.273	0.266	0.268	0.255	7.77
74	狄氏剂	20.409	不适用	0.180	0.197	0.190	0.207	0.209	0.226	0.230	0.234	0.234	0.212	9.45
75	2,2',4,4',5,6'-六氯联苯 (BZ #154)	20.462	0.185	0.138	0.131	0.154	0.148	0.148	0.158	0.157	0.159	0.156	0.153	9.45
76	异狄氏剂	21.061	线性回归											
77	克氯苯	21.350	0.275	0.260	0.279	0.317	0.307	0.287	0.340	0.340	0.349	0.352	0.310	10.94
78	4,4'-DDD	21.607	0.438	0.450	0.397	0.432	0.436	0.454	0.497	0.488	0.489	0.481	0.456	7.03
79	异狄氏剂醛	21.869	不适用	0.143	0.127	0.153	0.128	0.127	0.147	0.147	0.146	0.146	0.140	7.22
80	达草灭	22.484	0.271	0.214	0.250	0.248	0.238	0.258	0.276	0.282	0.289	0.288	0.261	9.25

81	硫丹硫酸酯	22.607	线性回归											
			0.560	0.553	0.530	0.555	0.552	0.550	0.624	0.627	0.626	0.632	0.581	7.00
82	邻苯二甲酸丁苄酯	22.677	0.302	0.344	0.293	0.290	0.311	0.320	0.373	0.392	0.399	0.408	0.343	13.43
83	4,4'-DDT	22.778	0.480	0.658	0.536	0.546	0.591	0.593	0.651	0.662	0.656	0.663	0.604	10.81
84	环嗪酮	22.928	0.480	0.658	0.536	0.546	0.591	0.593	0.651	0.662	0.656	0.663	0.604	10.81
85	二(2-乙基己基)己二酸	23.308	0.510	0.478	0.445	0.529	0.549	0.548	0.551	0.550	0.550	0.552	0.526	7.11
86	2,2',3,3',4,4',6-七氯联苯 (BZ #171)	24.238	0.081	0.070	0.096	0.105	0.097	0.104	0.111	0.105	0.105	0.105	0.098	13.08
87	苯并[a]蒽	24.276	不适用	1.395	1.189	1.194	1.190	1.181	1.182	1.177	1.166	1.180	1.206	5.90
88	蒽	24.399	1.217	1.251	1.243	1.175	1.183	1.125	1.150	1.139	1.124	1.135	1.174	4.08
89	2,2',3,3',4,5',6,6'-八氯联苯 (BZ #200)	24.410	不适用	0.120	0.144	0.117	0.131	0.125	0.131	0.124	0.123	0.124	0.126	6.37
90	甲氧滴滴涕	24.527	0.508	0.571	0.570	0.570	0.657	0.672	0.706	0.731	0.762	0.789	0.654	14.54
91	双(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯	25.207	不适用	1.013	0.866	0.840	0.875	0.848	0.875	0.870	0.868	0.886	0.882	5.79
92	氯苯嘧啶醇	26.201	不适用	0.204	0.160	0.165	0.170	0.179	0.177	0.181	0.183	0.182	0.178	7.07
93	顺式氯菊酯	27.309	0.425	0.456	0.369	0.402	0.427	0.396	0.419	0.428	0.432	0.438	0.419	5.87
94	反式氯菊酯	27.533	0.933	0.902	0.843	0.924	0.959	0.946	0.965	0.961	0.965	0.988	0.938	4.42
95	苯并[b]荧蒽	28.250	0.909	1.024	1.045	1.099	1.137	1.109	1.165	1.137	1.141	1.148	1.091	7.19
96	苯并[k]荧蒽	28.352	1.336	1.166	1.084	1.199	1.149	1.142	1.184	1.160	1.153	1.163	1.174	5.49
97	苯并[a]芘	29.320	1.069	1.113	1.014	1.085	1.047	1.081	1.114	1.101	1.107	1.112	1.084	3.06
98	氟啶草酮	29.598	0.365	0.345	0.441	0.488	0.473	0.496	0.539	0.547	0.556	0.570	0.482	16.21
99	茚并[1,2,3-cd]芘	32.812	0.897	0.973	0.923	0.959	0.939	0.954	1.006	1.006	1.004	1.013	0.967	4.15
100	二苯并[a,h]蒽	32.951	0.866	0.949	0.885	0.931	0.967	0.984	1.025	1.023	1.020	1.031	0.968	6.18
101	苯并[ghi]花	33.524	0.833	0.911	1.075	1.075	1.009	1.025	1.053	1.043	1.033	1.033	1.009	7.67

<sup>†</sup> 五氯酚浓度水平: 0.08、0.2、0.4、0.8、2、4、10、20、40 和 60 ng/μL

<sup>‡</sup> MGK-264a 和 b 估算浓度水平: 0.01、0.03、0.05、0.1、0.25、0.5、1.27、2.5、5 和 7.67 ng/μL

表 A2. 使用线性回归得到的目标化合物的保留时间和计算浓度

	化合物	保留时间 (min)	浓度水平 (ng/μL)											
			0.02	0.05	0.1	0.2	0.5	1	2.53	5	10	15.3		
76	异狄氏剂	21.061	不适用	不适用	0.11	0.24	0.43	0.87	2.32	4.93	9.86	15.89	y = 0.011191x - 6.052770 × 10 <sup>-4</sup> ; 加权 1/x; R <sup>2</sup> = 0.9976	
81	硫丹硫酸酯	22.607	不适用	0.05	0.11	0.16	0.52	0.92	2.59	5.06	10.06	15.23	y = 0.013896x - 3.895983 × 10 <sup>-4</sup> ; 加权 1/x; R <sup>2</sup> = 0.9994	

查找当地的安捷伦客户中心:

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)

免费专线:

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

联系我们:

[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

本文中的信息、说明和指标如有变更, 恕不另行通知。

在线询价:

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

© 安捷伦科技(中国)有限公司, 2018  
2018年8月28日, 中国出版  
5994-0013ZH-CN

