

采用 Agilent 8890 气相色谱仪和 5977 GC/MSD 实现扩展校准范围的饮用水中半挥发性有机化合物分析

作者

Angela Smith Henry 博士
安捷伦科技有限公司

摘要

本应用简报将 Agilent 8890 GC 与 Agilent 5977 MSD 相结合，根据美国国家环保局 (EPA) 的方法 525 分析饮用水源中的半挥发性有机化合物，此方案同时适用于全球其他饮用水法规的检测要求。本工作流程获得的结果满足方法 525 校准标准，同时证明该系统具有足够的灵敏度，能够检测大多数低浓度标准品。

前言

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-质量选择检测器 (GC/MSD) 具有高灵敏度和高选择性，是定量分析多种污染物的一种重要技术¹。EPA 方法 525（版本 525.2 和 525.3）详细说明了涵盖不同分析物类型的 100 多种有机化合物的萃取和分析步骤。其中包括多环芳烃 (PAH)、有机氯农药、氮和磷农药、选定的多氯联苯和其他选定的半挥发性有机化合物^{2,3}。该方法还可以应用于多组分分析，例如毒杀芬、多氯联苯和技术型氯丹。EPA 方法中引用的化合物表现出宽泛的分析物极性、挥发性和稳定性范围，使分析具有挑战性。

本文所述分析方法同样适用于最新版《欧盟饮用水指令》(2020/2184) 的法规要求。在配备适当样品前处理与富集方案的前提下，该 GC/MS 分析条件可直接应用或作为基准方案来进行进一步方法开发，但需根据法规要求完成相关验证工作。

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。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⁴。宽动态范围 (0.02-15 ng/μL) 可能导致某些化合物难以呈现线性，通常不会尝试在更宽的区间内进行校准。如果样品浓度高于校准范围，则可能需要重新分析，对用于分析最终饮用水以外样品的系统更是如此。之前的研究在 Agilent Intuvo 9000 GC 和 Agilent 5977 MSD 上完成，研究了拉出极直径对 EPA 525 方法化合物和扩展线性范围的影响⁵。

本研究测试了可在 0.02–15 ng/μL 范围内进行校准的 Agilent 8890 GC 与 5977 MSD 联用系统的能力。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，并满足饮用水方法中规定的校准要求。

实验部分

样品前处理

三种浓度为 100 ng/μL 的半挥发性物质 (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安捷伦（前 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、0.10、0.20、0.50、1.0、2.53、5.0、10 和 15.3 ng/μL。顺式和反式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，浓度接近前文列出的浓度。五氯酚在半挥发性混合物中的浓度为上述浓度的 4 倍。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，本研究鉴定了两种主要异构体。各自分别定量，假定浓度为上文所列浓度水平的一半。甲草胺和莠去津存在于两种混合物（有机氯农药和氮/磷农药）中，因此每个校准水平下的校准标样浓度均为上述浓度的 2 倍。向每个校准标样中添加内标和替代物 (ISM-510)，使每个校准水平的浓度为 5 ng/μL。

之前的研究使用 Intuvo 9000C GC/MSD 对 EPA 525 进行测试，考察了不同的拉出极尺寸：3 mm、6 mm、9 mm。研究表明，9 mm 拉出极比 3 mm 拉出极更为理想，因为随着直径的增加，在更宽的动态范围内呈现出的结果更优秀⁵。基于上述研究，本研究重点使用 9 mm 拉出极。

仪器

表 1. GC 和 MSD 仪器与消耗品

参数	值
GC	8890 GC
MS	配备惰性 EI 源的 5977 GC/MSD
拉出极	9 mm（部件号 G3870-20449）
色谱柱	Agilent DB-8270D 超高惰性柱，30 m × 0.25 mm × 0.25 μm（部件号 122-9732）
衬管	带玻璃毛的安捷伦超高惰性不分流单细径锥衬管（部件号 5190-2293）
进样口隔垫	安捷伦高级隔垫，绿色，不粘连，11 mm（部件号 5183-4759，50/包）
自动进样器	Agilent 7650A 自动液体进样器
样品瓶	Agilent A-Line 认证棕色样品瓶（螺口盖），100/包（部件号 5190-9590）
样品瓶内插管	安捷伦去活样品瓶内插管，100/包（部件号 5181-8872）
螺口盖样品瓶	安捷伦螺口盖，PTFE/硅橡胶/PTFE 隔垫，瓶盖尺寸：12 mm；500/包（部件号 5185-5862）

结果与讨论

仪器性能验证

根据 EPA 方法 525，GC/MS 必须通过仪器适用性测试才能分析样品。该测试策略包括仪器性能检测 (IPC) 标准品，其中包含 DFTPP、异狄氏剂和 4,4'-DDT，用于验证 MSD 调谐和系统流路惰性。版本 525.2 和 525.3 要求 DFTPP 需通过调谐检查，且 4,4'-DDT 分解率需低于 20%。方法 525.2 还规定，对于宣称适用的系统，异狄氏剂的分解率应低于 20%^{2,3}。8890 GC 和 5977 MSD 的 IPC 测定结果请参见其他文献⁶。

图 1 说明了使用 35 分钟方法，目标化合物、替代物和内标的分离情况。在 EPA 方法 525.2 中，必须显示两组异构体的色谱分离度，特别是分别使用蒎和菲以及苯并[a]蒎和蒎的分析。蒎和菲需要达到基线分离，而苯并[a]蒎和蒎需要的最小分离度为 25%。分离度测定为峰谷高度与两种化合物平均峰高（中等浓度水平）之比。图 1 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情况。图 2A 展示了蒎和菲 (m/z 178) 的提取离子色谱图 (EIC)。图 2B 展示了在 1.0 ng/μL 浓度下，苯并[a]蒎和蒎 (m/z 228) 的 EIC。菲和蒎异构体显示出基线分离，而苯并[a]蒎和蒎异构体则几乎达到基线分离；两个异构体组合都通过了方法标准。

仪器条件

表 2. GC 和 MSD 仪器条件

参数	值
进样量	1 μL
进样口	分流/不分流 250 °C 脉冲不分流 50 psi 持续 1 min 1 min 时吹扫流速为 50 mL/min 切换为隔垫吹扫
柱温程序	40 °C (保持 1 min) 25 °C/min 至 160 °C (保持 3 min) 6 °C/min 至 312 °C
载气和流速	氮气，1.2 mL/min，恒流
传输线温度	270 °C
离子源温度	320 °C
四极杆温度	200 °C

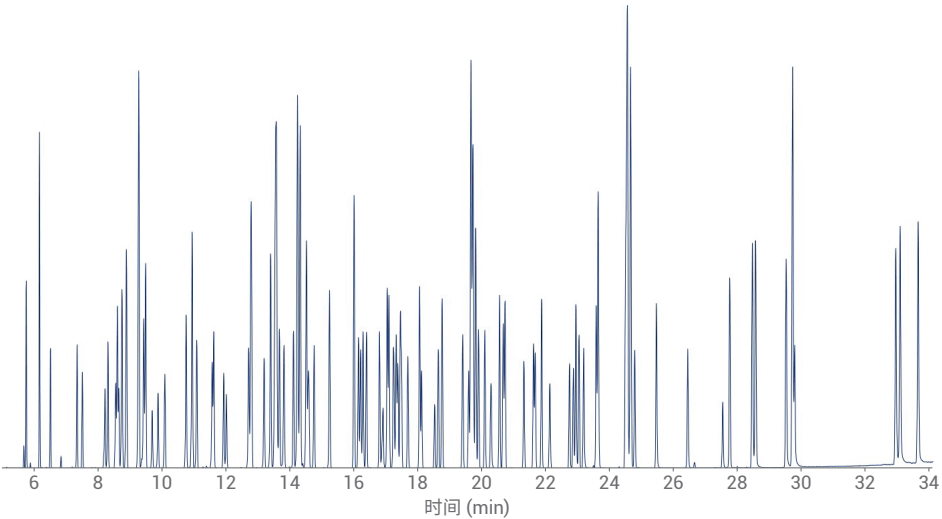


图 1. 展示目标化合物 (2.5 ng/μL)、内标和替代物（分别为 5 ng/μL）分离的总离子流色谱图 (TIC)。样品前处理部分指出，某些目标化合物的实际浓度水平不是 2.5 ng/μL

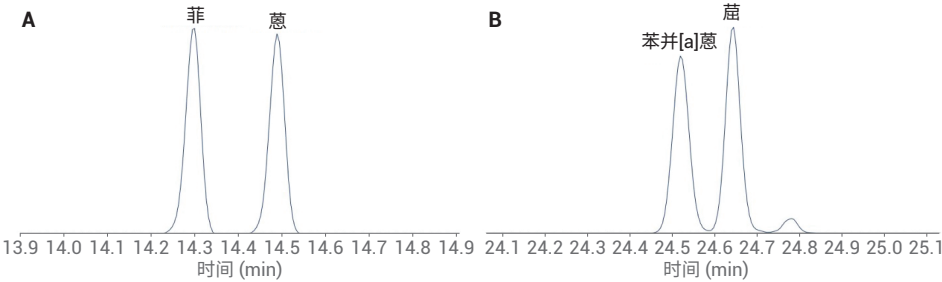


图 2. 展示菲和蒎 (A) 的基线分离 EIC 图以及苯并[a]蒎和蒎 (B) 近乎基线分离的 EIC 图

扩展线性校准范围

将所有 102 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 EPA 方法 525.2 中所述）和 0.1–5 ng/μL（如 EPA 方法 525.3 中所述）进行对比。校准曲线计算遵循环境实验室的方法要求和典型方法。首先，根据平均响应因子对所有 10 种校准浓度尝试校准。根据方法 525.2，只要达到合格标准，通过回归或用平均响应因子进行校准都是可接受的。

- 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 %RSD 标准，则降低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。线性回归或平均响应因子这两种校准方法都要求每个浓度水平下的计算浓度应在实际浓度 30% 的范围内

图 3 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。百菌清、硫丹 I 和硫丹硫酸酯除外。这些化合物都只需要使用加权线性回归 (0.02–15 ng/μL)，见附录表 A2。当测试 EPA 525.2 和 525.3 校准范围时，所有化合物的平均响应因子 %RSD 低于 30%，计算浓度在所有目标化合物实际浓度 30% 的范围内。表 3 列出了目标化合物每个校准范围的 RSD 平均值和标准偏差。对于 RSD 从 0.1 ng/μL 到 5 ng/μL 和 10 ng/μL

的校准，RSD 的分布几乎相同，而扩展校准范围（包括两个较低浓度和一个高于 EPA 525.2 范围的浓度）显示平均 RSD 略有增加。同时还监测了替代化合物的响应因子，其在目标化合物的 10 种浓度水平下均保持为 5 ng/μL，详见附录表 A3。这些响应因子未包括在表 3 中所示的计算中。因更宽的动态范围和单四极杆 MSD 的低浓度，扩展范围的增加很容易理解。在所有三个校准范围的情形中，根据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）。

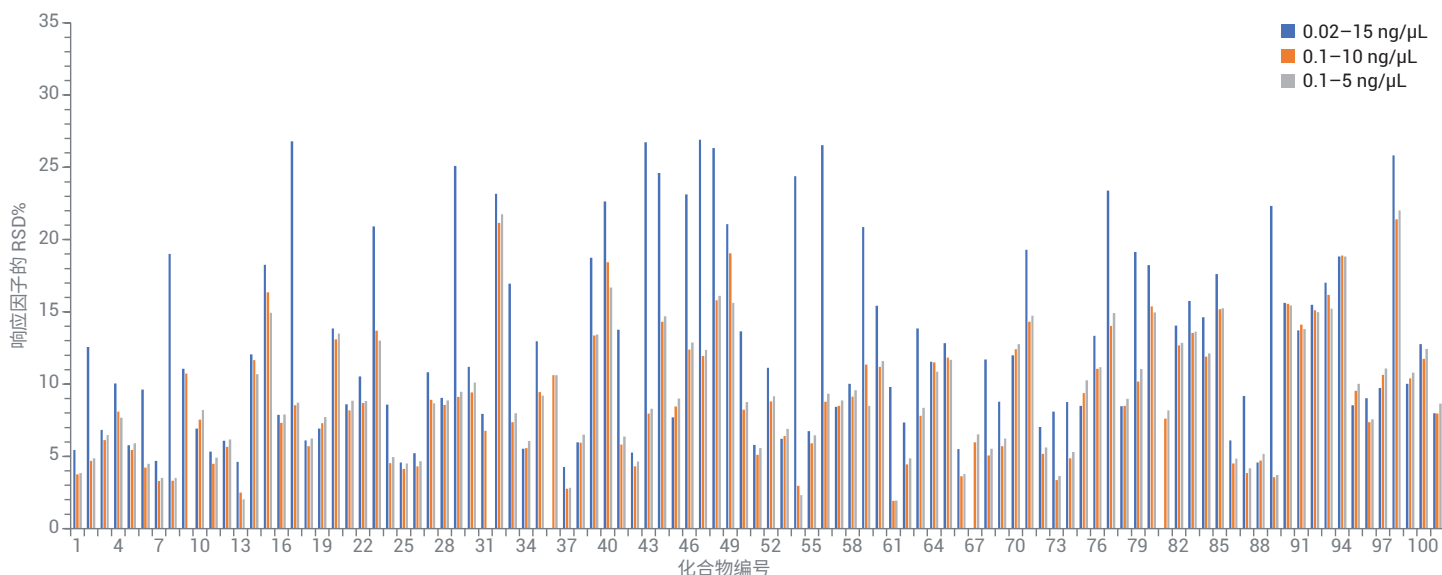


图 3. 目标分析物校准范围 0.02–15 ng/μL（蓝色）、0.1–10 ng/μL（橙色）和 0.1–5 ng/μL（灰色）的 %RSD 比较。化合物的鉴定信息如附录表 A1 所示

表 3. 目标分析物三个校准范围的统计特性

校准范围 (ng/μL)	RF 的平均 RSD	平均 RSD RF 的标准偏差	需线性回归的目标化合物
0.02–15	12.71	6.60	百菌清、硫丹 I、硫丹硫酸酯
0.1–10	8.97	4.46	
0.1–5	8.96	4.45	

结论

使用 8890 GC 和 5977 MSD 可以满足 EPA 方法 525 中规定的饮用水中半挥发性物质分析的校准要求。对于 102 种目标分析物中的多数，可以按照 EPA 方法指南建立校准曲线，在 0.02–15 ng/μL 的扩展范围内完成校准。与之前使用 Intuvo 9000 GC 和 5977 MSD 的研究一致，利用 9 mm 拉出透镜有助于实现化合物检测，并扩展具有线性的校准范围。

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*; Cappiello, 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, 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, USA, **2016**
5. Giardina, M. Analysis of Semivolatile Organic Compounds in Drinking Water on the Agilent Intuvo and 5977 with Extended Calibration Range (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)，*安捷伦科技公司应用简报*，出版号 5994-0013EN，**2018**
6. Endrin and DDT Stability Study for Drinking Water Methods with an Agilent 8890 GC/ 5977B GC/MSD Combined System (采用 Agilent 8890 GC/5977B GC/MSD 组合系统对饮用水方法进行异狄氏剂和 DDT 的稳定性研究)，*安捷伦科技公司应用简报*，出版号 5994-0444EN，**2019**

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

编号	化合物	浓度水平 (ng/μL)											平均 RF	%RSD
		RT (min)	1 (0.02)	2 (0.05)	3 (0.1)	4 (0.2)	5 (0.5)	6 (1.0)	7 (2.53)	8 (5.0)	9 (10)	10 (15.3)		
1	异佛尔酮	5.671	1.106	1.039	0.979	1.010	1.035	1.067	1.088	1.102	1.066	0.983	1.048	4.42
2	敌敌畏	6.426	0.636	0.695	0.737	0.678	0.714	0.742	0.750	0.748	0.754	0.693	0.715	5.44
3	六氯环戊二烯	7.249	不适用	0.349	0.338	0.324	0.342	0.345	0.364	0.370	0.362	0.333	0.347	4.37
4	EPTC	7.412	0.437	0.391	0.408	0.443	0.431	0.459	0.482	0.482	0.472	0.434	0.444	6.82
5	速灭磷	8.109	0.641	0.809	0.758	0.740	0.812	0.815	0.883	0.893	0.910	0.843	0.811	10.04
6	丁草敌	8.203	0.496	0.432	0.427	0.442	0.462	0.479	0.490	0.496	0.476	0.442	0.464	5.77
7	灭草猛	8.434	0.401	0.420	0.499	0.479	0.512	0.512	0.535	0.542	0.528	0.485	0.491	9.63
8	邻苯二甲酸二甲酯	8.486	1.456	1.328	1.330	1.307	1.335	1.389	1.417	1.417	1.340	1.241	1.356	4.68
9	土菌灵	8.528	不适用	0.169	0.186	0.191	0.183	0.182	0.198	0.196	0.194	0.181	0.187	4.92
10	2,6-二硝基甲苯	8.628	0.212	0.222	0.220	0.220	0.242	0.249	0.267	0.282	0.285	0.263	0.246	11.06
11	克草猛	8.633	0.565	0.617	0.542	0.543	0.606	0.635	0.645	0.650	0.620	0.565	0.599	6.93
12	萘烯	8.769	1.868	1.893	1.954	1.912	1.984	2.083	2.134	2.152	2.045	1.887	1.991	5.32
13	地茂散	9.309	0.424	0.471	0.422	0.438	0.489	0.466	0.491	0.484	0.460	0.422	0.457	6.09
14	2-氯联苯 (BZ #1)	9.367	1.100	1.125	1.114	1.049	1.085	1.094	1.090	1.101	1.041	0.955	1.075	4.61
15	丁噻隆	9.561	0.376	0.343	0.387	0.345	0.398	0.412	0.451	0.465	0.484	0.447	0.411	12.07
16	2,4-二硝基甲苯	9.755	0.220	0.274	0.267	0.266	0.275	0.300	0.346	0.374	0.387	0.360	0.307	18.26
17	草达灭	9.959	0.552	0.579	0.550	0.610	0.616	0.656	0.680	0.677	0.657	0.601	0.618	7.88
18	邻苯二甲酸二乙酯	10.625	不适用	不适用	1.721	1.516	1.395	1.387	1.422	1.415	1.365	1.250	1.434	9.57
19	苊	10.814	1.208	1.336	1.268	1.237	1.358	1.381	1.432	1.443	1.370	1.266	1.330	6.11
20	毒草胺	10.95	0.614	0.678	0.669	0.599	0.652	0.694	0.732	0.738	0.718	0.663	0.676	6.93
21	灭线磷	11.438	0.203	0.218	0.209	0.222	0.240	0.265	0.288	0.289	0.287	0.266	0.249	13.86
22	环草敌	11.49	0.721	0.719	0.711	0.764	0.780	0.845	0.883	0.892	0.847	0.779	0.794	8.60
23	氯苯胺灵	11.81	0.288	0.368	0.337	0.343	0.351	0.384	0.403	0.414	0.407	0.373	0.367	10.54
24	氟乐灵	11.894	不适用	0.155	0.214	0.188	0.184	0.210	0.242	0.253	0.259	0.239	0.216	16.38
25	α-林丹	12.575	0.179	0.223	0.217	0.225	0.237	0.233	0.244	0.248	0.235	0.217	0.226	8.59
26	2,3-二氯联苯 (BZ #5)	12.649	0.663	0.679	0.670	0.682	0.689	0.728	0.731	0.750	0.705	0.657	0.695	4.57
27	六氯苯	12.67	0.474	0.427	0.434	0.447	0.457	0.476	0.476	0.492	0.456	0.421	0.456	5.21
28	阿特拉通	13.047	0.176	0.132	0.151	0.163	0.164	0.169	0.188	0.188	0.190	0.176	0.170	10.83
29	扑灭通	13.246	0.133	0.137	0.142	0.137	0.146	0.153	0.170	0.168	0.165	0.154	0.150	9.04
30	西玛津	13.246	不适用	0.103	0.114	0.102	0.112	0.122	0.131	0.130	0.129	0.118	0.118	9.35
31	莠去津*	13.403	0.196	0.210	0.227	0.208	0.241	0.255	0.270	0.269	0.259	0.240	0.237	11.19
32	β-林丹	13.388	0.129	0.115	0.131	0.125	0.130	0.138	0.150	0.148	0.140	0.130	0.134	7.94
33	五氯酚 [†]	13.445	不适用	0.092	0.094	0.100	0.124	0.136	0.159	0.160	0.160	0.149	0.130	22.10
34	扑灭津	13.529	不适用	0.163	0.173	0.158	0.181	0.184	0.195	0.196	0.187	0.165	0.178	7.90
35	γ-林丹	13.676	0.122	0.131	0.113	0.126	0.127	0.126	0.135	0.131	0.124	0.116	0.125	5.53
36	拿草特	13.975	0.229	0.310	0.297	0.300	0.302	0.326	0.355	0.366	0.364	0.340	0.319	12.96

编号	化合物	RT (min)	浓度水平 (ng/μL)										平均 RF	%RSD
			1 (0.02)	2 (0.05)	3 (0.1)	4 (0.2)	5 (0.5)	6 (1.0)	7 (2.53)	8 (5.0)	9 (10)	10 (15.3)		
37	百菌清	14.179	线性回归											
38	菲	14.184	1.134	1.253	1.218	1.175	1.225	1.221	1.278	1.252	1.197	1.119	1.207	4.28
39	葱	14.373	1.105	1.103	1.108	1.105	1.160	1.208	1.286	1.264	1.210	1.128	1.168	5.97
40	特草定	14.436	不适用	0.169	0.218	0.177	0.201	0.215	0.249	0.255	0.254	0.240	0.220	14.80
41	甲基对氧磷	14.441	0.133	0.135	0.166	0.155	0.172	0.185	0.222	0.232	0.247	0.233	0.188	22.64
42	δ-林丹	14.62	不适用	0.119	0.109	0.105	0.122	0.116	0.122	0.121	0.116	0.109	0.115	5.55
43	2,4,5-三氯联苯 (BZ #29)	15.107	0.308	0.322	0.328	0.319	0.338	0.345	0.361	0.354	0.335	0.314	0.333	5.26
44	甲草胺*	15.867	不适用	0.183	0.190	0.178	0.181	0.197	0.216	0.215	0.210	0.197	0.196	7.40
45	西草净	16.009	不适用	0.188	0.216	0.211	0.238	0.257	0.293	0.296	0.291	0.274	0.252	15.96
46	七氯	16.072	0.148	0.160	0.153	0.142	0.159	0.170	0.177	0.179	0.173	0.165	0.163	7.70
47	莠灭净	16.156	不适用	0.147	0.164	0.189	0.178	0.198	0.226	0.225	0.220	0.207	0.195	14.41
48	扑草净	16.26	不适用	0.118	0.156	0.156	0.168	0.183	0.204	0.204	0.200	0.187	0.175	16.33
49	去草净	16.669	不适用	0.129	0.145	0.164	0.187	0.195	0.220	0.221	0.223	0.207	0.188	18.47
50	除草定	16.737	0.133	0.181	0.157	0.159	0.189	0.194	0.221	0.227	0.263	0.244	0.197	21.07
51	邻苯二甲酸二丁酯	16.916	1.879	1.609	1.249	1.221	1.295	1.367	1.492	1.491	1.431	1.344	1.438	13.66
52	2,2',4,4'-四氯联苯 (BZ #47)	16.968	0.223	0.238	0.230	0.236	0.250	0.261	0.261	0.262	0.252	0.236	0.245	5.79
53	异丙甲草胺	17.104	0.441	0.534	0.531	0.522	0.551	0.587	0.643	0.639	0.626	0.590	0.566	11.12
54	毒死蜱	17.194	0.154	0.138	0.143	0.141	0.148	0.155	0.167	0.163	0.158	0.148	0.152	6.22
55	艾氏剂	17.235	不适用	0.131	0.103	0.102	0.106	0.103	0.109	0.104	0.099	0.093	0.099	24.39
56	DCPA	17.324	0.234	0.249	0.243	0.250	0.275	0.270	0.286	0.282	0.271	0.252	0.261	6.74
57	氟草津	17.351	不适用	0.030	0.066	0.061	0.067	0.070	0.078	0.077	0.074	0.069	0.063	26.53
58	三唑酮	17.56	0.369	0.302	0.316	0.308	0.321	0.344	0.374	0.377	0.365	0.343	0.342	8.42
59	草乃敌	17.922	0.499	0.509	0.533	0.519	0.573	0.584	0.650	0.650	0.631	0.589	0.574	10.01
60	MGK-264a ⁺	17.99	不适用	0.252	0.329	0.316	0.330	0.360	0.381	0.387	0.432	0.404	0.339	20.86
61	MGK-264b ⁺	18.404	0.138	0.132	0.157	0.161	0.171	0.190	0.202	0.206	0.201	0.189	0.175	15.42
62	环氧七氯	18.499	0.078	0.112	0.092	0.090	0.088	0.091	0.093	0.091	0.089	0.083	0.091	9.79
63	2,2',3',4,6-五氯联苯 (BZ #98)	18.64	0.151	0.178	0.180	0.173	0.185	0.192	0.196	0.194	0.185	0.174	0.181	7.34
64	γ-氯丹	19.28	0.094	0.112	0.130	0.126	0.129	0.143	0.151	0.152	0.146	0.136	0.132	13.86
65	杀虫畏	19.463	0.287	0.217	0.231	0.219	0.226	0.245	0.277	0.282	0.288	0.267	0.254	11.55
66	丁草胺	19.589	0.195	0.188	0.196	0.206	0.219	0.224	0.257	0.261	0.262	0.243	0.225	12.83
67	莠	19.6	1.396	1.449	1.384	1.252	1.304	1.305	1.374	1.350	1.291	1.205	1.331	5.51
68	硫丹 I	19.683	线性回归											
69	α-氯丹	19.689	0.087	0.104	0.117	0.116	0.123	0.129	0.132	0.129	0.126	0.117	0.118	11.71
70	反式九氯	19.767	0.133	0.145	0.153	0.159	0.159	0.168	0.179	0.177	0.168	0.158	0.160	8.79
71	敌草胺	19.972	0.362	0.368	0.370	0.357	0.377	0.424	0.472	0.476	0.467	0.435	0.411	11.99
72	三环唑	20.181	0.163	0.164	0.213	0.192	0.218	0.241	0.273	0.278	0.272	0.253	0.227	19.30
73	p,p'-DDE	20.433	0.242	0.198	0.218	0.229	0.233	0.239	0.253	0.250	0.242	0.225	0.233	7.03
74	狄氏剂	20.538	0.270	0.215	0.215	0.213	0.217	0.225	0.234	0.227	0.220	0.205	0.224	8.10
75	2,2',4,4',5',六氯联苯 (BZ #154)	20.601	0.210	0.160	0.194	0.197	0.207	0.211	0.222	0.216	0.206	0.193	0.202	8.76

编号	化合物	RT (min)	浓度水平 (ng/μL)										平均 RF	%RSD
			1 (0.02)	2 (0.05)	3 (0.1)	4 (0.2)	5 (0.5)	6 (1.0)	7 (2.53)	8 (5.0)	9 (10)	10 (15.3)		
76	异狄氏剂	21.193	0.059	0.060	0.062	0.047	0.055	0.051	0.060	0.057	0.056	0.053	0.056	8.50
77	克氯苯	21.492	0.259	0.280	0.303	0.289	0.316	0.341	0.375	0.377	0.376	0.354	0.327	13.34
78	硫丹 II	21.544	不适用	0.023	0.023	0.024	0.029	0.030	0.033	0.033	0.032	0.030	0.029	14.44
79	4,4'-DDD	21.749	0.366	0.341	0.353	0.355	0.377	0.394	0.432	0.431	0.416	0.390	0.386	8.46
80	异狄氏剂醛	22	0.108	0.055	0.080	0.062	0.065	0.077	0.079	0.079	0.077	0.072	0.076	19.13
81	达草灭	22.614	不适用	0.203	0.189	0.197	0.204	0.226	0.259	0.269	0.272	0.251	0.230	14.38
82	硫丹硫酸酯	22.734	线性回归											
83	邻苯二甲酸丁苄酯	22.818	0.416	0.438	0.453	0.448	0.499	0.536	0.597	0.599	0.597	0.555	0.514	14.06
84	p,p'-DDT	22.918	0.248	0.239	0.264	0.267	0.292	0.321	0.353	0.362	0.360	0.336	0.304	15.75
85	环嗪酮	23.054	0.403	0.472	0.484	0.488	0.522	0.563	0.621	0.642	0.626	0.584	0.541	14.63
86	二(2-乙基己基)己二酸	23.452	0.455	0.371	0.420	0.497	0.485	0.534	0.611	0.635	0.629	0.588	0.523	17.61
87	2,2',3,3',4,4',6-七氯联苯 (BZ #171)	24.375	0.145	0.156	0.163	0.159	0.160	0.168	0.178	0.176	0.172	0.160	0.164	6.10
88	苯并[a]蒽	24.401	1.510	1.301	1.219	1.146	1.125	1.184	1.238	1.246	1.212	1.127	1.231	9.19
89	蒎	24.522	1.162	1.218	1.181	1.094	1.139	1.200	1.249	1.249	1.189	1.106	1.179	4.59
90	2,2',3,3',4,5',6,6'-八氯联苯 (BZ #200)	24.538	不适用	0.243	0.236	0.258	0.239	0.252	0.257	0.254	0.243	0.225	0.245	4.47
91	甲氧滴滴涕	24.658	0.537	0.535	0.525	0.528	0.610	0.655	0.727	0.757	0.760	0.706	0.634	15.63
92	双(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯	25.334	1.035	0.817	0.706	0.697	0.732	0.817	0.910	0.959	0.955	0.890	0.852	13.71
93	氯苯嘧啶醇	26.309	0.159	0.154	0.166	0.153	0.172	0.189	0.212	0.225	0.222	0.208	0.186	15.50
94	顺式氯菊酯	27.405	0.278	0.242	0.269	0.267	0.286	0.312	0.360	0.379	0.389	0.361	0.314	17.01
95	反式氯菊酯	27.625	0.606	0.593	0.562	0.599	0.678	0.756	0.855	0.901	0.904	0.840	0.729	18.84
96	苯并[b]荧蒽	28.322	1.138	1.080	1.032	1.095	1.121	1.210	1.301	1.327	1.276	1.198	1.178	8.55
97	苯并[k]荧蒽	28.422	0.986	1.110	1.135	1.089	1.178	1.262	1.339	1.243	1.296	1.208	1.185	9.04
98	苯并[a]芘	29.376	1.009	1.055	0.932	1.031	1.096	1.156	1.224	1.263	1.227	1.157	1.115	9.73
99	氯啉草酮	29.643	不适用	0.451	0.554	0.490	0.582	0.661	0.794	0.861	0.819	0.745	0.662	22.69
100	茚并[1,2,3-cd]芘	32.799	1.126	1.060	1.142	1.035	1.146	1.239	1.331	1.386	1.334	1.233	1.203	10.02
101	二苯并[a,h]蒽	32.935	0.993	1.078	1.041	1.119	1.189	1.299	1.375	1.442	1.362	1.262	1.216	12.76
102	苯并[ghi]花	33.496	1.226	1.197	1.249	1.208	1.253	1.363	1.432	1.497	1.381	1.253	1.306	7.98

* 莠去津和甲草胺浓度水平：0.04、0.1、0.2、0.4、1.0、2.0、5.07、10、20、30.67 ng/μL

† 五氯酚浓度水平：0.08、0.2、0.4、0.8、2.0、4.0、10、20、40、60 ng/μL

‡ 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、5.0、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

编号	化合物	RT (min)	浓度水平 (ng/μL)									
			1 (0.02)	2 (0.05)	3 (0.1)	4 (0.2)	5 (0.5)	6 (1.0)	7 (2.53)	8 (5.0)	9 (10)	10 (15.3)
37	百菌清	14.179	不适用	0.039	0.117	0.193	0.495	1.017	2.710	4.948	10.513	14.648
		$y = 0.053290x - 0.001789$; 加权 $1/x$; $R^2 = 0.9978$										
68	硫丹 I	19.683	不适用	0.054	0.106	0.193	0.537	1.066	2.747	5.250	10.149	14.584
		$y = 0.007419x - 7.778928 \times 10^{-5}$; 加权 $1/x$; $R^2 = 0.9977$										
82	硫丹硫酸酯	22.734	0.022	0.037	0.110	0.186	0.518	1.035	2.661	5.258	10.254	14.621
		$y = 0.013198x - 2.280692 \times 10^{-4}$; 加权 $1/x$; $R^2 = 0.9981$										

表 A3. 替代化合物的保留时间、响应因子、平均响应因子和 %RSD，其浓度保持在 5 ng /μL，目标化合物的范围为 0.02 至 15 ng/μL

编号	替代物	RT (min)	浓度水平 (ng/μL)										平均 RF	%RSD
			1 (5)	2 (5)	3 (5)	4 (5)	5 (5)	6 (5)	7 (5)	8 (5)	9 (5)	10 (5)		
S1	1,3-二甲基-2-硝基苯	6.086	0.291	0.300	0.289	0.294	0.292	0.291	0.301	0.294	0.299	0.293	0.294	1.47
S2	莠-d ₁₀	19.537	1.106	1.112	1.115	1.101	1.107	1.113	1.111	1.113	1.109	1.120	1.111	0.49
S3	磷酸三苯酯	23.515	0.258	0.251	0.246	0.242	0.271	0.266	0.263	0.247	0.269	0.271	0.258	4.29
S4	莠-d ₁₂	29.586	1.024	1.029	1.002	1.021	1.022	1.069	1.039	1.050	1.068	1.077	1.040	2.39

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com/gcms/instruments

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2019，2025
2025 年 9 月 5 日，中国出版
5994-0646ZHCN