

水质分析 及新污染物的技术研究

安捷伦科技（中国）有限公司
赵彤



业界领先的解决方案



Instrumentation and
software solutions
面向分析和研究实验室的
仪器和软件解决方案

Chromatography
色谱

Mass Spectrometry
质谱

Spectroscopy
光谱

Sample Preparation
样品前处理

Cell Analysis
细胞分析



Solutions and tools
for clinical and research labs
面向临床和研究实验室的
解决方案和工具

Dako-branded products
Dako 品牌产品

Companion Diagnostics
伴随诊断

Genomics Products
基因组学产品

Nucleic Acid Solutions
核酸解决方案

Sample Quality Control
样品质控

Service
服务

Support
支持

Consumables
耗材

Training
培训

Compliance
合规

Informatics
信息学

Content

- 1.新国标有机物检测方法汇总与方案
- 2.新污染物检测要求与发展动向
- 3.重点监测清单等检测方法应对
- 4.微塑料与非靶向筛查。

Content

➤ 1.新国标有机物检测方法汇总与方案

➤ 2.新污染物检测要求与发展动向

➤ 3.重点监测清单等检测方法应对

➤ 4.微塑料与非靶向筛查。

生活饮用水卫生标准 GB 5749-2022的变化

水质指标 (从106项调整到97项)

常规指标

1. 微生物指标 (3项)
2. 毒理指标 (18项)
3. 感官性状和一般化学指标 (16项)
4. 放射性指标 (2项)

生活饮用水中消毒剂常规指标 (4项)

扩展指标

1. 微生物指标 (2项)
2. 毒理指标 (47项)
3. 感官性状和一般化学指标 (5项)

水质参考指标 (从28项调整到55项)

1. 微生物指标 (2项)
2. 毒理指标 (50项)
3. 感官性状和一般化学指标 (1项)
4. 放射性指标 (2项)

5749指标检测配置需求-GC/MS部分

气相气质配置方案			
	基本配置	推荐可选配置	完整配置方案（97+55）
常规指标	液体自动进样器 顶空自动进样器 气相色谱 ECD	气相色谱质谱联用仪 吹扫捕集自动进样器	1.最少配置一套GC-ECD，液体自动进样器，做二氯乙酸和三氯乙酸 2.两台GC-MS/MS，液体及吹扫捕集各一，可满足所有扩展指标和常规的三卤甲烷 3.SPME可以手动做样，只需要买针，强烈建议选择三合一自动进样器,重现性更好 4.有个别指标会用到FID及顶空，可以在气相上增加 5.建议最少配置一台三重四极杆型气相色谱质谱，更好满足亚硝胺灵敏度要求。
扩展指标	液体自动进样器 吹扫捕集自动进样器 气相色谱质谱联用仪 SPME	FID ECD FPD 三合一自动进样器（包含液体进样、顶空、固相微萃取、微固相萃取等功能，可实现部分前处理及自动配标液	
参考指标	液体自动进样器 吹扫捕集自动进样器 气相色谱质谱联用仪	FID ECD FPD 顶空自动进样器 三重四极杆型气相色谱质谱	

SPME Arrow顶空式萃取流程



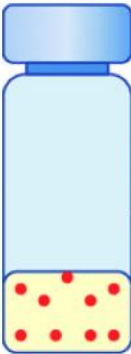
液体样品中目标物

目标物在液/气
两相达到平衡

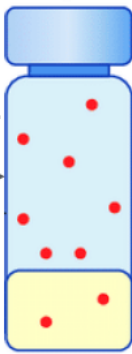
SPME Arrow针头进入
样品上方顶空气相

固定相暴露在顶空气相中
目标物吸附于固定相涂层

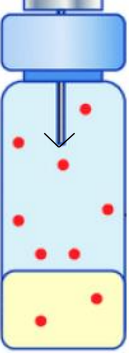
Arrow在GC进样口
热脱附进入色谱柱



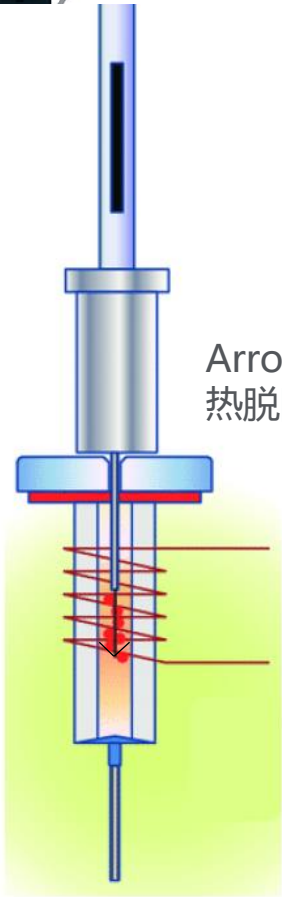
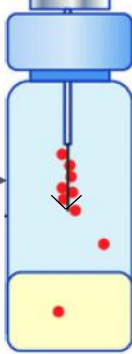
放入
PAL3 Agitator



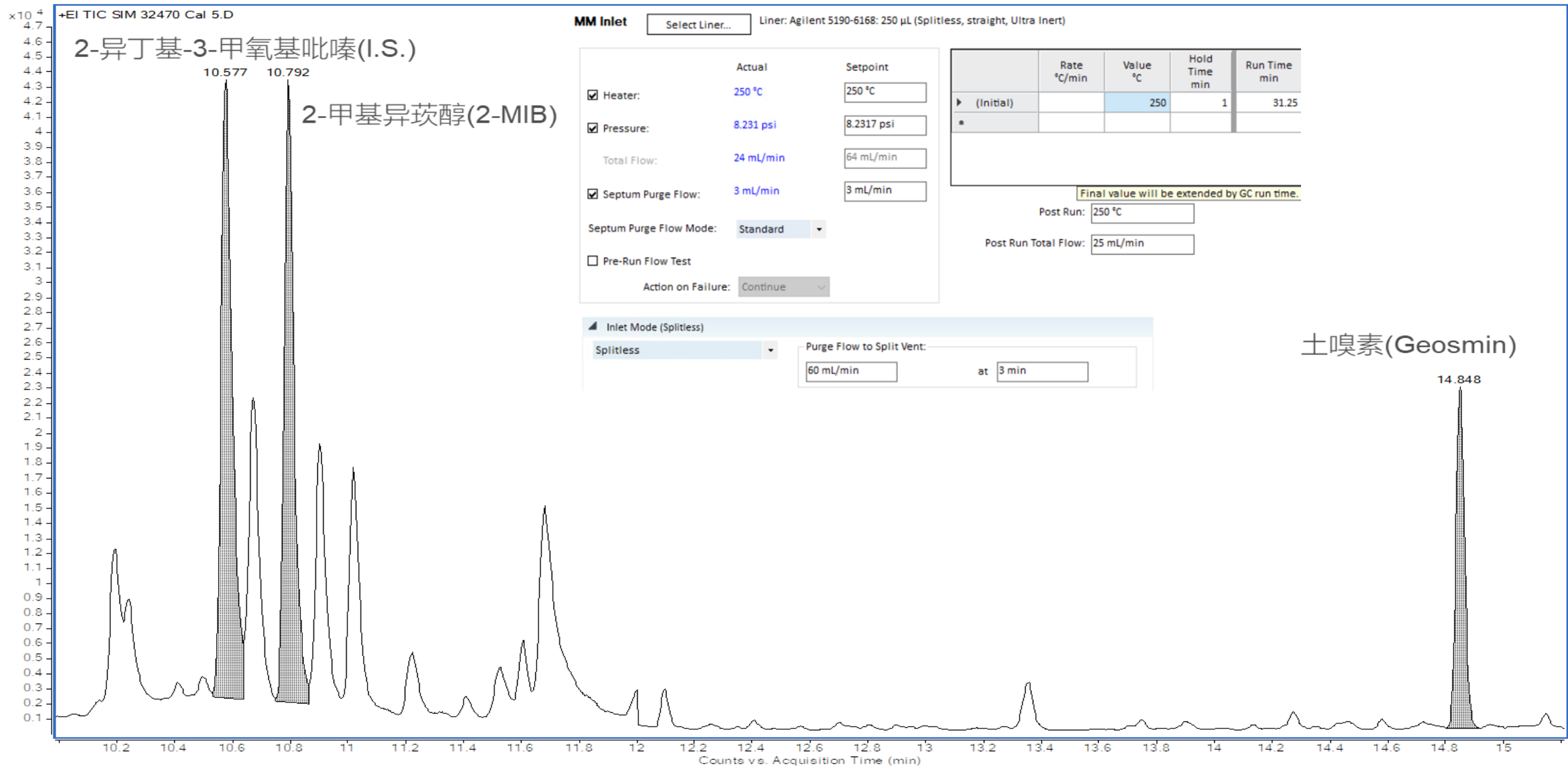
放入
Heatex Stirrer



+ Δ
+ Time



自动GB/T32470解决方案方法参数及标准谱图



自动化方案, 提高效率!

✓ 省时, 省力, 快出结果



- 自动GC/MS+顶空或吹扫VOC分析解决方案 (预警应急, 日常检测)
 - ✓ HJ639 标准方法含57个VOCs,其中33个指标 VOC
 - ✓ HJ639 扩展方法, 含57+2 个VOCs,其中35 个指标 VOC
 - ✓ HJ810 标准方法含55 个VOCs,其中31个指标 VOC
 - ✓ HJ810 高效方法2 倍提升分析效率
- 自动68个SVOC指标有机物预警和应急全流程解决方案
 - ✓ 应用液体自动化处理技术, 大体积冷不分流进样技术和自动SPME Arrow技术针对浓度范围高低不同的分析
- 自动HJ699和HJ744分析解决方案 (高效日常检测)
 - ✓ 应用液体自动化处理技术, 大体积冷不分流技术替代费力费时的手工液液萃取, 衍生化, 浓缩及其他分析流程
- 自动异味化合物分析解决方案
 - ✓ 应用自动SPME Arrow技术分析ppt级别浓度的53个异味化合物+GB/T32470方法

水质SVOCs自动分析解决方案

自动液液萃取大方法

- 涵盖限量指标化合物: 68 个
- 氯苯类 (*12)
- 农药 (有机氯, 有机磷, 菊酯) (*18)
- 多环芳烃 (*5)
- 多氯联苯 (*9)
- 硝基苯类 (*11)
- 邻苯二甲酸酯 (*4)
- 酚类 (*5)
- 其它 (4)

自动SPME Arrow大方法

- 涵盖限量指标化合物: 49 个
- 氯苯类 (*11)
- 农药 (有机氯, 有机磷, 菊酯) (*13)
- 多环芳烃 (*5)
- 多氯联苯 (*9)
- 硝基苯类 (*5)
- 酚类 (*3)
- 其它 (3)

化合物数目	液液萃取 大方法	SPME Arrow 大方法
含GB3838 +GB/T14848化合物数	62	49
含GB5749化合物数	41	29
可测3个标准化合物总数	68	49

水质中SVOC的检测

自动液液萃取

取1L水样

100mL溶剂分3次萃取

合并3次萃取液，脱水

蒸发浓缩

定容，上样

6个样品
6个小时

自动SPE萃取

自动吸取1L水样

自动过SPE小柱上样

转移SPE小柱自动洗脱

收集洗脱液进行蒸发浓缩

定容，上样



Agilent GC-MS/MS方案

15分钟完成
前处理

30分钟，77种化合物

检出限比标准低10+倍

自动液液萃取大方法

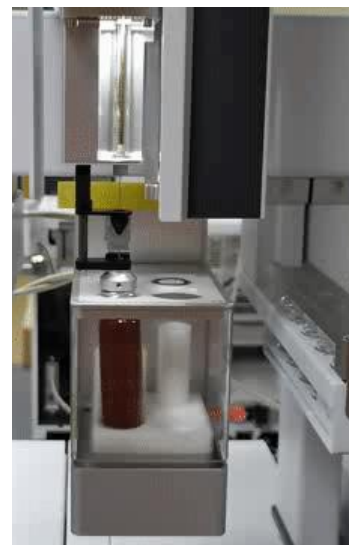
取 10 mL 水样至顶空瓶

加入 1 g 氯化钠

把样品放在 PAL3 样品盘

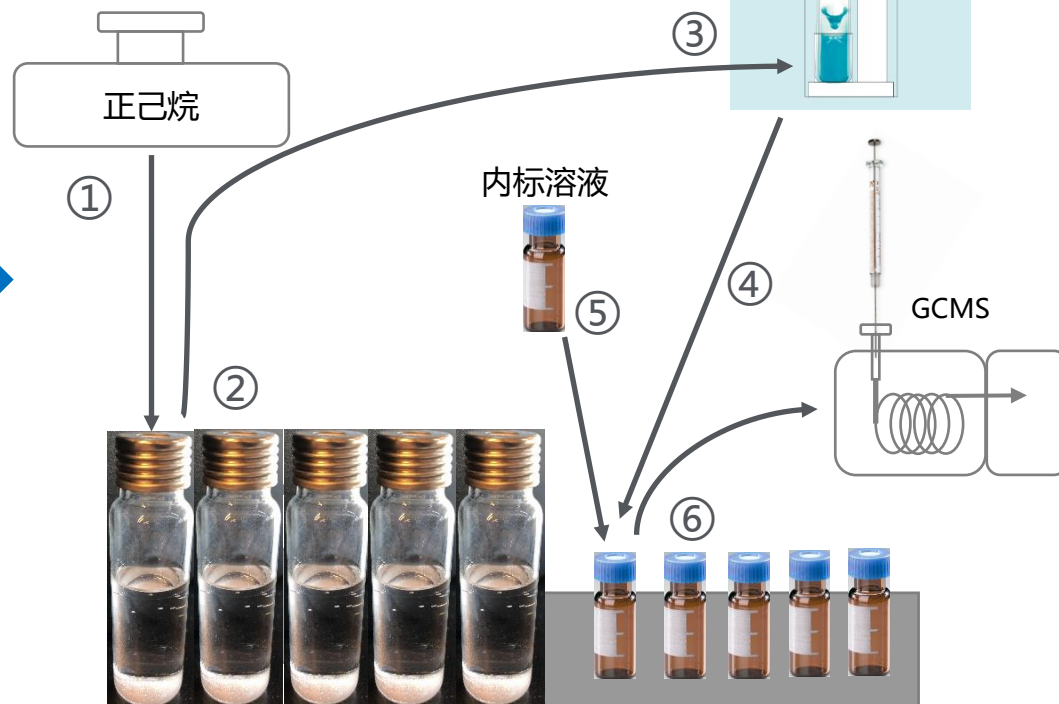
步骤 1: 手动准备样品

转速可达 2000 rpm



1. 加酸调节 pH 值
2. 加替代物
3. 加入 1 mL 正己烷
4. 漩涡震荡 *2, 静置
5. 取 上层有机相
6. 加入内标
7. GC/MS 进样

步骤 2: 自动液液萃取

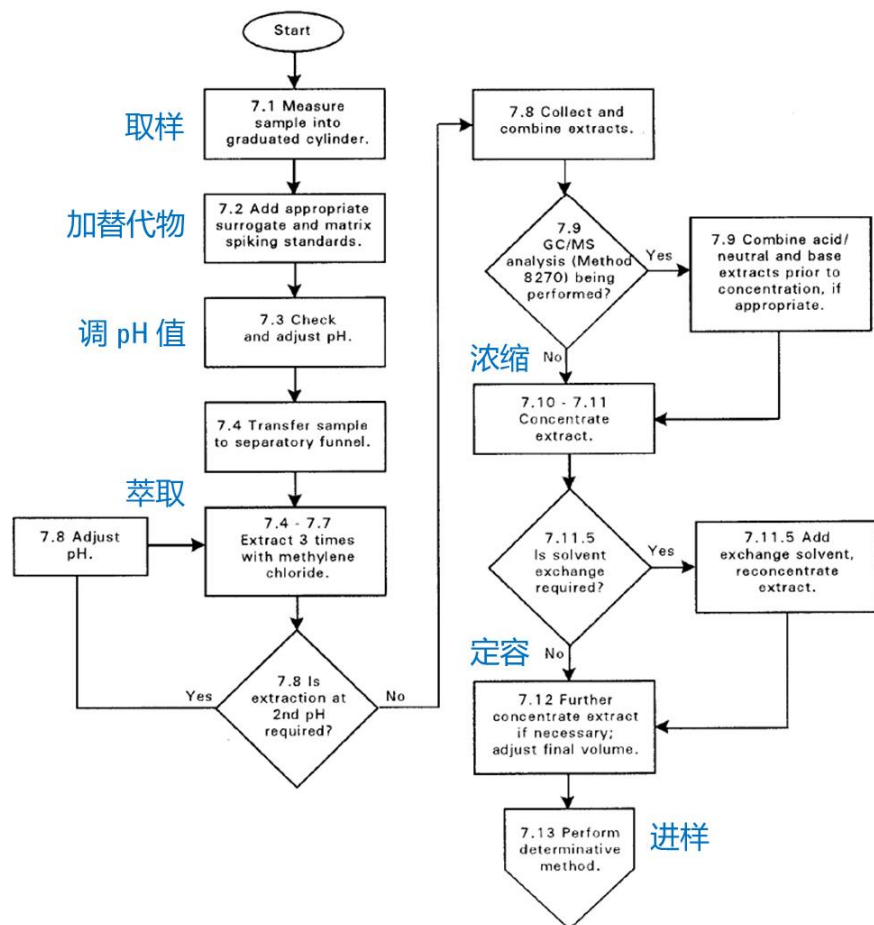


❑ MMI 进样口, 1/10 μL 进样分析

❑ 1 次萃取, 2 针 (可选) 进样, 线性范围扩展达 2000 倍

自动液液萃取带来的效率变革

传统水分析液液萃取流程 (EPA3510C)



~ 6 小时



取 10 mL 水样至顶空瓶

加入 1 g 氯化钠

把样品放在 PAL3 样品盘

步骤 1: 手动准备样品

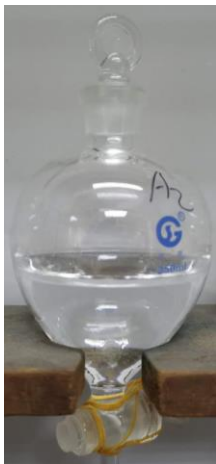
1. 加酸调节 pH 值
2. 加替代物
3. 加入 1 mL 正己烷
4. 漩涡震荡 90 s*2, 静置 90 s
5. 取 200 μ L 上层有机相
6. 加入内标
7. GC/MS 进样

步骤 2: 自动液液萃取

~ 15 分钟!

MMI 10 μL 冷不分流进样技术

传统液液萃取



水样100 mL $\rightarrow$ 定容: 1 mL
(100 倍浓缩)

自动液液萃取



水样10 mL $\rightarrow$ 定容: 1 mL
(10 倍浓缩)

- 10倍的浓缩倍数差别

MMI冷却至样品
溶剂沸点以下
(进样不汽化)

进样口开始
加热

溶剂首先汽化
移至色谱柱
(分析物聚集)

分析物汽化
移至色谱柱

- 用于1 ~ 10 μL 进样

- 10 μL 冷不分流进样, 弥补浓缩倍数, 确保灵敏度

Content

- 1.新国标有机物检测方法汇总与方案
- 2.新污染物检测要求与发展动向
- 3.重点监测清单等检测方法应对
- 4.微塑料与非靶向筛查。

新污染物治理行动方案

索引号: 000014349/2022-00058	主题分类: 城乡建设、环境保护\环境监测、保护与治理
发文机关: 国务院办公厅	成文日期: 2022年05月04日
标 题: 国务院办公厅关于印发新污染物治理行动方案的通知	发布日期: 2022年05月24日
发文字号: 国办发〔2022〕15号	
主 题 词:	

国务院办公厅关于印发 新污染物治理行动方案的通知

国办发〔2022〕15号

各省、自治区、直辖市人民政府，国务院各部委、各直属机构：

《新污染物治理行动方案》已经国务院同意，现印发给你们，请认真贯彻执行。

国务院办公厅
2022年5月4日

（此件公开发布）

新污染物治理行动方案

有毒有害化学物质的生产和使用是新污染物的主要来源。目前，国内外广泛关注的新污染物主要包括国际公约管控的持久性有机污染物、内分泌干扰物、抗生素等。为深入贯彻落实党中央、国务院决策部署，加强新污染物治理，切实保障生态环境安全和人民健康，制定本行动方案。

- 相关报道
- 国务院办公厅印
治理行动方案》
- 解读
- 如何补齐短板，
治理？——生态
责人解读《新污
方案》

主要目标：

到2025年，完成高关注、高产（用）量的化学物质环境风险筛查，完成一批化学物质环境风险评估；动态发布重点管控新污染物清单。

行动举措：

- 2.建立完善技术标准体系。建立化学物质环境风险评估与管控技术标准体系，制定修订化学物质环境风险评估、经济社会影响分析、危害特性测试方法等标准。
- 7.动态发布重点管控新污染物清单。针对列入优先控制化学品名录的化学物质以及抗生素、微塑料等其他重点新污染物，制定“一品一策”管控措施，开展管控措施的技术可行性和经济社会影响评估，识别优先控制化学品的主要环境排放源，适时制定修订相关行业排放标准，动态更新有毒有害大气污染物名录、有毒有害水污染物名录、重点控制的土壤有毒有害物质名录。动态发布重点管控新污染物清单及其禁止、限制、限排等环境风险管控措施。2022年发布首批重点管控新污染物清单。

中国环境监测总站文件

总站分析字〔2023〕261号

关于印发《新污染物环境监测作业指导书
(2023年版)(试行)》的通知

天津市、河北省、江苏省、浙江省、山东省、湖北省、广东省、广西
壮族自治区、重庆市、陕西省生态环境监测中心(站):

按照生态环境部《关于印发<2023年新污染物环境监测试点工作
方案>的通知》(环办监测函〔2023〕219号)的相关要求,为指导新
污染物环境监测试点工作,我站组织制定了《新污染物环境监测作
业指导书(2023年版)(试行)》,现印发给你们,请予以参考。

附件:新污染物环境监测作业指导书(2023年版)(试行)



目 录

一、概述 1

二、水质 1,3-丁二烯和 1-溴丙烷的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法15

三、水质 3 种邻苯二甲酸酯类化合物的测定 液相色谱-三重四极杆质谱法 22

四、水质 5 种邻苯二甲酸酯类化合物的测定 液液萃取/气相色谱-质谱法 33

五、水质 烷基酚和双酚 A 的测定 固相萃取/液相色谱-三重四极杆质谱法 43

六、水质 双酚 A 和烷基酚的测定 气相色谱-质谱法544

七、水质 抗生素的测定 高效液相色谱-三重四极杆质谱法76

新污染物生态环境监测标准体系框架图



中华人民共和国生态环境部办公厅

环办水体函〔2024〕201号

关于开展全国集中式饮用水水源水质
专项调查工作的通知

各省、自治区、直辖市生态环境厅（局），新疆生产建设兵团生态环境局：

2023年4月1日起，我国开始实施新版《生活饮用水卫生标准》（GB 5749—2022）。为更加全面掌握饮用水水源水环境质量状况，更好地支撑精准治污、科学治污、依法治污，我部决定组织开展全国集中式饮用水水源水质专项调查工作。现将有关事项通知如下。

集中式饮用水水源专项调查指标

水源类型	水源例行监测指标	生活饮用水卫生标准补充调查指标	新污染物指标
地表水水源	《地表水环境质量标准》（GB 3838-2002）中的109项指标；表1基本项目24项、表2补充项目5项、表3特定项目80项。	列入《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）但未列入《地表水环境质量标准》的25项指标：一氯二溴甲烷、二氯一溴甲烷、三卤甲烷（三氯甲烷、一氯二溴甲烷、二氯一溴甲烷、三溴甲烷的总和）、二氯乙酸、三氯乙酸、溴酸盐、亚氯酸盐、氯酸盐、银、高氯酸盐、七氯、灭草松、呋喃丹、毒死蜱、草甘膦、2,4-滴、乙草胺、溶解性总固体、总硬度、铝、钠、2-甲基异莰醇、土臭素、总α放射性、总β放射性。	全氟化合物：全氟己基磺酸、全氟辛酸、全氟辛基磺酸及其盐类。
地下水水源	《地下水质量标准》（GB/T 14848-2017）中的93项指标：表1常规指标39项、表2非常规指标54项。	列入《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）但未列入《地下水质量标准》的15项指标：一氯二溴甲烷、二氯一溴甲烷、三卤甲烷（三氯甲烷、一氯二溴甲烷、二氯一溴甲烷、三溴甲烷的总和）、二氯乙酸、三氯乙酸、溴酸盐、亚氯酸盐、氯酸盐、高氯酸盐、六氯丁二烯、灭草松、溴氰菊酯、乙草胺、丙烯酰胺、环氧氯丙烷。	

Content

- 1.新国标有机物检测方法汇总与方案
- 2.新污染物检测要求与发展动向
- 3.重点监测清单等检测方法应对
- 4.微塑料与非靶向筛查。

重点管控新污染物清单 (2023 年版)

编号	物质名称	标准方法	HJ标准示例	推荐方法	备注
1	全氟辛基磺酸及其盐和全氟辛基磺全氟类 (PFOS类)	无		UHPLC-MS/MS	合作方法
2	全氟辛基及其盐和相关化合物 (PFOA类)	无		UHPLC-MS/MS	合作方法
3	全氟己基磺酸及其盐和相关化合物 (PFHxS类)	无		UHPLC-MS/MS	合作方法
4	五氯苯酚及其盐类和酯类	有	HJ 944/HJ 676	UHPLC-MS/MS	合作方法
5	壬基酚	有	HJ 1192 (LC方法)	UHPLC-MS/MS	合作方法
6	抗生素	无		UHPLC-MS/MS	合作方法
7	六溴环十二烷	无		UHPLC-MS/MS	合作方法
8	氯丹	有	HJ 699	GC/MS	合作方法GC-MS/MS 开发GC-HRMS (基于 EPA方法)
9	十溴二苯醚	有	HJ 909/HJ 952	GC/MS	
10	二氯甲烷	有	HJ 639/HJ 810	GC/MS	
11	三氯甲烷	有	HJ 810	GC/MS	
12	滴滴涕	有	HJ 699/HJ 835	GC/MS	合作方法GC-MS/MS
13	α-六氯环己烷	有	HJ 699/HJ 835	GC/MS	合作方法GC-MS/MS
14	β-六氯环己烷	有	HJ 699/HJ 835	GC/MS	合作方法GC-MS/MS
15	林丹	有	HJ 699/HJ 835	GC/MS	合作方法GC-MS/MS
16	硫丹原药及其相关异构体	有	HJ 699/HJ 835	GC/MS	合作方法GC-MS/MS
17	多氯联苯	有	HJ 715	GC/MS	合作方法GC-MS/MS
18	三氯杀螨醇	有	HJ 699	GC/MS	合作方法GC-MS/MS
19	六氯苯	有	HJ 699/HJ 835	GC/MS	G9250库中有条件
20	灭蚁灵	有	HJ 835	GC/MS	G9250库中有条件
21	六氯丁二烯	有	HJ 639	GC/MS	用户方法GC/MS
22	得克隆及其顺式异构体和反式异构体	无		GC-MS/MS	合作方法GC-NCI- MS/MS
23	短链氯化石蜡	无		GC/LC-HRMS	合作方法GC-NCI-TOF

微塑料：PY-GCMS 双酚A：GCMS/LCMS
嗅味物质：SPME+GCMS

GCMS相关方案

污染物分析技术路线



重点管控新污染物清单（2023年版） 安捷伦成熟方案

重点管控新污染物清单（2023年版）	
物质名称	推荐方法
二氯甲烷	GC-MS
三氯甲烷	GC-MS
六氯丁二烯	GC-MS
氯丹	GC-MS/MS
滴滴涕	GC-MS/MS
α-六氯环己烷	GC-MS/MS
β-六氯环己烷	GC-MS/MS
林丹	GC-MS/MS
硫丹原药及其相关异构体	GC-MS/MS
三氯杀螨醇	GC-MS/MS
六氯苯	GC-MS/MS
灭蚁灵	GC-MS/MS
得克隆及其顺式异构体和反式异构体	GC-EI/CI-MS/MS
十溴二苯醚	GC-MS/MS
多氯联苯	GC-MS/MS
短链氯化石蜡	NCI-GC-MS/QTOF

其它关注物质	
物质名称	推荐方法
二噁英类	GC-MS/MS
微塑料	Py-GC/MS, Py-GC-QTOF
异味分析	SPME-GC-MS/MS
污染物非靶筛查	GC-Q/TOF

5977C GC-MS



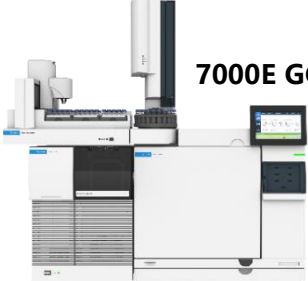
顶空



吹扫捕集



7000E GC-MS/MS



热裂解

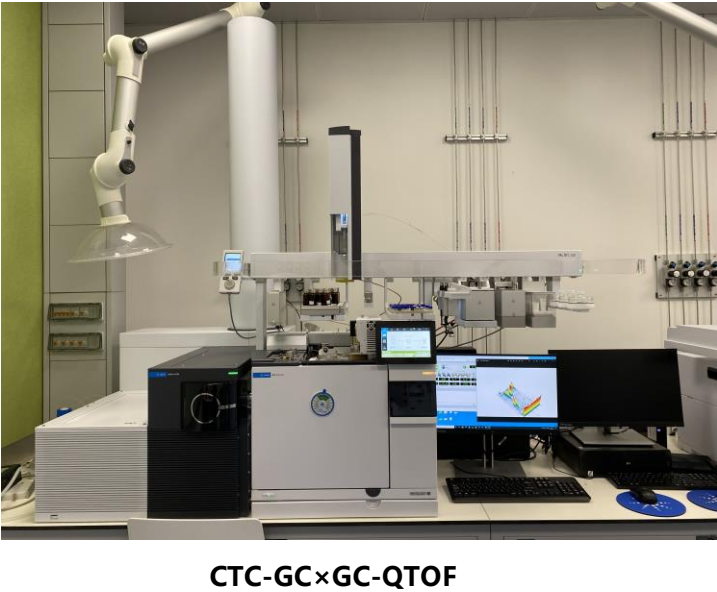


7250 GC-QTOF



CTC-SPME Arrow





HS-GC-MS 7min分析80种VOC (含二氯甲烷、三氯甲烷，六氯丁二烯)



使用氢气载气和 Hydro 惰性离子源通过顶空 GC/MSD 分析饮用水中的挥发性有机化合物



作者
Bruce D. Quimby 博士和
Anastasia A. Andrianova 博士
安捷伦科技有限公司

摘要
Agilent 8890/5977C GC/MSD 系统搭配 Agilent 8697 顶空进样器，成功使用氢气载气分析饮用水中的挥发性有机化合物 (VOCs)。最近，对载气价格和供应情况的担忧已促使实验室为其 GC/MS 方法寻找替代载气。对于 GC/MS，氢气是氮气的理想替代品，并且在色谱分离速度和分离度方面具有潜在的优势。但是，氢气并非惰性气体，可能会在质谱仪的电子轰击电离 (EI) 离子源中引起化学反应。而这可能导致质谱图中的离子比受到干扰、谱图失真、峰拖尾以及某些分析物的非线性校准。因此，我们开发出一种用于 GC/MS 和 GC/MS/MS 的新型离子源，并针对氢气载气进行了优化。这种新型离子源称为 Hydro 惰性离子源，已用于本研究评估的系统。除新型离子源以外，还对色谱条件进行了优化，能够在 7 分钟内分离 80 种挥发性化合物。在扫描和 SIM 两种数据采集模式下分析了标样和样品。对于扫描数据，使用 MassHunter 未知物分析软件对谱图进行解卷积，并在 NIST 20 中搜索以评估谱图保真度。在两种模式下，对浓度范围为 0.05–25 µg/L 的 80 种化合物进行定量校准。如本应用简报所示，该系统为饮用水中的 VOCs 分析提供了出色的结果。

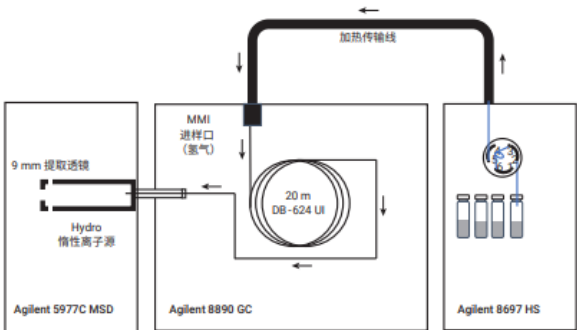


图 1. 仪器配置

扫描结果

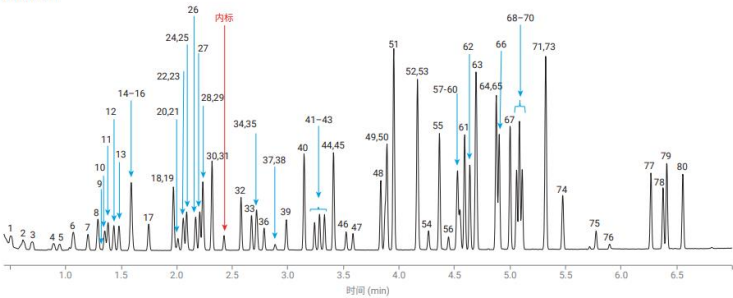


图 2. 25 µg/L 标样扫描分析得到的总离子流色谱图 (TIC)。标识峰的编号对应于表 2 中的第一列

表 3. 使用 SIM 采集得到的校准结果以及方法检测限 (MDL)

峰编号	化合物名称	RT (min)	目标 m/z	Q1	平均 RF RSD	CF 下限 (µg/L)	CF 上限 (µg/L)	CF R ²	CF	CF 权重	相对标准误差	用于确定 MDL 的浓度	MDL (µg/L)
	氟苯 [ISTD]	2.425	96	77									
1	二氯二氯甲烷	0.508	85	87	15.3	0.05	25	0.9994	线性	1/x	11.6	0.10	0.011
2	氯甲烷	0.615	50	52	7.3	0.1	25	0.9997	线性	1/x	8.4	0.10	0.022
3	氯乙烷	0.698	62	64	4.1	0.05	25	0.9998	线性	1/x	4.7	0.05	0.008
4	溴甲烷	0.891	94	96	4.1	0.05	25	0.9999	线性	1/x	4.4	0.10	0.029
5	氯乙烷	0.945	64	66	4.5	0.05	25	0.9998	线性	1/x	4.7	0.05	0.010
6	三氯一氯甲烷	1.067	101	103	4.1	0.05	25	0.9997	线性	1/x	4.3	0.05	0.008
7	乙醚	1.198	74	59	6.4	0.05	25	0.9994	线性	1/x	11	0.05	0.017
8	1,1-二氯乙烯	1.288	61	96	5.9	0.05	25	0.9996	线性	1/x	5.3	0.05	0.006
9	丙酮	1.317	58	43	102.2	1	10	0.9994	线性	1/x	3.5	[污染]	
10	硝基苯	1.350	142	127	3.3	0.05	25	0.9992	线性	1/x	4.8	0.05	0.006
11	二硫化碳	1.379	76		12.6	0.1	25	0.9994	线性	1/x	4.6	0.05	0.003
12	氯丙烷	1.432	76	41	4.9	0.05	25	0.9997	线性	1/x	6.4	0.05	0.014
13	二氯甲烷	1.478	84	49	12.2	0.1	25	0.9999	线性	1/x	5.2	0.05	0.007
14	丙烷	1.572	52	53	8.3	0.1	25	0.9999	线性	1/x	5.4	[0.25]	
15	反式-1,2-二氯乙烯	1.586	61	96	7.1	0.05	25	0.9997	线性	1/x	5	0.05	0.007
16	甲基叔丁基醚	1.592	73	57	4.2	0.05	25	0.9995	线性	1/x	7.5	0.05	0.003
17	1,1-二氯乙烷	1.745	63	65	3.7	0.05	25	0.9998	线性	1/x	4.6	0.05	0.003
18	顺式-1,2-二氯乙烯	1.966	61	96	10.1	0.05	25	0.9996	线性	1/x	7.3	0.05	0.007
19	2,2-二氯丙烷	1.969	77	79	3.6	0.05	25	0.9999	线性	1/x	4.2	0.10	0.017
20	丙酮	1.993	54	52	5.0	0.25	25	0.9996	线性	1/x	4.3	[0.25]	
21	2-丙酮酸甲酯	2.008	55	85	11.0	0.05	25	0.9996	线性	1/x	14.8	0.10	0.029
22	甲基丙酮	2.052	67	52	7.0	0.05	25	0.9988	线性	1/x	11.4	0.10	0.032
23	溴氯甲烷	2.059	130	128	4.2	0.25	25	0.9991	线性	1/x	3.5	0.10	0.019
24	三氯甲烷	2.086	83	85	12.2	0.25	10	0.9997	线性	1/x	1.8	0.05	0.011
25	四氢呋喃	2.090	72	71	3.3	0.05	25	0.9999	线性	1/x	4.2	0.05	0.030
26	1,1,1-三氯乙烷	2.168	97	99	4.9	0.05	25	0.9995	线性	1/x	5.5	0.05	0.007

峰编号	化合物名称	RT (min)	目标 m/z	Q1	平均 RF RSD	CF 下限 (µg/L)	CF 上限 (µg/L)	CF R ²	CF	CF 权重	相对标准误差	用于确定 MDL 的浓度	MDL (µg/L)
72	正丁基苯	5.322	91	92	9.8	0.05	25	0.9997	二次拟合	1/x	6.3	0.05	0.012
73	1,2-二氯苯	5.325	146	148	5.4	0.05	10	0.9995	线性	1/x	6.3	0.05	0.003
74	六氯乙烷	5.476	166	164	5.0	0.05	25	0.9996	线性	1/x	8.2	0.05	0.008
75	1,2-二氯-3-氯丙烷	5.775	155	75	15.2	0.05	25	0.9991	线性	1/x	7.9	0.05	0.017
76	硝基苯	5.896	77	51	8.5	0.25	25	0.9992	线性	1/x	9.3	[0.25]	
77	1,2,4-三氯苯	6.270	180	182	6.1	0.05	10	0.9996	线性	1/x	5.5	0.05	0.007
78	1,1,2,3,4,4-六氯-1,3-丁二烯	6.380	225	223	13.3	0.05	25	0.9996	线性	1/x	5.9	0.05	0.006
79	苯	6.413	128	127	7.9	0.05	25	0.9989	线性	1/x	8.9	0.05	0.003
80	1,2,3-三氯苯	6.558	180	182	4.0	0.05	10	0.9996	线性	1/x	4.9	0.05	0.006

GC-MS/MS测定多溴联苯醚和新型溴代阻燃剂



表 1. Agilent 7890 气相色谱条件

参数	值
分析柱	Agilent DB5-ms, 180 μm $\times$ 15 m, 0.18 μm (部件号 121-5522U)
进样模式	2 μL 脉冲不分流, 使用多模式进样口 (MMI)
进样口衬管	Agilent 200 μL 浅凹坑单通径衬管 (部件号 5190-2296)
进样升温程序	100 $^{\circ}\text{C}$ (0.2 min) 以 900 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 330 $^{\circ}\text{C}$
进样脉冲压力	50 psi (1.5 min)
分流出口吹扫流速	50 mL/min (2.5 min)
载气	氮气
载气流速	1.8 mL/min (8.25 min), 100 mL/min 至 4 mL/min
柱温箱升温程序	80 $^{\circ}\text{C}$ (1 min), 以 37 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 230 $^{\circ}\text{C}$, 以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 325 $^{\circ}\text{C}$ (5.3 min)
运行时间	13.5 分钟

表 2. EI 离子源参数和 MS 条件

参数	值
质谱仪	配备电子轰击离子源的 Agilent 7000C, 在多反应监测模式 (MRM) 下运行
电离模式	正
离子源温度	280 °C
四极杆 1 和四极杆 2 温度	150 °C
传输线温度	325 °C

表 3. GC/(EI)-MS/MS 采集参数

化合物	缩写	保留时间 (min)	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	驻留时间 (ms)	CE (eV)	EM 增益因子 (V)
2,4,4'-三溴联苯醚	BDE-28	5.79	405.8	246.0	10	20	10
2,4,4'-三溴联苯醚	BDE-28	5.79	408.0	248.1	10	5	10
2,4,4'-三溴联苯 ¹³ C ₁₂ 醚	¹³ C-BDE-28 (SS)	5.79	417.8	258.0	10	40	10
2,4,4'-三溴联苯 ¹³ C ₁₀ 醚	¹³ C-BDE-28 (SS)	5.79	419.8	260.1	10	60	10

十溴联苯醚	BDE-209	11.62	799.4	639.5	67	55	100
十溴联苯醚	BDE-209	11.62	639.5	530.7	52	55	100
十溴联苯[1 ³ C] ₂ 醚	¹³ C-BDE-209 (SS)	11.62	811.8	651.4	61	55	100
十溴联苯[1 ³ C] ₂ 醚	¹³ C-BDE-209 (SS)	11.62	651.5	543.6	57	55	100
十溴二苯乙烷	DBDE	13.04	484.5	324.5	113	25	100
十溴二苯乙烷	DBDE	13.04	484.5	403.5	136	55	100

表 4. 重复土壤加标样的分析性能和回收率

	低浓度加标 (n = 5)		高浓度加标 (n = 3)			
化合物	回收率 (%)	RSD	回收率 (%)	RSD	线性 (R ²)	LOQ (ng/g 土壤)
BDE-28	98	2	98	2	0.9999	0.03
BDE-47	98	2	99	3	0.9999	0.04
BDE-99	100	5	101	< 1	0.9999	0.04
BDE-100	97	1	100	1	0.9999	0.06
BDE-153	98	1	96	7	0.9998	0.03
BDE-154	93	2	92	2	0.9999	0.03
BDE-183	68	3	104	47	0.9999	0.05
BDE-209	101	19	91	1	0.9980	16
PBT	93	2	86	2	0.9998	0.03
PBEB	92	2	88	2	0.9999	0.03
HBB	95	5	106	3	0.9976	0.03
EH-TBB	88	7	91	16	0.9934	1.8
BTBPE	110	9	108	2	0.9959	0.49
BEH-TEBP	N/A	N/A	N/A	N/A	0.9908	N/A
DBDPE	N/A	N/A	103	2	0.9915	45

所得低浓度和高浓度加标土壤 (3 g): 分别为 5 ng 和 20 ng BDE-28、BDE-47、BDE-99、BDE-100、BDE-153、BDE-154、BDE-183、PBT、PBEB 和 HBB; 10 ng 和 40 ng EH-TBB 和 BTBPE; 25 ng 和 100 ng BEH-TEBP; 50 ng 和 200 ng BDE-209 和 DBDPE

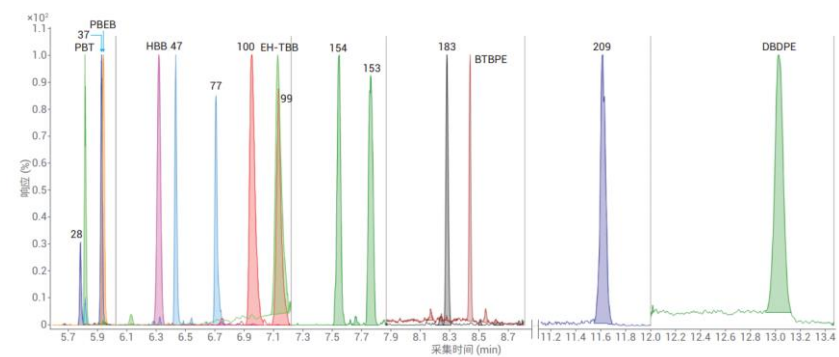


图 1. 土壤提取物加标浓度接近每种化合物各自 LOQ 的色谱图: 0.17 ng/g BDE-28、BDE-47、BDE-99、BDE-100、BDE-153、BDE-154、BDE-183、PBT、PBEB 和 HBB; 13 ng/g EH-TBB; 3.3 ng/g BTBPE; 25 ng/g BDE-209 以及 66 ng/g DBDPE。MRM 色谱图已对每个保留窗口进行了归一化。色谱峰上的数字表示表 1 中所列的 PBDE 同系物

GC-MS/MS测定水中农药残留、PCB等SVOC

利用 Agilent 7000 三重四级杆 GC/MS 完成水中非极性有机化合物的高灵敏度 GC/MS/MS 分析

应用简报

环境

作者
John Quirk and Richard Densmore
Sewen Tent Services
Country:
美国
Adrian Thomas
Sewen Tent Services
Brigand,
美国

摘要
本实验室开发了一种高灵敏度、高可靠性方法，用于测定饮用水中 51 种非极性有机化合物和水中 PFOE、PFMH 和二噁英。饮用水中大部分化合物 MRL 值为 2 ng/L 或更低，而废水中一些化合物的 MRL 则高于 2.2 ng/L。运行时间小于 20 min，样品预处理过程简单快捷，并且分析结果符合美国环保署方法 1631 的要求。

前言
过去通常利用气相色谱-质谱联用 (GC/MS) 和气相色谱-质谱联用 (GC/MS/MS) 方法对包括农药和多氯联苯 (PCB) 在内的非极性有机化合物进行分析。由于 GC/MS 检测器灵敏度相对较低，因此，在低浓度水平下分析低浓度的非极性有机化合物时，由于需要更长的分析时间，因此 GC/MS/MS 方法更具优势。并且，对于可能检测灵敏度和准确性更高的非极性有机化合物，气相色谱-质谱联用 (MS/MS) 的检测可以消除 GC/MS/MS 带来的不确定性。通过采用新的检测方法，可以消除 GC/MS/MS 带来的不确定性，从而获得 GC/MS/MS 平台所需的高灵敏度非极性有机化合物的检测结果。

Agilent Technologies

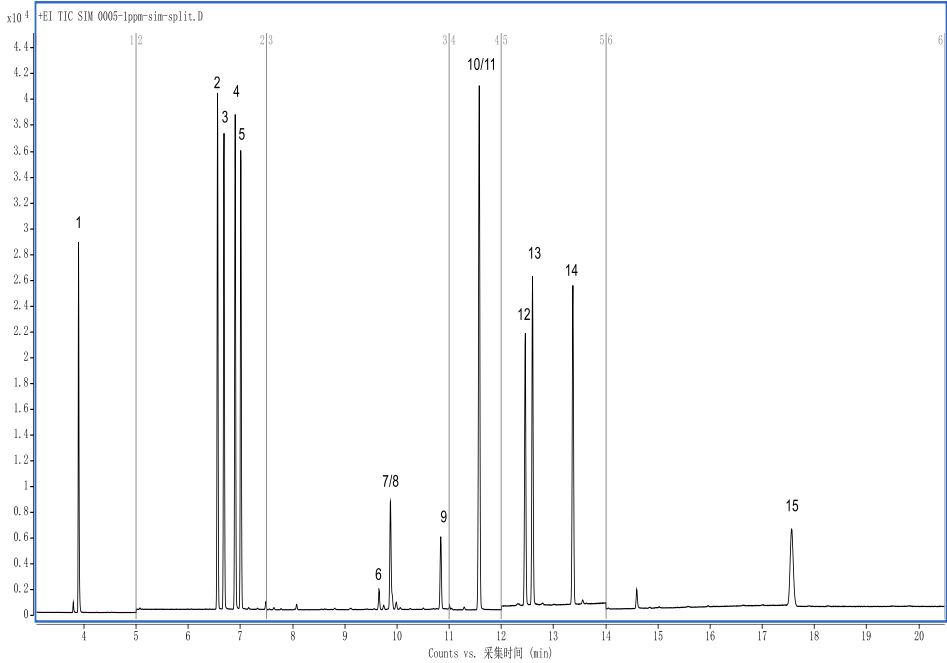
应用简报
环境

使用安捷伦自动化样品前处理平台结合 GC-MS/MS 对地下水中的 35 种半挥发性有机化合物进行分析

作者
刘雷
安捷伦科技 (中国) 有限公司

摘要
本文介绍了一种利用安捷伦自动化样品前处理平台结合 GC-MS/MS 测定地下水中的 35 种半挥发性有机化合物的方法。相比于传统的手工提取和检测流程，该方法自动化程度高，样品前处理平台操作简单，节省人力，分析效率高。可减少试剂使用量，配合气相色谱-质谱联用 (Multi-Mode Inlet, MMI) 大体积进样模式，不仅可以提高样品前处理过程中的样品利用率，而且显著提高了检测灵敏度。利用 GC-MS/MS 多反应监测 (Multiple Reaction Monitoring, MRM) 模式，可有效提高样品检测的专一性，同时提高检测灵敏度。该方法通过一次进样即可实现 35 种半挥发性有机化合物的定性和定量分析。该方法对采样 (a) 后的检测限为 0.5 ng/L，其他所有化合物的检测限均在 0.5-5.0 ng/L 之间。

重点管控新污染物清单15种化合物



峰1: 六氯丁二烯; 峰2: α-BHC; 峰3: 六氯苯; 峰4: β-BHC; 峰5: 林丹; 峰6: α-氯丹;
峰7: α-硫丹; 峰8: β-氯丹; 峰9: β-硫丹; 峰10: 硫丹硫酸酯; 峰11: 滴滴涕; 12: p,p`-三氯杀螨醇; 峰13: o,p`-三氯杀螨醇; 峰14: 灭蚁灵; 峰15: 六溴环十二烷

表 1. 利用 GC/MS/MS 方法分析 51 种化合物

1,2,4-三氯苯	p,p'-DDE	PCB 28
六氯丁二烯	狄氏剂	PCB 52
敌草腈	o,p'-TDE	PCB 101
α-六六六	异狄氏剂	PCB 118
β-六六六	林丹	PCB 153
六氯苯	p,p'-TDE	PCB 138
γ-六六六	o,p'-DDT	PCB 180
δ-六六六	p,p'-DDT	氟氯氟菊酯
百菌清	甲氧滴滴涕	氟氯菊酯
七氯	七氯	氟戊菊酯
艾试剂	EPTC	溴氯菊酯
异艾氏剂	四氯硝基苯	甲拌磷
顺式环氧七氯	氟乐灵	野麦畏
反式环氧七氯	乙拌磷	甲基毒死蜱
o,p'-DDE	杀螟松	乙基对硫磷
α-氯丹	顺式氯菊酯	乙基毒死蜱
α-硫丹	反式氯菊酯	三硫磷

表 5. 35 种 SVOC 选择/19 种定量结果 RSD 及方法检测限

化合物名称	定量离子对	保留时间 (min)	浓度 (μg/L)	样品 RSD	MDL (μg/L)
敌草腈	Dichlorvos	194.8 ± 0.0	0.04	0.01	0.041
2,4,6-三氯苯	Trichlorophenol, 2,4,6	196.0 ± 0.0	0.06	0.01	0.029
2,4-二氯苯酚	Dichlorophenol, 2,4	160.0 ± 0.0	10.21	0.01	0.002
2,4-二氯苯氧基	Dichlorodioxane, 2,4	160.0 ± 0.0	10.68	0.01	0.009
α-BHC	BHC-alpha	180.0 ± 140.0	11.02	0.01	0.0
六氯苯	Hexachlorobenzene	201.0 ± 211.0	12.00	0.01	0.001
林丹	Deltamethrin	87.0 ± 46.0	12.08	0.20	0.049
滴滴涕	Dieldrin	140.0 ± 171.0	12.10	0.20	0.058
滴滴涕	Dieldrin	200.0 ± 144.0	12.22	0.20	0.0
多环芳	BHC-beta	181.0 ± 140.0	12.28	0.20	0.026
五氯苯	Pentachlorophenol	267.0 ± 167.0	12.34	0.20	0.001
γ-BHC	BHC-gamma	216.0 ± 181.0	12.44	0.01	0.006
滴滴涕	Chlorobutadiene	260.0 ± 120.0	12.67	0.20	0.044
滴滴涕	Chlorobutadiene	176.0 ± 182.0	12.80	0.01	0.002
α-BHC	BHC-alpha	217.0 ± 181.0	12.85	0.01	0.000
2,4,6-三氯苯	2,4,6-Trichlorophenyl	256.0 ± 186.0	13.37	0.01	0.002
甲氧滴滴涕	Parathion-methyl	120.0 ± 47.0	13.44	0.20	0.048
七氯	Heptachlor	271.7 ± 236.0	13.64	0.20	0.038
2,2,3,3-四氯苯	2,2,3,3-Tetrachlorophenyl	291.0 ± 219.0	13.93	0.01	0.000
滴滴涕	Dieldrin	120.0 ± 120.0	13.97	0.20	0.001
滴滴涕	Chlorobutadiene	310.0 ± 207.0	14.12	0.20	0.003
滴滴涕	Fluoranthene	200.1 ± 174.0	15.08	0.01	0.0029
2,2,4,4,5,5-六氯苯	2,2,4,4,5,5-Pentachlorophenyl	307.0 ± 205.0	15.42	0.01	0.0057
α,p'-DDT	DDT-α,p'	317.0 ± 240.0	15.91	0.01	0.0027
2,2,4,4,5,5-六氯苯	2,2,4,4,5,5-Pentachlorophenyl	260.0 ± 140.0	16.02	0.01	0.0049
α,p'-DDT	DDT-α,p'	227.0 ± 165.0	16.67	0.01	0.0026
α,p'-DDT	DDT-α,p'	230.0 ± 190.0	16.73	0.01	0.0042
2,2,4,4,5,5-六氯苯	2,2,4,4,5,5-Hexachlorophenyl	307.0 ± 217.0	16.89	0.01	0.0040
α,p'-DDT	DDT-α,p'	230.0 ± 160.0	17.35	0.01	0.0032
2,2,4,4,5,5-六氯苯	2,2,4,4,5,5-Hexachlorophenyl	309.0 ± 209.0	17.36	0.01	0.0048
2,2,4,4,5,5-六氯苯	2,2,4,4,5,5-Hexachlorophenyl	309.0 ± 209.0	18.54	0.01	0.0046
2,2,3,3,4,4,5,5-八氯苯	2,2,3,3,4,4,5,5-Octachlorophenyl	420.0 ± 309.0	20.12	0.01	0.0039
滴滴涕	Benzo[b]fluoranthene	250.1 ± 200.0	20.63	0.01	0.0060
2,2,3,3,4,4,5,5-八氯苯	2,2,3,3,4,4,5,5-Octachlorophenyl	460.0 ± 303.0	20.72	0.01	0.0067
滴滴涕	Benzo[b]pyrene	250.1 ± 200.0	21.28	0.01	0.0028

GC-MS/MS测定多氯联苯

J. Sep. Sci. 2015, 36, 1–8

Zeyang He¹
Lu Wang¹
Yi Peng¹
Ming Luo¹
Wenwen Wang¹
Xiaowei Liu²

¹Agro-Environmental Protection Institute, Ministry of Agriculture, Tianjin, P.R. China
²Agilent Technologies (China), Beijing, China

Received June 10, 2015
Revised July 28, 2015
Accepted August 19, 2015

Research Article

Determination of selected polychlorinated biphenyls in soil and earthworm (*Eisenia fetida*) using a QuEChERS-based method and gas chromatography with tandem MS

Soil and earthworms are important objects in soil pollution assessment and environmental behavior and toxicity study for polychlorinated biphenyls. Accelerated solvent extraction and solid-phase extraction are generally required for the extraction and clean-up of polychlorinated biphenyls in soil and earthworms, which are tedious and time-consuming. In this work, a modified QuEChERS (quick, easy, cheap, effective, rugged, and safe) procedure combined with gas chromatography and triple quadrupole mass spectrometry was developed for the determination of 20 selected polychlorinated biphenyl congeners in soil and earthworms. Different extraction times, solvents, and clean-up adsorbents were compared and optimized. The average recoveries from spiked soils ranged between 70 and 120% with satisfactory relative standard deviations for all the polychlorinated biphenyls. In earthworms, the recoveries of polychlorinated biphenyls 180, 183, and 189 were relatively low (< 70% in some spiking levels) compared to that of the other polychlorinated biphenyls. The limits of quantification were in the range of 0.01–0.05 ng/g. The method was successfully applied to the analysis of 66 agricultural soils. To our knowledge, a combined method based on QuEChERS for the determination of polychlorinated biphenyls in soil and earthworms has not been published before. The procedure proved to be simple, sensitive, efficient, and environmentally friendly.

Keywords: Earthworms / Multiresidue analysis / Pesticides / Polychlorinated biphenyls / Soil
DOI 10.1002/jssc.201500624

 Additional supporting information may be found in the online version of this article at the publisher's web-site

1 Introduction

Polychlorinated biphenyls (PCBs) are the most widespread and persistent pollutants in the world since the middle of the last century [1]. There are 209 individual PCB components, known as congeners, and because of their persistence and hydrophobicity, they accumulate in soils where they are likely to be retained for many years. Consequently, soils are an important reservoir for PCBs [2]. Because of their global contamination and adverse effects on the environmental and human health [3], the production of PCBs have been banned worldwide since the early 1970s. Although PCBs have been banned for a few decades, they are still found in soils, surface waters, sediments, air throughout the world, since they are transported across international boundaries far from their sources [4]. Due to the increasing concern about chemical contamination of soil there is increasing interest in the scientific community and international agencies for soil pollution monitoring and assessment.

Earthworms, a major part of the soil fauna biomass, process large amount of soil through their feeding and burrowing activities, consequently, they can accumulate many organic and inorganic pollutants [5–7]. Earthworms play a key role in terrestrial ecology because they form a large part of the diet of terrestrial vertebrates, and serve as an important link in the transport of PCBs and other hydrophobic organic contaminants from the soil to organisms high up in the terrestrial food chain [8]. The use of earthworms as indicators of terrestrial contaminants is well documented [9]. Many studies have reported the bioaccumulation or elimination of PCBs in earthworms, which involve the extraction and cleanup of target PCBs from soils and earthworms [9–12]. To study their environmental behavior in soil and soil–earthworm system, it is critical to develop simple, sensitive, and reliable analytical methods.

Correspondence: Mr. Xiaowei Liu, Agro-Environmental Protection Institute, Ministry of Agriculture, Tianjin 300191, P.R. China
E-mail: xliu@163.com
Fax: +86-22-23611006

Abbreviations: ASE, accelerated solvent extraction; D-SPE, dispersive solid-phase extraction; GCB, graphitized carbon black; MAE, microwave-assisted extraction; MRM, multiple reaction monitoring; PSA, primary secondary amine; SE, Soxhlet extraction

© 2015 WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim
www.jssc-journal.com



应用 QuEChERS 方法和气相色谱串联质谱法测定土壤中的多氯联苯

应用简报

环境

作者

贺泽英, 王璐, 彭艺, 罗铭, 刘潇威, 刘满威
农业农村部环境保护科研监测所, 中国天津, 300191

王雯雯
安捷伦科技(中国)有限公司, 中国北京, 100102

摘要

土壤是多氯联苯 (PCB) 污染评估、环境行为和毒性研究的重要对象。加速溶剂萃取和固相萃取通常用于萃取和净化土壤中的 PCB, 但这些过程繁琐而耗时。本应用简报中, 介绍了一种 QuEChERS 流程结合气相色谱-三重四极杆质谱的改进方法, 用于测定土壤中的 20 种 PCB 同族体。加标土壤样品的平均回收率在 70%–120% 之间, 所有 PCB 分析物的相对标准偏差均满足准确定量要求。定量限 (LOQ) 范围为 0.01–0.05 ng/g。该方法已成功应用于 66 种农业土壤的分析。该方法不仅简单、灵敏、高效, 而且绿色环保。

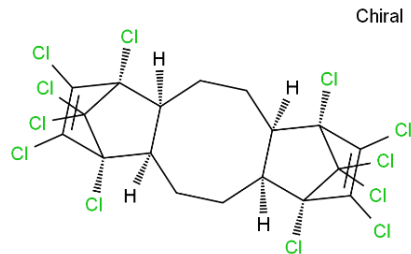
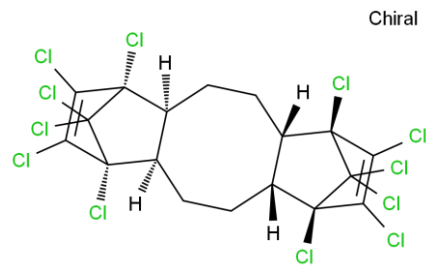
- ✓ 本方法采用QuEChERS 结合 GC-MS/MS测定土壤中的 20 种 PCB
- ✓ 加标土壤样品的平均回收率在 70%–120% 之间, 定量限 (LOQ) 范围为 0.01–0.05 ng/g
- ✓ 本方法灵敏度高、简便高效

PCBs	BW3714		Analysis results	
	Certified value (ng/g)	Uncertainty range (ng/g)	Analyzed value (ng/g)	SD (n=3)
PCB28	7.36	6.63-8.09	6.80	0.03
PCB52	1.40	1.23-1.57	1.33	0.04
PCB101	1.45	1.32-1.58	1.57	0.07
PCB118	4.56	4.20-4.92	4.79	0.10
PCB153	0.64	0.60-0.68	0.64	0.04
PCB138	0.89	0.78-1.00	0.81	0.04
PCB180	0.23	0.18-0.28	0.23	0.03

检测含有七种PCBs的BW3714土壤标准物质, 测定结果具有良好的准确度和精密度。

GC-MS/MS测定得克隆及其顺式异构体和反式异构体

MRM条件

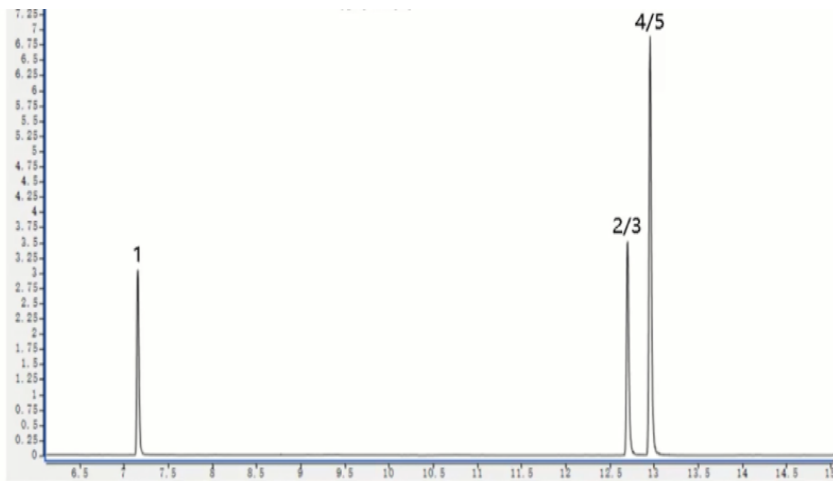


水质样品中得克隆检测实验方案:

- ✓ **样品前处理：**二氯甲烷液液萃取，层析柱净化，正己烷/二氯甲烷洗脱，壬烷定容
- ✓ **仪器分析：**GC-NCI/MS/MS
- ✓ **定量方法：**同位素稀释法
- ✓ **方法检出限：**当取样量为1 L，定容体积为100μL时，本方法的检出限为0.2 ng/L

仪器	安捷伦 8890 GC-7010MS/MS
色谱柱	安捷伦 DB-5ms, 15m*0.25mm*0.1μm
程序升温	100°C(保持1min), 以15°C/min升温 至300°C (保持5min)
进样方式	不分流进样
进样量	1.0 μl
进样口温度	260°C
传输线温度	280°C
柱流量	1.5 mL/min
离子源温度	200°C
采集模式	多反应监测模式 (MRM)

化合物类别	化合物名称	母离子	子离子	碰撞能 (eV)
目标物	顺式得克隆	654	35	15
		652	35	15
目标物	反式得克隆	654	35	15
		652	35	15
提取内标	同位素标记顺式得克隆	664	35	15
		666	35	15
提取内标	同位素标记反式得克隆	664	35	15
		666	35	15
进样内标	同位素标记2,3,3',4,4'-五氯联苯	338	35	15
		340	35	15



3. 同位素标记顺式德克隆; 4. 反式德克隆; 5. 同位素标记反式德克隆

重点管控清单化合物分析特点——我们为什么建大方法

方法分散 (涉及方法至少四个)

有空缺 (得克隆、六溴环十二烷)

灵敏度较低 (多为单极或全扫方法)

分析效率低 (需要频繁切换色谱柱)

新污染物大方法优势特点



全面——全面覆盖所有GCMS分析目标物

升级方法——以往方法多为单极SIM或者scan方法

高灵敏度——通过MMI进样口同时满足不同沸程化合物的高灵敏度分析

高效分析——采用15m分析柱，既满足了所有化合物的分离，同时及大的提高了分析效率

36种新污染物的测定方法

气相色谱参数

仪器型号 : Agilent 8890

色谱柱 : DB-5HT MS, 15m×0.25mm×0.1μm

进样模式

程序升温进样 150°C起, 以900°C/min升至220°C, 保持0.1min, 再以900°C/min升至300°C

进样体积 : 1μL

衬管: 5190-5112

载气模式 : 恒流 1.0 ml/min

传输线温度 : 280°C

柱温箱升温程序

70°C保持1min, 40°C/min升至120°C, 20°C/min升至180°C, 5°C/min升至200°C, 40°C/min升至325 °C,保持5min

质谱参数

仪器型号 : Agilent 7000 GC/TQ

离子化方式 : EI,

离子源温度 : 300°C

四极杆温度 : 150°C

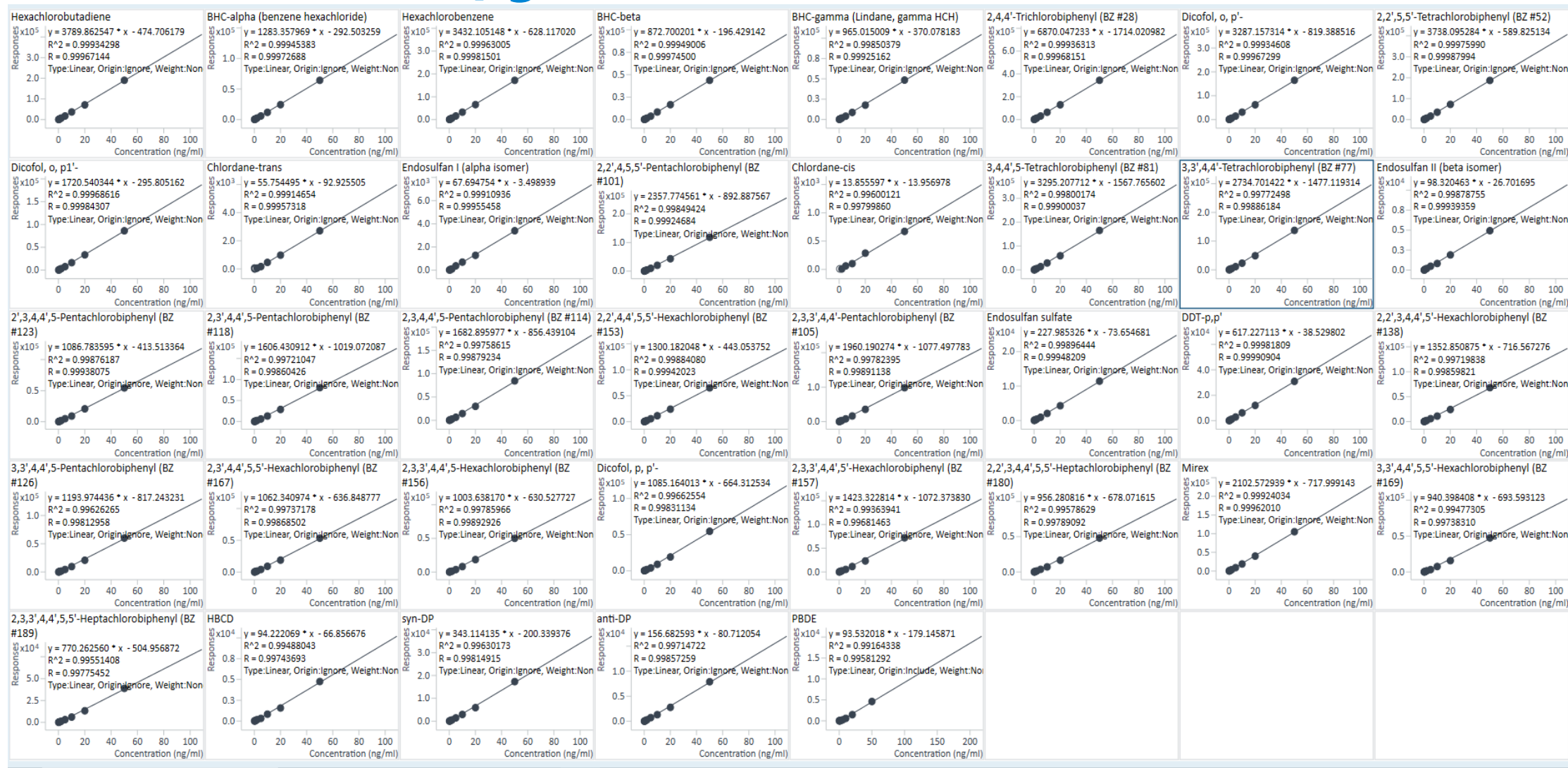
溶剂延迟 : 1.5 min

扫描方式 : dMRM

增益因子 : 10



36种目标物的线性, 配制线性范围从0.05-50 µg/L,其中六溴环十二烷、十溴二苯醚为0.5-50µg/L。



方法的全面性

涵盖了重点管控新污染物清单里GCMS分析的所有化合物

其中含：已有标准类（六氯丁二烯、有机氯类、多氯联苯类）

空缺方法类（得克隆、六溴环十二烷）



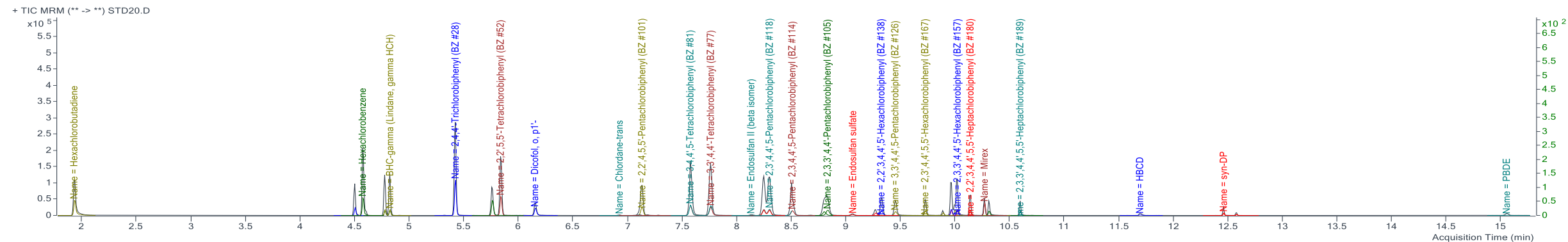
NO.	CAS	中文名	英文名	NO.	CAS	中文名	英文名	PCB简称
1	115-32-2	三氯杀螨醇	Dicofol, p, p'-	19	7012-37-5	2,4,4'-三氯联苯	2,4,4'-Trichlorobiphenyl	PCB28
2	10606-46-9	2,4'-三氯杀螨醇	Dicofol, o, p'-	20	35693-99-3	2,2',5,5'-四氯联苯	2,2',5,5'-Tetrachlorobiphenyl	PCB52
3	57-74-9	氯丹-顺	Chlordane-cis	21	37680-73-2	2,2',4,5,5'-五氯联苯	2,2',4,5,5'-Pentachlorobiphenyl	PCB101
4		氯丹-反	Chlordane-trans	22	70362-50-4	3,4,4',5-四氯联苯	3,4,4',5-Tetrachlorobiphenyl	PCB81
5	2385-85-5	灭蚁灵	Mirex	23	32598-13-3	3,3',4,4'-四氯联苯	3,3',4,4'-Tetrachlorobiphenyl	PCB77
6	118-74-1	六氯苯	Hexachlorobenzene	24	65510-44-3	2',3,4,4',5-五氯联苯	2',3,4,4',5-Pentachlorobiphenyl	PCB123
7	50-29-3	滴滴涕	DDT-p,p'	25	31508-00-6	2,3',4,4',5-五氯联苯	2,3',4,4',5-Pentachlorobiphenyl	PCB118
8	319-84-6	α-六氯环已烷	BHC-alpha (benzene hexachloride)	26	74472-37-0	2,3,4,4',5-五氯联苯	2,3,4,4',5-Pentachlorobiphenyl	PCB114
9	58-89-9	林丹	BHC-gamma (Lindane, gamma)	27	35065-28-2	2,2',3,4,4',5'-六氯联苯	2,2',3,4,4',5'-Hexachlorobiphenyl	PCB138
10	959-98-8	α-硫丹	Endosulfan I (alpha isomer)	28	32598-14-4	2,3,3',4,4'-五氯联苯	2,3,3',4,4'-Pentachlorobiphenyl	PCB105
11	33213-65-9	β-硫丹	Endosulfan II (beta isomer)	29	35065-27-1	2,2',4,4',5,5'-六氯联苯	2,2',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl	PCB153
12	1031-07-8	硫丹硫酸酯	Endosulfan sulfate	30	57465-28-8	3,3',4,4',5-五氯联苯	3,3',4,4',5-Pentachlorobiphenyl	PCB126
13	87-68-3	六氯-1,3-丁二烯	Hexachlorobutadiene	31	52663-72-6	2,3',4,4',5,5'-六氯联苯	2,3',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl	PCB167
14	319-85-7	β-六氯环已烷	BHC-beta	32	38380-08-4	2,3,3',4,4',5-六氯联苯	2,3,3',4,4',5-Hexachlorobiphenyl	PCB156
15	25637-99-4	六溴环十二烷	HBCD	33	69782-90-7	2,3,3',4,4',5'-六氯联苯	2,3,3',4,4',5'-Hexachlorobiphenyl	PCB157
16	1163-19-5	十溴二苯醚	PBDE	34	35065-29-3	2,2',3,4,4',5,5'-七氯联苯	2,2',3,4,4',5,5'-Heptachlorobiphenyl	PCB180
17	135821-03-3	顺式得克隆	syn-DP	35	32774-16-6	3,3',4,4',5,5'-六氯联苯	3,3',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl	PCB169
18	135821-74-8	反式得克隆	anti-DP	36	39635-31-9	2,3,3',4,4',5,5'-七氯联苯	2,3,3',4,4',5,5'-Heptachlorobiphenyl	PCB189

NO.	CAS	英文名	线性最低浓度 /µg/L	NO.	CAS	英文名	线性最低浓度 /µg/L
1	115-32-2	Dicofol, p, p'-	0.5	19	7012-37-5	2,4,4'-Trichlorobiphenyl	0.01
2	10606-46-9	Dicofol, o, p'-	0.5	20	35693-99-3	2,2',5,5'-Tetrachlorobiphenyl	0.01
3	57-74-9	Chlordane-cis	2	21	37680-73-2	2,2',4,5,5'-Pentachlorobiphenyl	0.01
4		Chlordane-trans	0.5	22	70362-50-4	3,4,4',5-Tetrachlorobiphenyl	0.01
5	2385-85-5	Mirex	0.2	23	32598-13-3	3,3',4,4'-Tetrachlorobiphenyl	0.01
6	118-74-1	Hexachlorobenzene	0.05	24	65510-44-3	2',3,4,4',5-Pentachlorobiphenyl	0.01
7	50-29-3	DDT-p,p'	0.2	25	31508-00-6	2,3',4,4',5-Pentachlorobiphenyl	0.01
8	319-84-6	BHC-alpha (benzene hexachloride)	0.05	26	74472-37-0	2,3,4,4',5-Pentachlorobiphenyl	0.01
9	58-89-9	BHC-gamma (Lindane, gamma)	0.1	27	35065-28-2	2,2',3,4,4',5'-Hexachlorobiphenyl	0.01
10	959-98-8	Endosulfan I (alpha isomer)	0.5	28	32598-14-4	2,3,3',4,4'-Pentachlorobiphenyl	0.01
11	33213-65-9	Endosulfan II (beta isomer)	0.5	29	35065-27-1	2,2',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl	0.01
12	1031-07-8	Endosulfan sulfate	0.5	30	57465-28-8	3,3',4,4',5-Pentachlorobiphenyl	0.01
13	87-68-3	Hexachlorobutadiene	0.02	31	52663-72-6	2,3',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl	0.01
14	319-85-7	BHC-beta	0.1	32	38380-08-4	2,3,3',4,4',5-Hexachlorobiphenyl	0.01
15	25637-99-4	HBCD	5	33	69782-90-7	2,3,3',4,4',5'-Hexachlorobiphenyl	0.01
16	1163-19-5	PBDE	10	34	35065-29-3	2,2',3,4,4',5,5'-Heptachlorobiphenyl	0.01
17	135821-03-3	syn-DP	0.1	35	32774-16-6	3,3',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl	0.01
18	135821-74-8	anti-DP	0.1	36	39635-31-9	2,3,3',4,4',5,5'-Heptachlorobiphenyl	0.01

高效分析

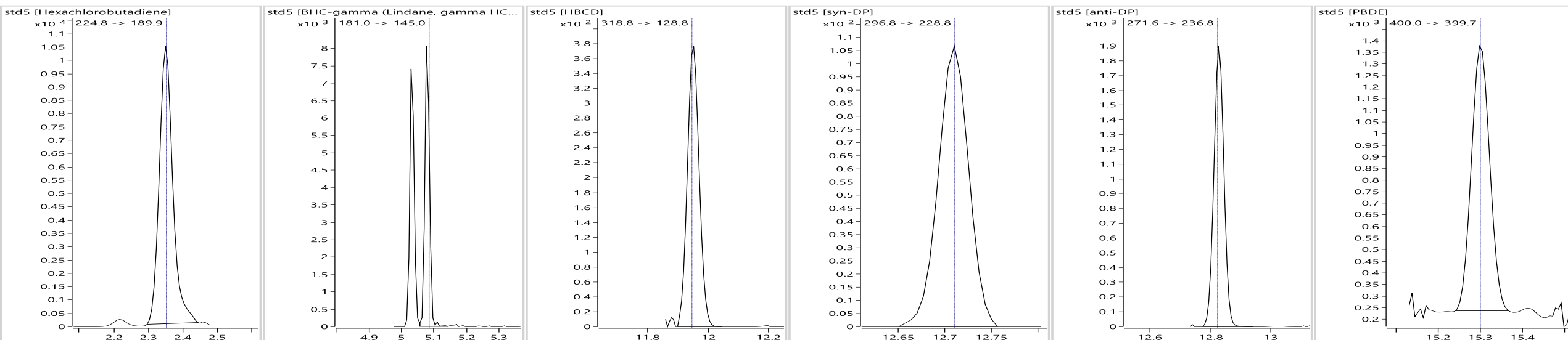
DB-5HT MS, 15m×0.25mm×0.1μm

17min完成所有目标物分析



36种新污染物的TIC总离子流图

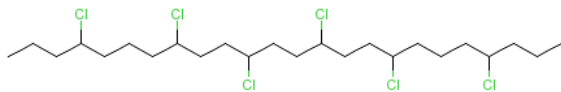
得克隆、十溴二苯醚需要选择15m色谱柱



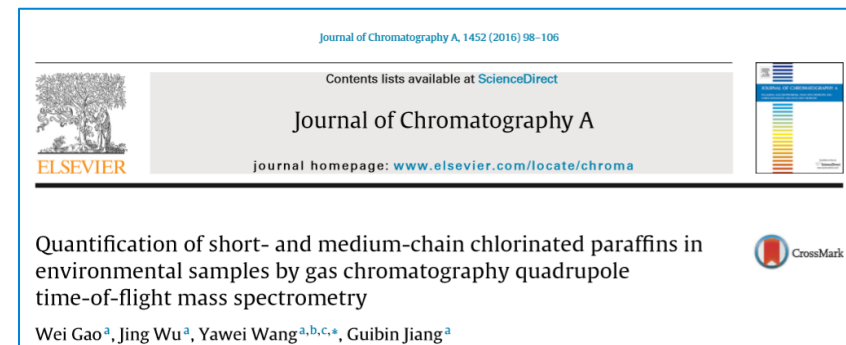
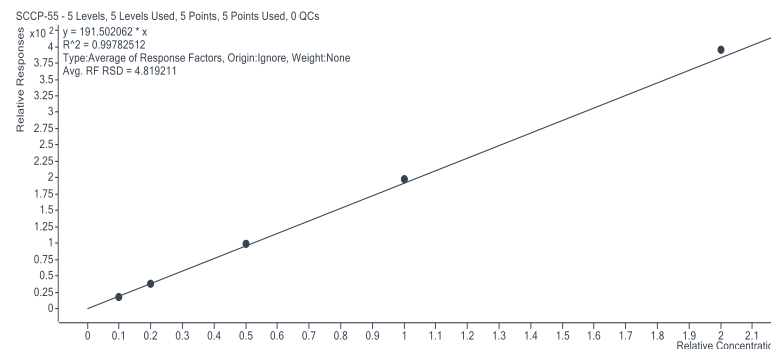
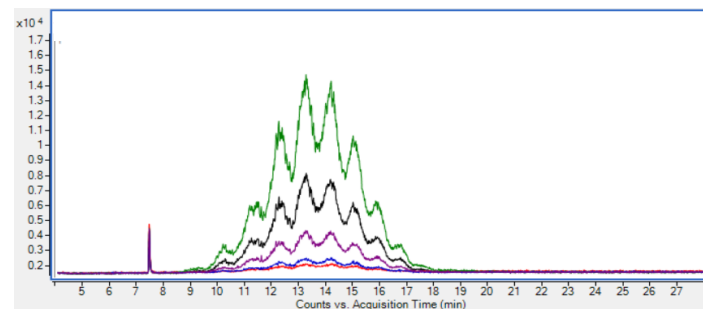
NCI-GC-QTOF测定短链氯化石蜡

标准曲线绘制

浓度为1ppm、2ppm、5ppm、10ppm、20ppm



- 色谱柱: DB-5ht 30m x 0.25mm x 0.1 μ m
- 离子源电离模式: NCI, 反应气甲烷
- 采集模式: 全扫描TOF模式
- 离子源温度: 160 $^{\circ}$ C
- 质量数扫描范围: m/z 65-600



应用简报
环境

Agilent
Trusted Answers

应用气相色谱-四极杆飞行时间质谱分析氯化石蜡的新方法

作者
高伟, 吴静和王亚辉
中国科学院生态环境研究中心
环境化学与生态毒理学国家重点实验室
中国北京
王亚辉
安捷伦科技 (中国) 有限公司
中国北京

摘要
氯化石蜡 (CPs) 是一类大规模生产和应用的工业产品, 应用广泛。但是, 由于它们包含各种同族体和同分异构体, 是环境中组成最复杂的一类有机氯代污染物, 其分析方法面临极大挑战。本研究开发出一针对短链 CPs (SCCPs) 和中链 CPs (MCCPs) 的分析方法。该方法使用在负化学电离模式 (NCI) 下操作的气相色谱-四极杆飞行时间高分辨率质谱联用系统 (GC-NCI-Q-TOF-HRMS)。利用氯化度与 CPs 总响应因子之间的线性关系定量分析了 CPs 含量和同族体分布模式。实现一次进样, 定量分析了 24 种 SCCPs 同族体和 24 种 MCCPs 同族体。使用 TOF-HRMS 提取特征质量

LCMS相关方案

1) PFAS

环境样品的全氟/多氟烷基化合物 (PFAS) 分析Workflow

安捷伦提供 PFAS 完整的端到端解决方案。如需详细信息，可点击下载[安捷伦 PFAS Workflow \(订购指南\) 5994-2357 CN](#)。

完整的 PFAS Workflow

- 安捷伦拥有**完整的 PFAS Workflow** 所需的产品及服务，包括**样品前处理、标准品、备件、仪器、软件和服务**。
- EPA 537.1或类似方法 (SPE法)
- EPA 533 或类似方法 (SPE法)
- EPA 1633 (2021 年 8 月草案) (SPE法)
- EPA 8327 (过滤法)
- ASTM D7979 (过滤法)
- ISO 21675:2019 (SPE法)
- Agilent eMethod: 一种方法分析 140 种 PFAS 化合物

注：US EPA 537.1 是一种固相萃取 (SPE) 液相色谱/串联质谱 (LC/MS/MS) 方法，用于分析饮用水中的 18 种 PFAS，包括 PFOS 和 PFOA。

满足EPA 537.1方法标准品



- 包括初级、替代和内部稀释标准品，满足包括饮用水中 PFAS 物质的分析。
- PFAS 分析标准品可与安捷伦 PFAS Workflow 结合使用，解决 PFAS 测试中的独特挑战。

InfinityLab 无PFAS HPLC转换工具包

包括确保 1290 Infinity II 仪器和 1290 Infinity II 高速泵不含 PFAS 污染物所需的所有部件：
管线 – 在线过滤器 – 瓶头组件 – 配备 InfinityLab Quick Connect 快速连接液相色谱接头的延迟柱

出色的样品前处理SPE柱



- **Agilent Bond Elut PFAS WAX 固相萃取柱**
- 使用专为 PFAS 分析设计的弱阴离子交换 (WAX) 吸附剂 消除不确定性
- 灵活满足实验室的需求，有多种柱床质量可供选择

PFAS 分析 eMethod

饮用水和地表水中的 140 种天然及同位素标记的 PFAS 化合物：

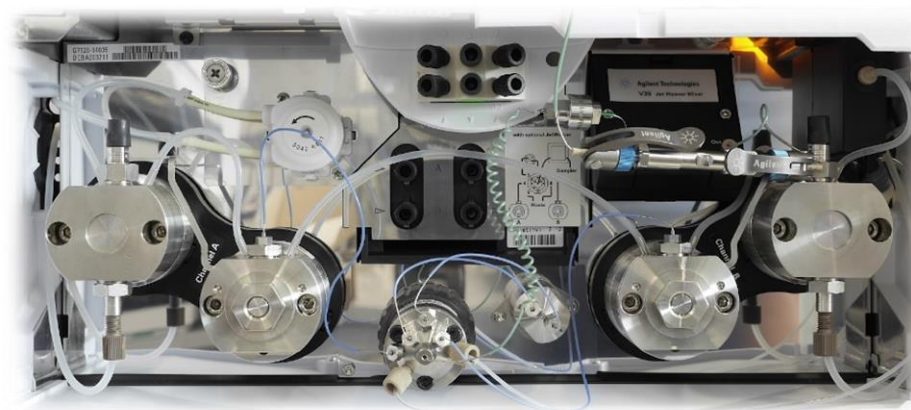
eMethod 包括有关仪器配置、样品引入分析方法、色谱分离、检测和数据分析

PFAS检测难点应对-PFAS-Free Kit改装系统，降低系统背景值干扰

无PFAS组件



可能含有PFAS的组件

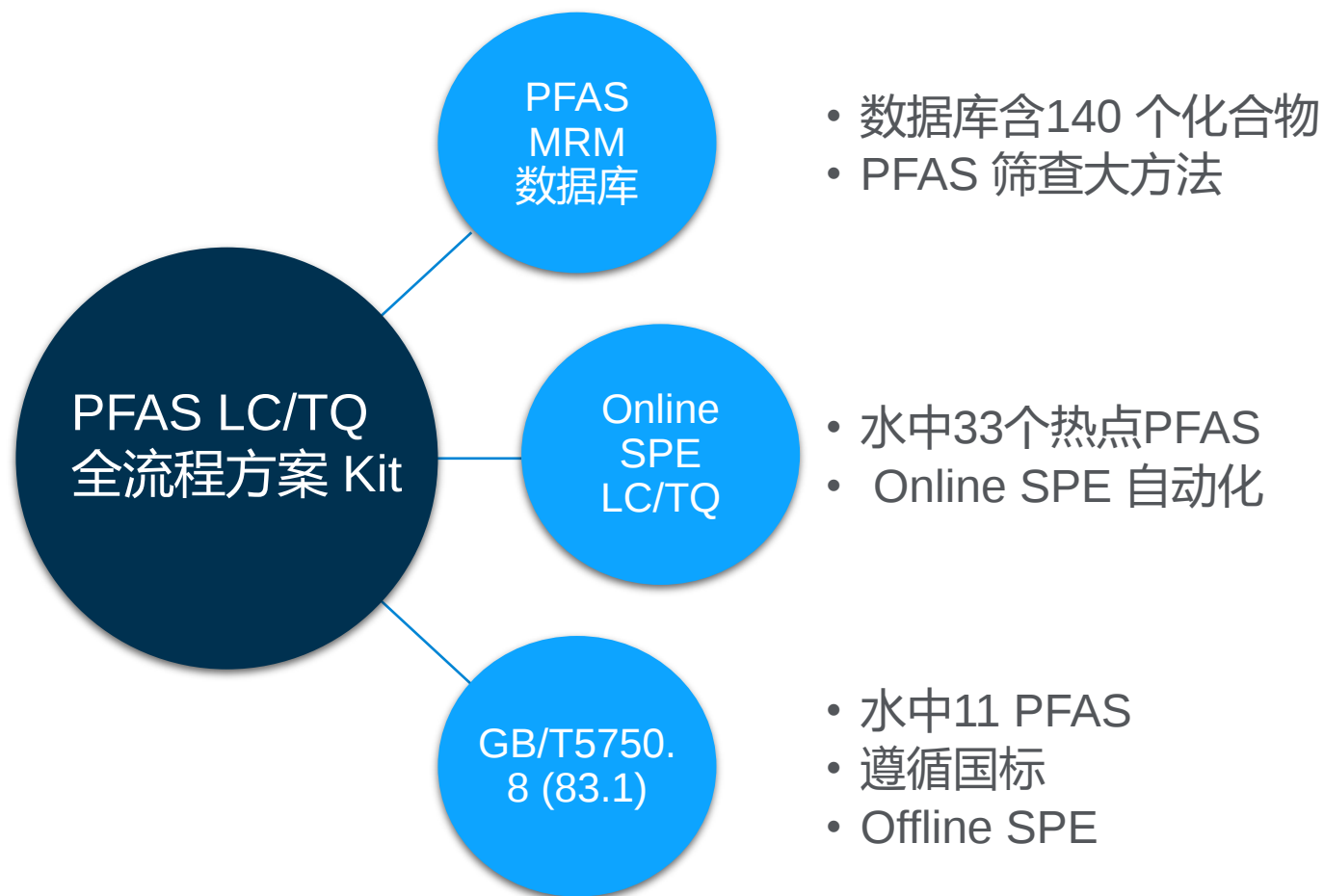


InfinityLab PFAS 延迟柱, 4.6 × 30 mm, 1200 bar
(PN: 5062-8100)

✓ 所用LC-MS/MS管路及所用耗材经过验证不含氟，空白低，结果重复性好

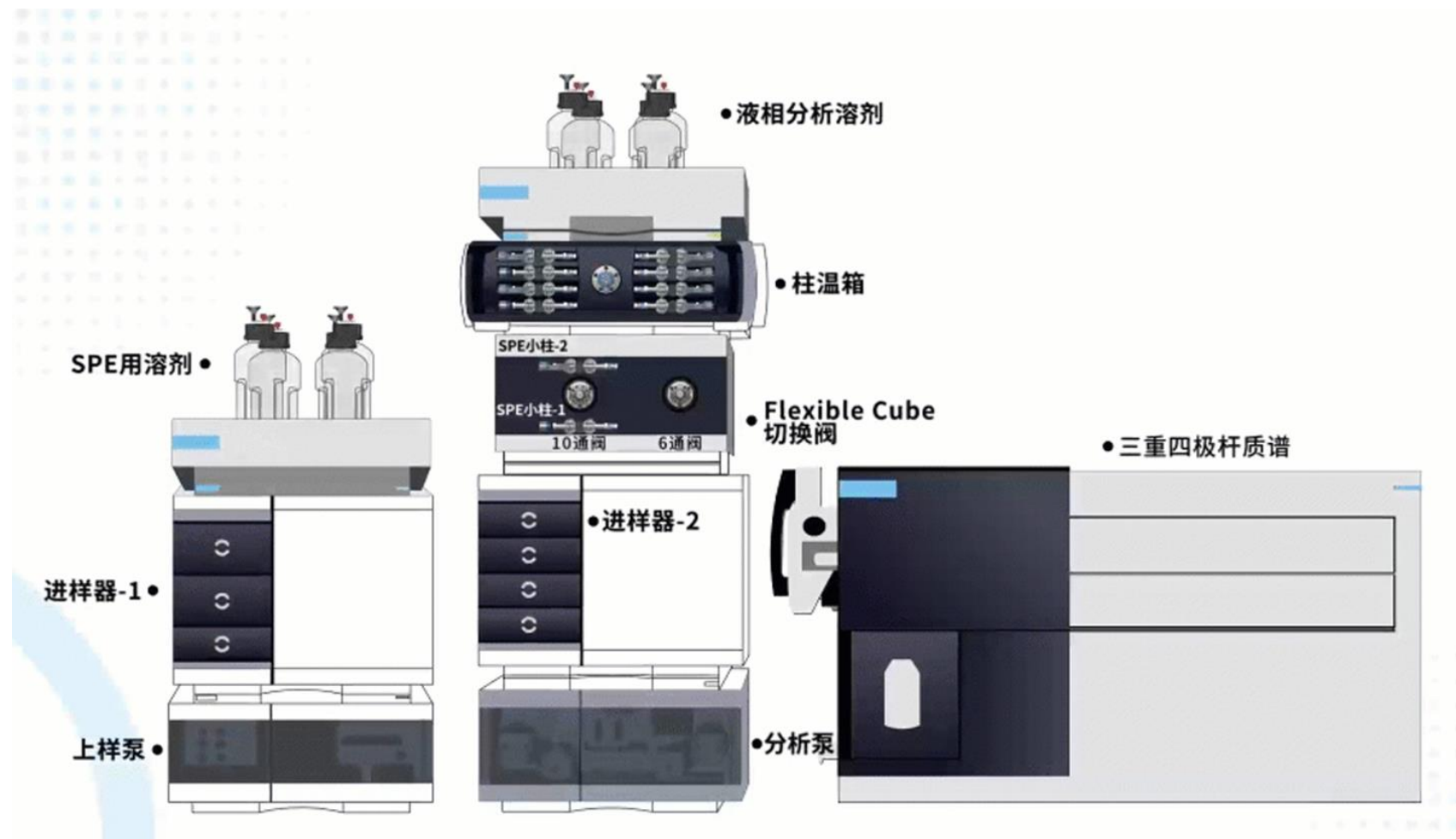
✓ 所用色谱柱及其它样品前处理耗材不含PFAS，也不吸附PFAS

PFAS LC/TQ 全流程方案



The solution is as a part of LC/TQ environmental total solution kit

Online SPE双模自动切换配置



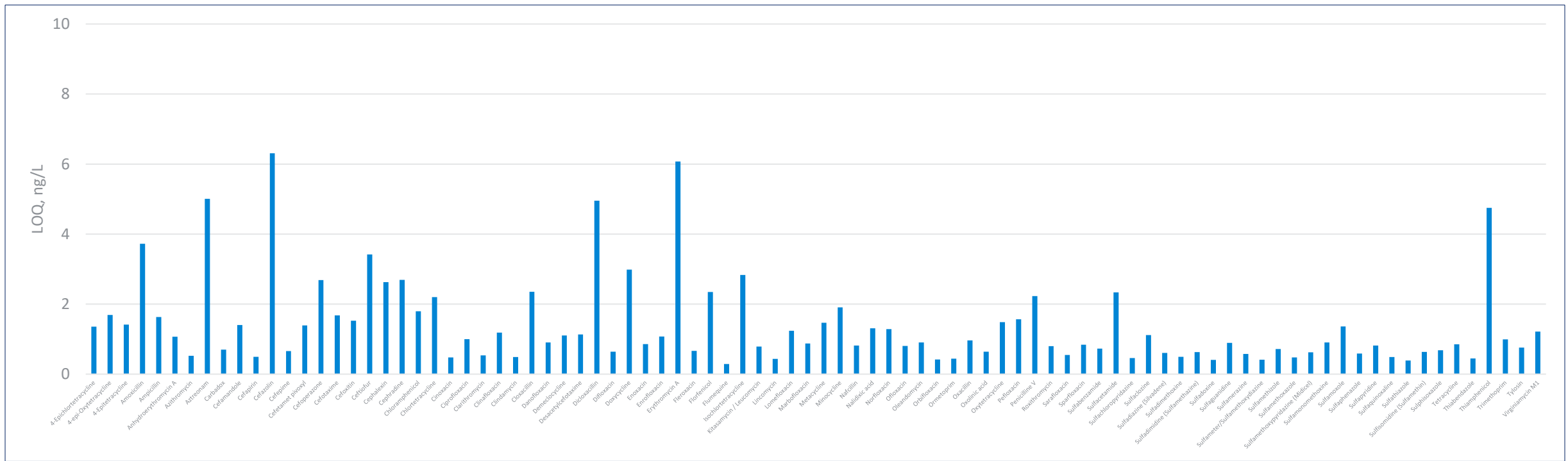
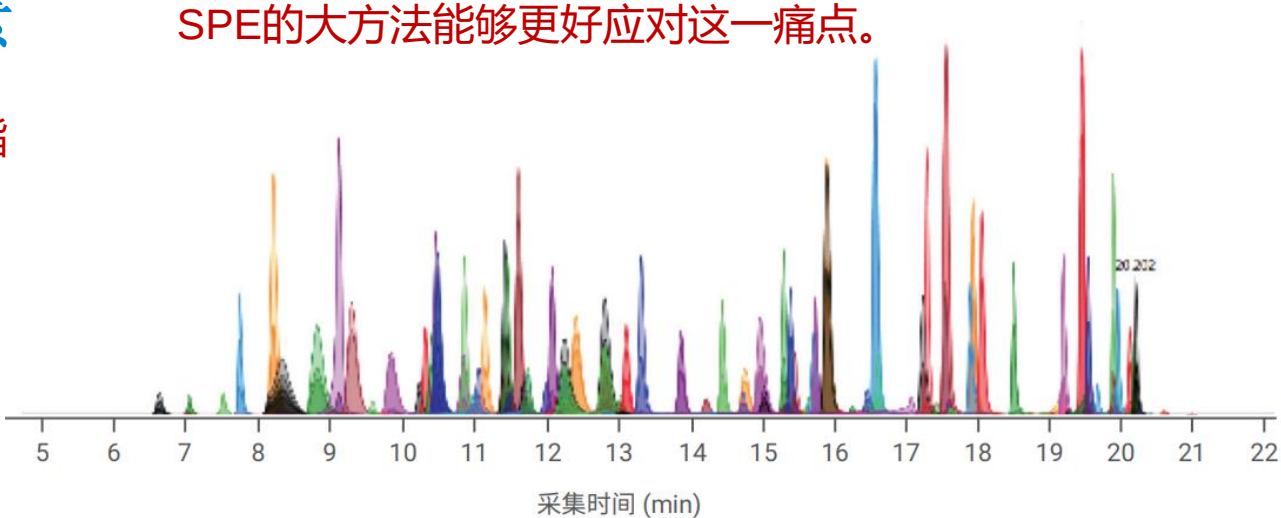
配置特点:

- ✓ 双进样器
- ✓ 双SPE自动切换
- ✓ 双模式自动切换 (Online SPE & UHPLC)

2) 抗生素: Online SPE分析95种抗生素

*部分抗生素的稳定性差，对于分析时效要求高。Online SPE的大方法能够更好应对这一痛点。

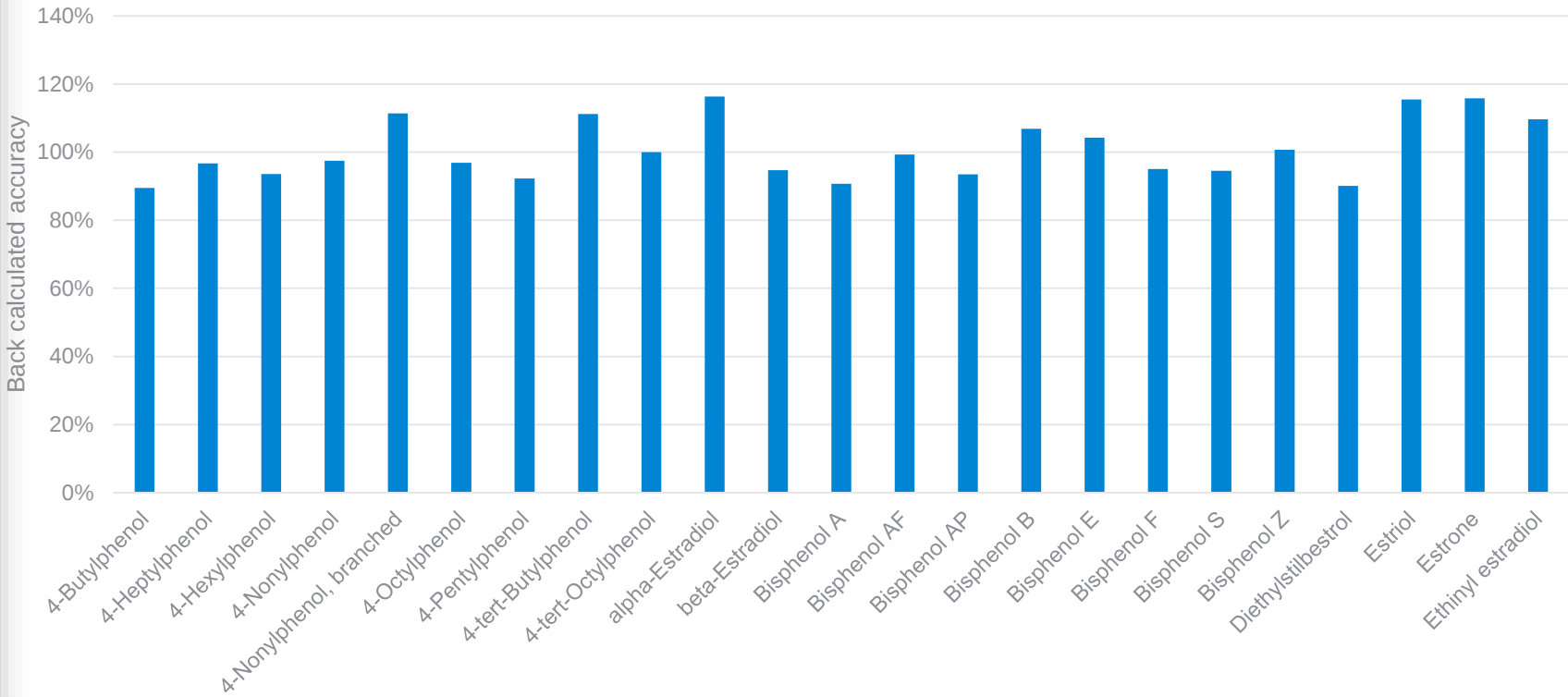
- 涵盖种类多，包括磺胺类、喹诺酮类、四环素类、大环内酯类、头孢类、青霉素类和其它类等 EPA 法规以及近年来科研工作中涉及的高关注抗生素
- 每个水样全分析不超过30min（包括前处理）
- 所有化合物的计算 LOQ 均小于 7 ng/L，绝大多数<3 ng/L



3) EDCs: Online SPE分析22种内分泌干扰物

标准曲线中点样品在批次结束时重新分析，自动进样器稳定保存 36h，Online SPE 分析重现性好

质控稳定性, 36h@8°C



ICS 13.060
CCS Z 16

团体标准

T/CAQI 382-2024

水中双酚 A、壬基酚、雌二醇等 22 种化合物的测定 在线固相萃取/液相色谱-三重四极杆质谱法

Determination of 22 compounds such as Bisphenol A, Nonylphenol and Estradiol in water — On-line solid phase extraction-liquid chromatography-Triple quadrupole mass spectrometry

2024-03-28 发布

2024-04-12 实施

中国质量检验协会 发布

“Online” vs “Offline”：降本增效

❑ 与传统的离线固相萃取方法相比，以EPA 1694为例，在线固相萃取方法自动化程度高，显著减少了样品前处理时间，分析成本低，大大提高了分析效率。

项目		在线固相萃取方法	离线固相萃取方法 (以 EPA 1694 为例)	“在线模式” 的特点
测试抗生素数目		95	49	✓ 测试 项目多
样品预处理	取样体积/样	5 mL	500~1000 mL	✓ 样品前处理 自动化程度高 ✓ 样品 前处理时间减少 96% ✓ 绿色环保, 溶剂消耗减少 99%
	总时间/24 样	~20 min	~120 min	
样品前处理	自动化	全自动	手动或半自动	
	总时间/批	0 min	~3 h	
	溶剂消耗/样	4 mL	35 mL	
	容器清洗溶剂消耗	0	~1000 mL	
采样/运输/储存*	总成本	\$3	\$50	✓ 采样/运输/储存/耗材 成本减少 95%
耗材成本	萃取柱/300样	¥ 2209	¥ 3320*15=49800	
LC/MS/MS 分析时间	分析时间/样	30 min	60 min (正、负两个方法)	✓ 样品分析 时间减少 50%

* Trenholm, Rebecca A., Brett J. Vanderford, Shane A. Snyder. *Talanta* 79.5 (2009): 1425-1432.

Online SPE LC/MS/MS的技术优势

- ✓ 直接进样与 Online SPE **自动切换**，无需手动连接管路和更换样品环；
- ✓ 可扩展样品环，进样体积更大，可实现**更低的检测限**；
- ✓ 双进样器配置，**兼顾小体积及大体积进样**的不同应用，无延迟体积困扰；
- ✓ 双 SPE 富集柱**交替工作**，提高工作效率；
- ✓ MassHunter 工作站**单点统一控制**，简单、直观、高效；
- ✓ 与离线 SPE 相比极大地简化了前处理操作，**节省时间、耗材和人力成本**；
- ✓ 来自**同一供应商**的整体解决方案，包括全部硬件、耗材、软件、服务等。

方法包（实验细节）

水中抗生素的 LC-MS/MS 分析方法

- 贝类中麻痹性贝类毒素的测定
- 抗生素的LCMSMS分析方法
- 邻苯二甲酸酯类化合物的LCMSMS分析方法
- 全氟和多氟烷基化合物（PFAS）LCMSMS分析方法
- 土壤中苯胺的LCMSMS分析方法
- 烷基酚和双酚A的LCMSMS分析方法
- 溴代阻燃剂的LCMSMS分析方法
- 紫外吸收剂的LCMSMS分析方法



Agilent 1200 Series RRLC/uHPLC System			
Flow Rate	: 0.4 ml/min		
Column	: Poroshell AQ-C18, 2.1*100mm, 2.7um (部件号: 695775-742)		
Column Oven	: 35 °C		
Injection Volume	: 5 ul		
Mobile Phase A	: 0.2 % 甲酸、2 mmol 乙酸铵 水		
Mobile Phase B	: 0.2 % 甲酸 甲醇: 乙腈 1:1		
Run Time (min)	A (%)	B (%)	Flow Rate (ml/min)

离子对参数

	磺胺嘧啶	mltaphenazole	PMSE	215	Unit	198.1	Unit	125	32	4	Positive
		mltaphenazole	PMSE	215	Unit	92.1	Unit	125	46	4	Positive

样品前处理:

中性富集:

样品经滤膜（0.45 μm）过滤，量取 1 L 滤液，加入 0.25 g Na2EDTA。将 HLB（500 mg）柱固定于固相萃取装置上。依次加 5 mL 甲醇和纯水活化固相萃取柱。将样品以 5 mL/min 的流速通过小柱。用 5 mL 纯水淋洗固相萃取柱，负压抽干小柱。用 5 mL 甲醇洗脱，收集洗脱液。40℃氮吹至 0.4 mL 左右，加入内标使用液后，用水定容至 1 mL，混合均匀，经滤膜（0.22 μm）过滤后上机测试。

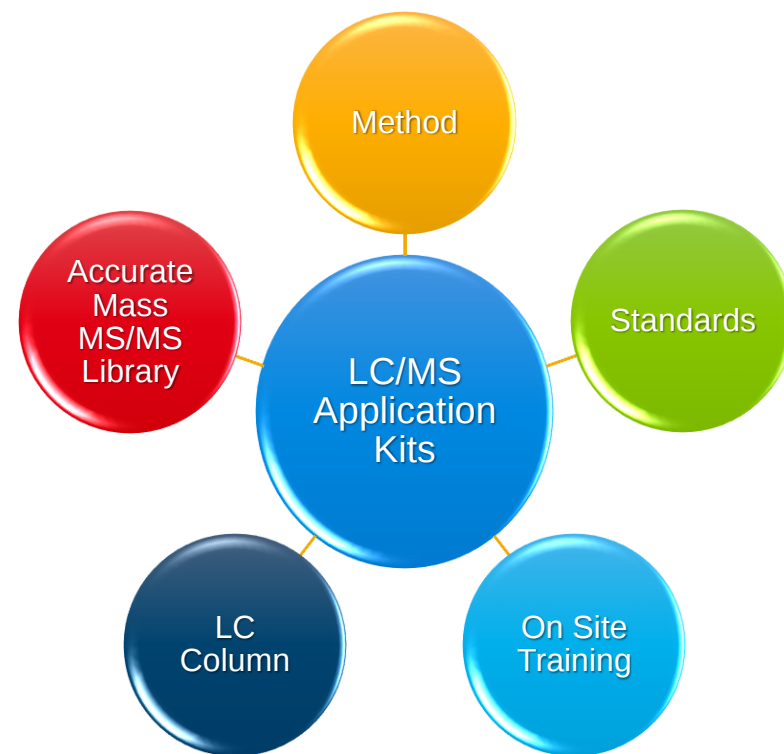
酸性富集:

注意事项:

- 标准品保存: β 内酰胺类物质（头孢、青霉素等）使用乙腈保存——甲醇保存化合物响应下降明显；（苯唑青霉素）

新污染物相关的QTOF高分辨质谱数据库工具包

- ✓ **安捷伦水质筛查LC/MS 个人化合物数据库与谱库**，内含1400 多种化合物数据，其中超过1000个化合物具有精确二级谱图；
- ✓ **农残筛查LC/MS 个人化合物数据库与谱库**，内含1700多个化合物数据，其中超过800个化合物具有精确二级谱图；
- ✓ **兽残筛查LC/MS 个人化合物数据库与谱库**，内含2100多个化合物数据，其中超过1500个化合物具有精确二级谱图；
- ✓ **法医毒理学 LC/MS 个人化合物数据库与谱库**，内含9200多个化合物数据，其中超过3900个化合物具有精确二级谱图；
- ✓ **安捷伦MetLin代谢物分析个人化数据库与谱库**，内含248000多种内源性代谢物小分子，其中超过9000个化合物具有精确二级谱图
- ✓ 可以自定义添加数据库
- ✓ 可装配Merk-Index , ChemSpider, PubChem



Content

- 1.新国标有机物检测方法汇总与方案
- 2.新污染物检测要求与发展动向
- 3.重点监测清单等检测方法应对
- 4.微塑料与非靶向筛查。

什么是微塑料

微塑料已经成为一个全球性的环境问题

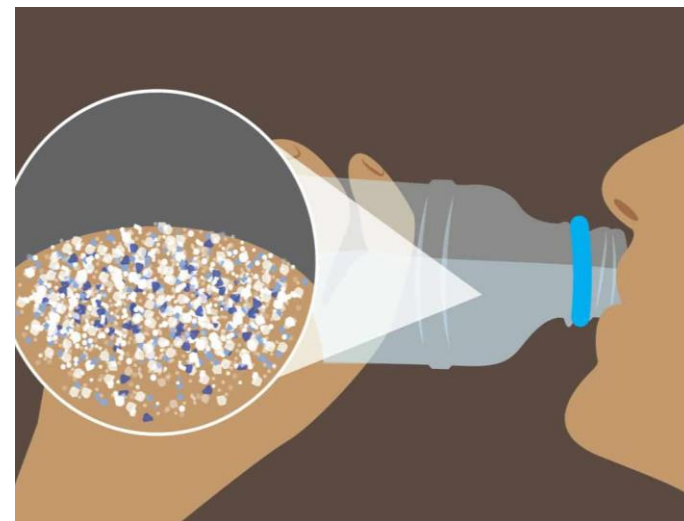
塑料遍布我们的环境中



微塑料是指长度小于5毫米的
任意类型塑料聚合物*



由于体积小，它们很容易被人体摄入并在体内累积

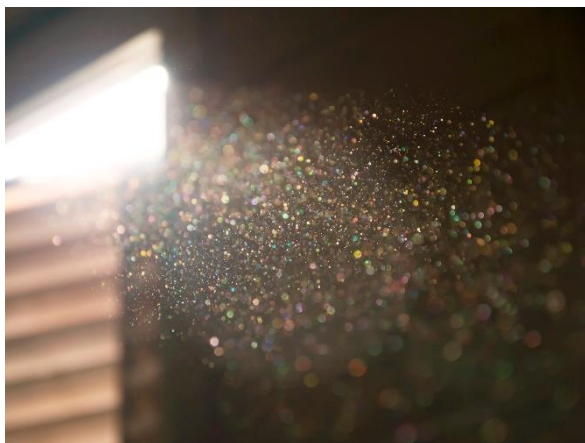


研究报告显示，微塑料可能会对人类健康造成问题，例如影响免疫和生殖系统，因此已被强调为值得关注的原因。

哪些环境中可以检测出微塑料

...它存在于各种各样的环境介质中

空气



土壤



水中



食物



→ 每种介质都可以通过不同的途径进入人体并造成伤害

不同方法对比

检测方法	原理	尺寸或质量检出限	获取信息	优点	缺点	适用情景
扫描电镜能谱联用 (SEM-EDS)	二次电子和背散射电子成像，特征X射线元素分析	20 nm	数量，尺寸，形状（表面特征），基于元素组成的有机无机物判断	空间分辨率高（约nm级），元素点、线、面半定量测定	成本高，耗时	物理形态分析
傅里叶变换红外光谱 (FTIR)	特征红外吸收光谱，干涉图傅里叶变换	10 μm	数量，聚合物类型	Mirco-FT-IR光谱分析实现样品可视化；能自动采集数据并生成图像；不破坏样品、预处理简单、不受荧光干扰、还可对滤膜进行自动分析	结果受H ₂ O和CO ₂ 干扰；需要无尘环境；耗时；不透明/黑色的塑料微粒分析也较为困难	较多数量且微塑料尺寸较大的样品的物理和化学形态的综合分析
拉曼光谱	拉曼散射	1 μm	数量，聚合物类型	采用显微Raman光谱时，无须投加试剂且不破坏样品，满足复杂样品的分析要求	受环境基底影响严重，检测环境样品时常有荧光干扰	尺寸较小不具荧光样品的分析
热脱附气相色谱质谱	有机物萃取挥发，经色谱柱分离，使用质谱检测	无具体要求	微塑料类别，聚合物类型	多种成分定量分析	破坏性分析；实验条件要求高；进样量少	小批量样品精细测量化学组成的分析
热裂解气相色谱质谱	聚合物热稳定性	0.01—1 μg	微塑料类别，聚合物类型	同时鉴定聚合物、表面附加物；无须投加其他溶剂；样品用量小；前处理简单，可直接进样	破坏性分析；实验条件要求高；存在误判风险；允许上机的样品量小	小批量样品精细测量化学组成的分析

安捷伦红外光谱仪微塑料颗粒同步定性定量整体解决方案

- 测试尺寸10-500 μm 的微塑料



8700 LDIR 激光红外成像

8700 LDIR 激光红外成像微塑料样品测试

- 8700 LDIR激光红外成像是否能够满足微塑料测试用户的期许？



1

方法简单？

样品无需人为挑取，所有样品转移后可实现无损测量



2

测试效率高？

平均测试1个颗粒的时间为8s，为保证定性结果的准确性，软件后台自动对测试谱图进行1阶及2阶导数后重复比对



3

自动化程度更高？

从测试到定性定量结果都由软件自动完成，测试人员无需过多干预，无需具备专业光学背景



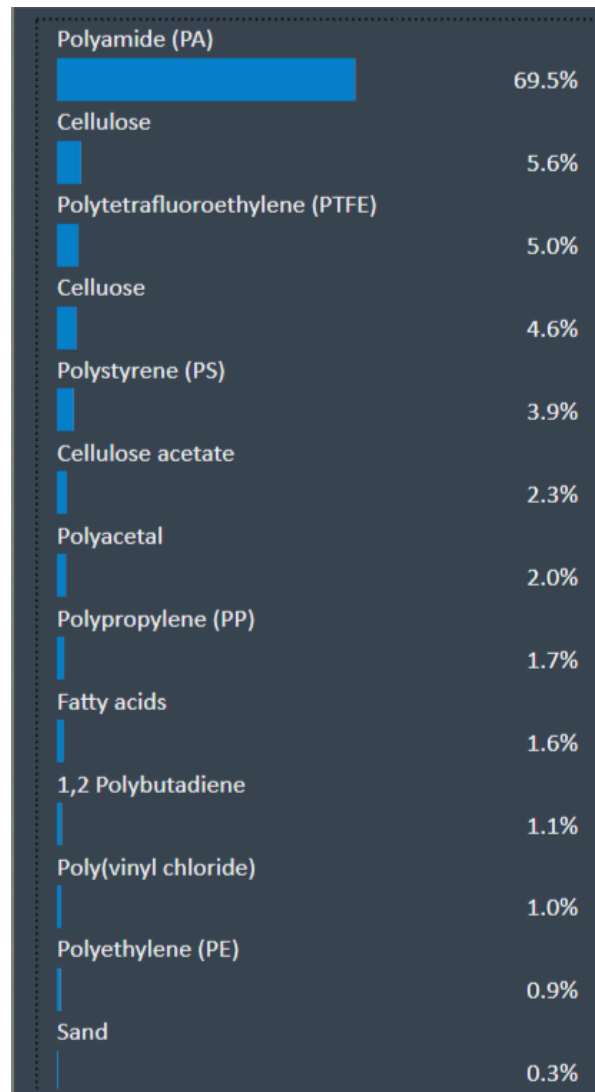
4

自动提供统计结果？

软件可自动提供包括**颗粒图像、颗粒数、定性结果、尺寸信息及粒径分布**等统计结果



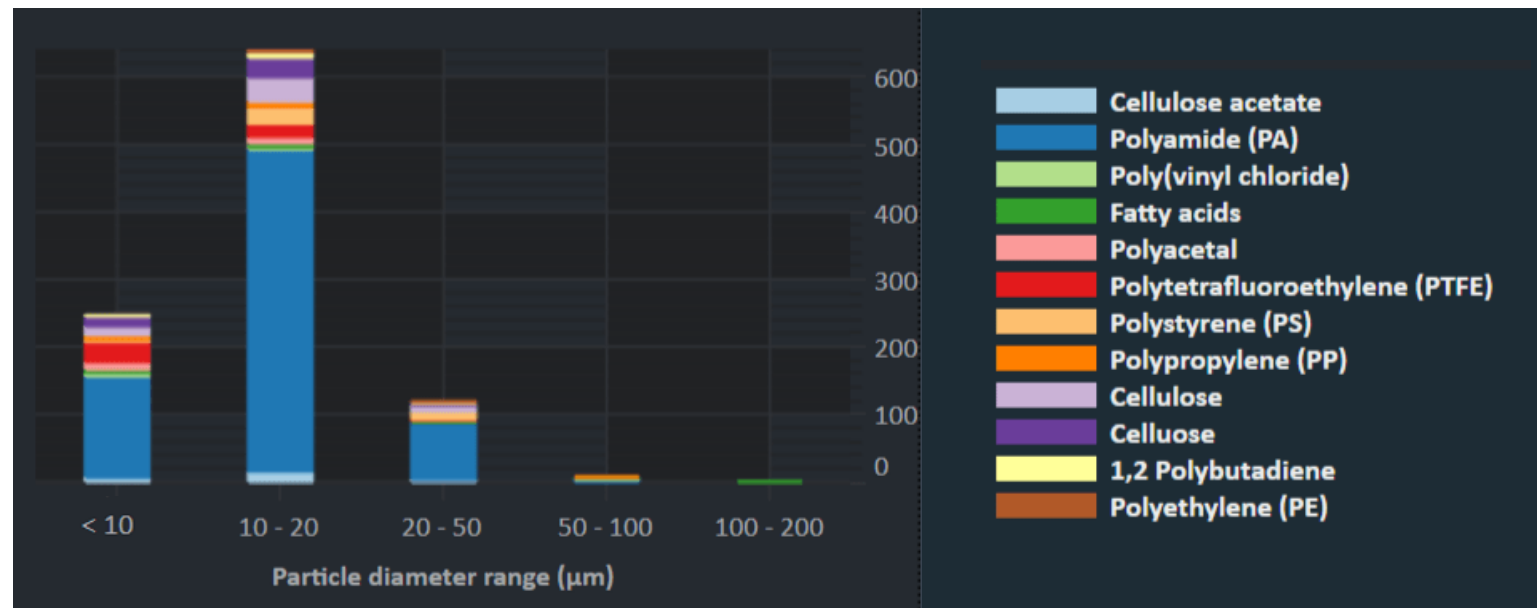
废水颗粒识别（1028个颗粒）



聚酰胺是最普遍的

- 纺织品的羊毛，丝绸，尼龙
- 未消化的富含蛋白质的碎片

其次是纤维素颗粒，PTFE（聚四氟乙烯），聚苯乙烯



Py-GC/MS方法检测微塑料的特色，及未来做质量浓度分析的机会

- 基于Py-GC-MS方法的质量浓度分析对于微塑料管控及研究越来越重要。

Py-GC/MS与光谱法特色和主要优势比较：

- 光谱方法优势：比较成熟，适合做颗粒数目，尺寸及定性分析
- 光谱方法缺点：做质量浓度分析误差大，受限于灵敏度，不能分析 μm 以下粒径微塑料检测
- Py-GC/MS法优势：
 - 高准确性和灵敏度：提供可靠的质量浓度数据，对微塑料进行准确的定性和定量分析。高灵敏度，能够检测到极低浓度微塑料
 - 全粒径检测能力：可检测各种粒径的微塑料，包括纳米级别的微塑料。
 - 适用范围广：适用于各种类型样品，包括环境水样、土壤、底泥、生物体等，对于复杂的环境样品也能有较好的检测结果
- Py-GC/MS法缺点：
 - 无法提供原位结构信息：热裂解过程会破坏微塑料的原始结构，无法提供微塑料的原位结构信息。
 - 操作难度大

微塑料热裂解气质解决方案

➤ 微塑料气质分析参考标准ASTM D8401-24



Designation: D8401 – 24

**Standard Test Method for
Identification of Polymer Type and Quantity of Microplastic
Particles and Fibers in Waters with High to Low Suspended
Solids Using Pyrolysis-Gas Chromatography/Mass
Spectrometry¹**

Polymers		Target Compound		m/z			R.T.
Name	Abbr.	Name	Abbr.	Measure	Other Ions	M.W.	(min.)
Polyethylene	PE	1,20-Heneicosadiene	C21 ⁺	82	41, 55, 97	208	14.67
Polypropylene	PP	2,4-Dimethyl-1-heptene	C9 ⁺	126	43, 55, 70	126	6.62
Polyvinylchloride	PVC	Naphthalene	Naph	128	102	128	10.17
Polycarbonate	PC	4-Isopropenyl-phenol	IPP	134	91, 119	134	10.83
Polyethylene terephthalate	PET	Benzophenone	BP	182	51, 77, 105	182	13.26
Polymethyl methacrylate	PMMA	Methyl methacrylate	MMA	100	69, 41, 99	100	5.17
Nylon-6	N-6	ϵ -Caprolactam	Capro	113	30, 55, 85	113	10.76
Polystyrene	PS	Styrene trimer	SSS	91	117, 207, 312	312	17.63
Acrylonitrile butadiene styrene copolymer	ABS	2-Phenethyl-4-phenylpent-4-enenitrile	SAS	170	91, 115, 118	261	15.68
Styrene-butadiene rubber	SBR	4-Vinylcyclohexene	VCH	54	79, 66, 108	108	6.68
Nylon-6,6	N-66	Cyclopentanone	CP	84	39, 55, 56	84	6.38
Polyurethane	PU	4-4'-Methylenedianiline	MDA	198	106, 182, 197	198	15.58
Reference	Ref	Methyl Eicosanoate	Me-Eic	326	74, 143	326	16.01

➤ 安捷伦与用户合作AN仅分析三类微塑料

应用简报
环境



使用热裂解和 GC/MSD 定量分析环境样品中的微塑料

聚合物	LOQ (mg/g)
PP	0.007
PE (m/z 97)	0.007
PE (m/z 81)	0.16
PS	0.008



与Frontier合作开发微塑料气质分析解决方案



Frontier Py 3030D with 8890 GC-5977C MS

- ✓ 遵循ASTM-D8401-24标准分析12种高关注微塑料
- ✓ 同时完成定性和质量浓度定量检测
- ✓ 微塑料全粒径（包括纳米级别）检测，灵敏度高
- ✓ 增加预柱确保系统长期稳定运行
- ✓ 提供12种微塑料混标（从Frontier经销商订购）
- ✓ 利用48位自动进样器自动运行，方便高效

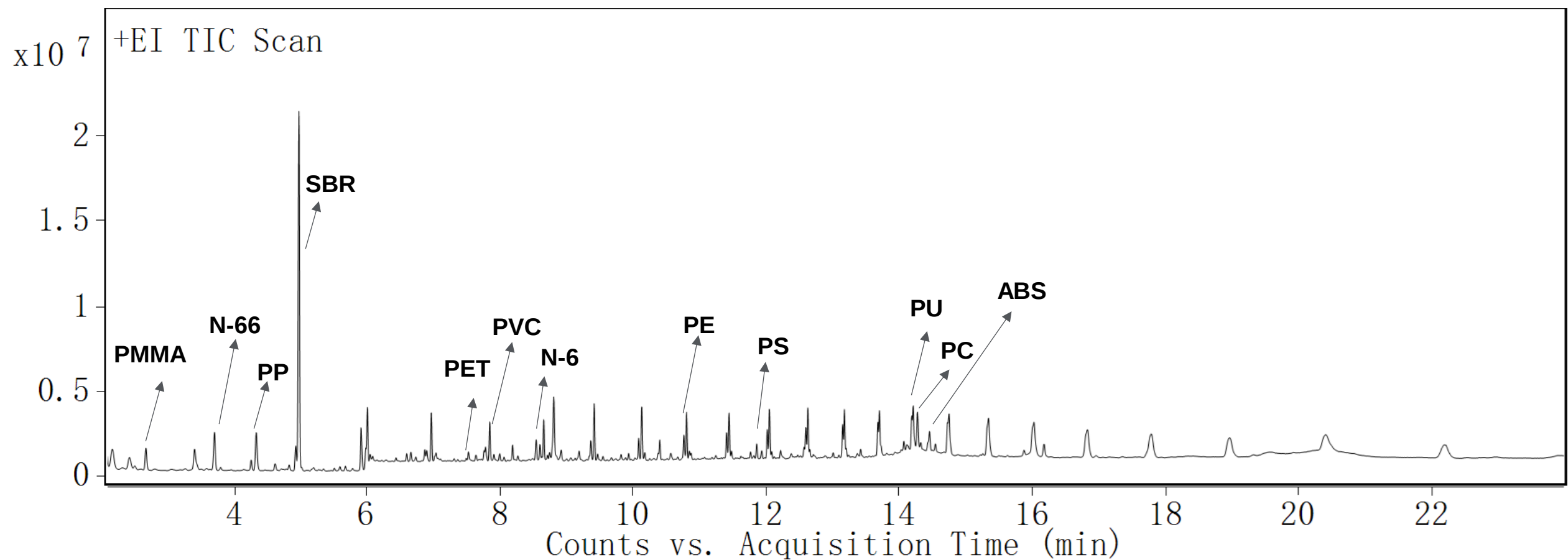
Frontier 12种微塑料混标&校准曲线的建立

Microplastics Calibration Standard MPs-CaCO ₃ -L		
Polymer / Diluent		Quantitative amount in MPs-CaCO ₃ powder 4 mg
Name	Abbr.	
Polyethylene	PE	11.07 µg
Polypropylene	PP	2.73 µg
Polystyrene	PS	0.58 µg
Acrylonitrile butadiene styrene copolymer	ABS	1.22 µg
Styrene-butadiene rubber	SBR	1.00 µg
Polymethyl methacrylate	PMMA	0.28 µg
Polycarbonate	PC	0.99 µg
Polyvinylchloride	PVC	0.91 µg
Polyurethane	PU	1.94 µg
Polyethylene terephthalate	PET	0.79 µg
Nylon-6	N-6	0.44 µg
Nylon-6,6	N-66	1.51 µg
Calcium carbonate	CaCO ₃	-



- 固体混标粉末直接称量至样品杯中
- 建议至少三份（质量：0.5~2~4 mg）

12种微塑料聚合物Py-GC/MS典型谱图



与重点用户合作带动未来更多机会



陈启晴

职称: 研究员
Email: chenqinqing@sklec.ecnu.edu.cn
联系地址: 上海市东川路500号, 华东师范大学河口海岸学国家重点实验室 (200241)
教育经历: 2015 同济大学环境科学与工程学院 环境科学 工学博士
工作经历: 2015.9-2017.9 德国亚琛工业大学环境研究所 Postdoc fellowship
2016.8-2020.7 荷兰海洋治理基金会 Senior researcher
2017.10-2018.10 华东师范大学河口海岸科学研究院 学科博士后
2018.11-至今 华东师范大学河口海岸科学研究院 紫江青年研究员
2022.2-2023.2 加拿大麦吉尔大学 访问学者



个人简介:
主要从事微塑料及其复合污染物的环境行为、生态效应等方向的研究。
具体的研究内容主要包括:
(1) 海洋环境中的微塑料污染特征研究: 致力于微塑料在海洋环境中的分离、鉴定的
(2) 微塑料上共存污染物的释放和归趋研究: 探索共存污染物在微塑料上的吸附、
态系统的影响, 并建立微塑料自身及复合暴露的生态风险阈值。

- 海水中微塑料颗粒定量分析
- 已完成两次实际样品测试



高博, 中国水利水电科学研究院正高级工程师, 博士生导师, 水环境监测与标准化研究室主任, 流域水循环模拟与调控国家重点实验室固定成员。长期从事湖库关键元素环境地球化学过程及生态效应、新污染物检测新技术研发及标准化等领域科研工作。中国质检协会水环境工程技术与装备专委会副秘书长及微塑料检测与治理专家工作组组长、国际水文科学协会中国委员会水质专委会委员、中国土壤学会环境微塑料工作组委员、中国环境科学学会沉积物环境专业委员会委员、全国塑料标准化技术委员会微塑料标准化工作组委员、中国材料测试团体标准委员会微塑料及其环保试验技术委员会委员、国家自然科学基金函评专家等。



- 合作开发微塑料气质分析团体标准 (期望FY25 三月左右发布)



- 合作开发CTC PAL-Py-GC/QTOF海水中微塑料自动化分析流程
- 参与开发: 王雯雯

中国环境科学研究院

关于召开水中微塑料测试方法技术交流通知

各参与单位：

由中国环境科学研究院等单位联合研制的水中微塑料的监测分析方法已取得关键技术突破，为加快推进标准预研究，推进水中微塑料分析标准工作。于2024年5月13-16日组织召开水中微塑料测试方法技术交流。现将会议有关事项通知如下：

一、议程安排

报到时间：2024年5月12日

会议时间：2024年5月13日-16日

（上午9:00-12:00会议交流，下午13:30-17:30实验操作培训，食宿自理）

二、会议地点

中国环境科学研究院中韩实验室附楼214实验室

三、联系人

联系人：武志鑫 联系电话：17865305595

中国环境科学研究院

2024年4月28日

- 1 -

工作单位

生态环境部环境发展中心环境标准样品研究所

国家环境分析测试中心

国家环境分析测试中心

湖北省生态环境监测中心站

山东省济南生态环境监测中心

山东省济南生态环境监测中心

江苏省南京环境监测中心

中科院生态环境研究中心

中国农业科学院农业环境与可持续发展研究所

中国农业科学院农业环境与可持续发展研究所

北京市科学技术研究院资源环境研究所

上海实朴检测技术服务有限公司

北京理化测试中心

北京市生态环境监测中心

江苏省环境监测中心

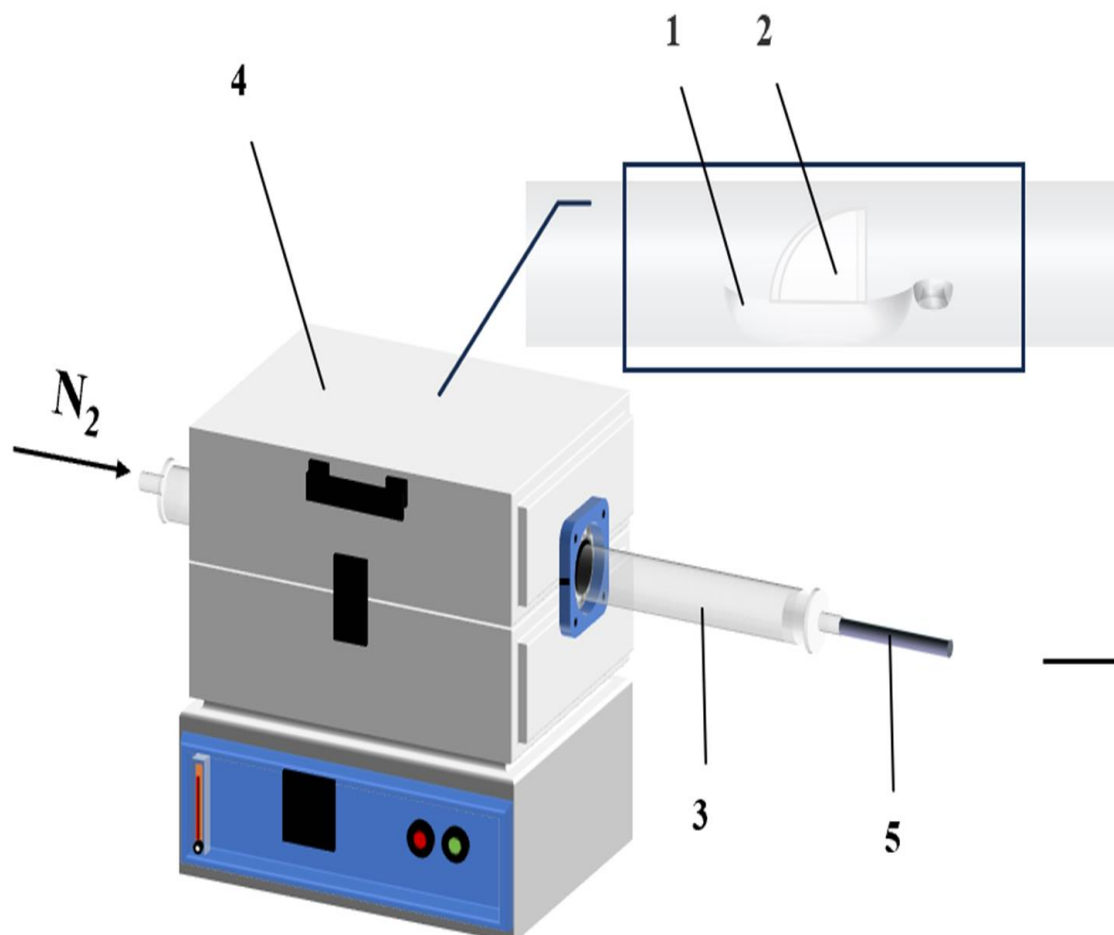
天津市生态环境监测中心

水中微塑料方法验证

序号	验证单位名称
1	北京市生态环境监测中心
2	江苏省环境监测中心
3	天津市生态环境监测中心
4	湖北省生态环境监测中心站
5	山东省济南生态环境监测中心
6	上海实朴测试公司
7	江苏省南京环境监测中心
8	北京市科学技术研究院分析测试研究所（北京市理化分析测试中心）
9	河北省环境生态检测中心

微塑料仪器方法的建立

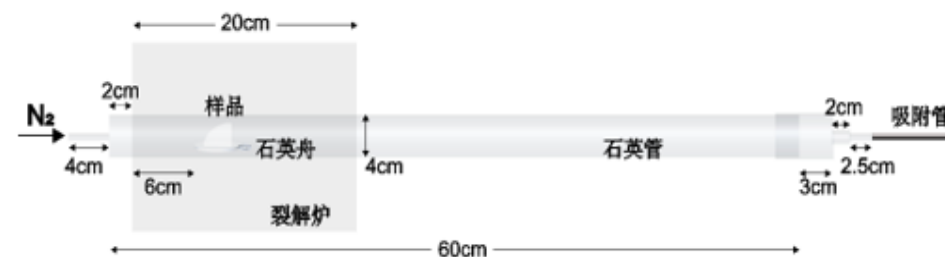
管式炉裂解-吸附管采集



1. 石英舟
2. 含有样品的滤膜
3. 石英管
4. 炉体加热区域
5. 吸附管



→ TD-GC/MS



瓶装饮用水中微塑料的含量研究

Study on the occurrence of microplastics in bottled drink

塑料因其具有低成本、易于加工和高耐用性等优良性能,而被广泛使用。自20世纪50年代以来,塑料的生产和使用一直在迅速增长,全球塑料产量在2022年达到4亿吨。全球生产的塑料中大量在2022年达到4亿吨。全球生产的塑料中大约90%属于以下5类之一:PP、PE、PS、PVC和PET。^[1]目前,在河流、湖泊、水库、海洋和土壤中广泛存在。2004年,微塑料被提出,^[2]直径小

MARKES
international

武志鑫、刘琳、余若禎、杨颖、邓子懿、杨刚、

《环境科学》
2024 年 7 月

Mass-based fates of microplastics throughout wastewater treatment processes

³ Institute of Environmental Reference Materials, Beauding 071002, China

ABSTRACT

1. Introduction

animals [13] and birds [14] distribution. Humans have [15], as evidenced by the instances, including the lung [22,23], sputum [24], blood. Consequently, increasing [25] with microplastic address these microplastic [26] mously approved to end [27] reduction of global [28] One core issue to address [29]

1. INTRODUCTION

A handful of studies have documented the presence of microplastics in human stool.^{20,21} However, the absence of harmonized methodologies for detecting microplastics hinders the ability to draw consistent conclusions about the occurrence of microplastics in human excretion. Accordingly, substantial uncertainties exist in assessing excretion-based exposure to microplastics and their potential adverse health effects. Those uncertainties can be attributed to the limitations in acquiring information about small-sized plastic particles owing to the detection approaches available.²² It is noteworthy that plastic particles are generally size-dependent,²³ with smaller particles posing more significant harm.²⁴ A previous study indicated that the smallest fractions ($\leq 20 \mu\text{m}$) could

ACS Publications

© 2024 American Chemical Society

11901

<https://doi.org/10.1021/acs.est.3c1105>
Environ. Sci. Technol. 2024, 58, 11901–11917



微塑料检测不同方法的对比

	Raman microscopy	FT-IR microscopy	TED-GC-MS /Py-GC-MS	LC-MS/GCMS
检测效率	Days	Days (8700: hour)	Hour	Hour
微塑料定性测试范围	范围广	范围广	范围广	Only 脂类聚合物,如 PET, PC, 尼龙
分辨率	3~5um	10~20 um	-	-
浓度(丰度)结果:	number/L	number/L	ug/L	ug/L
颗粒计数/粒径分布	Y(需要借助第三方软件)	Y(需要借助第三方软件) 8700: 全自动得到结果	N	N
Nano-plastic testing	N	N	Y	Y
添加剂检测	N	N	Y	Y



Py-GCMS分析微塑料

应用简报

环境



AN: 5994-2199ZHCN

使用热裂解和 GC/MSD 定量分析环境样品中的微塑料

作者:

George Dierkes,
Susanne Becher,
Heike Schumacher,
Corinna Földi
德国联邦水文研究所,
德国科布伦茨
Tim Lauschke,
Thomas Ternes
德国科布伦茨-兰道大学,
综合自然科学研究所
Joerg Reiner
安捷伦科技有限公司

摘要:

环境样品中微塑料的定量分析正受到越来越多的关注。本应用简报介绍了一种利用加压液体萃取 (PLE) 配合热裂解气相色谱-质谱 (py-GCMS) 的稳定分析方法, 可通过 Agilent 5977B GC/MSD、Agilent 7890B GC 和 Agilent MassHunter 工作站软件对环境基质中的低浓度聚乙烯 (PE)、聚丙烯 (PP) 和聚苯乙烯 (PS) 等微塑料进行定量分析。对实际环境样品的线性、定量限 (LOQs) 和重现性进行了评估。GC/MSD 解决了过往方法检测限较高的问题, 对 PE、PP 和 PS 微塑料的定量可低至 0.005 mg/g。在分析 0.005–1 mg/g 的校准样品时获得了出色的线性 ($R^2 > 0.97$)。加标样品和环境样品的相对标准偏差 (RSDs) 均低于10%, 证明了系统出色的重现性和可靠性。

TGA-TED-GCMS分析微塑料

应用简报

环境



AN: 5994-2551EN

热萃取解吸-气相色谱/质谱 (TED-GC/MS) 快速测定环境样品中的微塑料

作者:

Ulrike Braun,
Paul Eisentraut, Korinna
Altmann, Maria Kittner, and
Erik Dümichen
*Bundesanstalt für
Materialforschung und -
prüfung (BAM),
Berlin, Germany*

Kurt Thaxton and Eike
Kleine-Benne
GERSTEL Inc.

Tarun Anumol
Agilent Technologies, Inc.

摘要:

人们对量化环境样本中的微塑料越来越感兴趣。本应用简报介绍了一种热萃取解吸-气相色谱/质谱 (TED-GC/MS) 方法，该方法非常适合自动化和提高样品通量。只要达到检测限 (LOD)，该方法能够检测样品中的所有粒径的微塑料，并可以分析大质量的样品。

本方法通过热重分析 (TGA) 对样品进行分解，将气态分解产物捕获在固相吸附剂上，然后通过热解吸使用 Agilent 5977B GC/MSD 对微塑料进行分析。

在包括地表水、成品堆肥、屋尘和饮用水在内的环境样品中确定了目标微塑料颗粒 (MP) 聚合物。环境样品中 MP 聚合物定量分析的 LOD 可达到 0.06 至 2.2 μg ，检测样品重量最高可达 1 g，因此可对样品中的痕量 MP 进行检测。方法重复性好，RSD 约为 6% 至 12%。

TD-GCMS直接热解吸分析瓶装水中微塑料

Quantitative analysis of microplastics in bottled drinks

作者:

Helen Martin¹, Laura Miles¹, Antonio Rosado² and Nuria Font²
¹Markes International Ltd, Gwaun Elai Medi-Science Campus, Llantrisant, RCT, UK.
²Eurofins IPRoma, Av. De Los Pirineos, nº 9 - Nave17, 28703 - S.S. de los Reyes, Madrid, Spain.

- 样品通过 0.2 µm 石英纤维滤膜过滤，试剂清洗滤膜以完全去除所有有机物，只留下微塑料。
- 将滤膜在烘箱中干燥 30 分钟
- 整个滤膜（或其中的一部分）折叠并放置在一个空的 TD 管内
- TD管上机TD100-xr™-GC/MS 进行分析

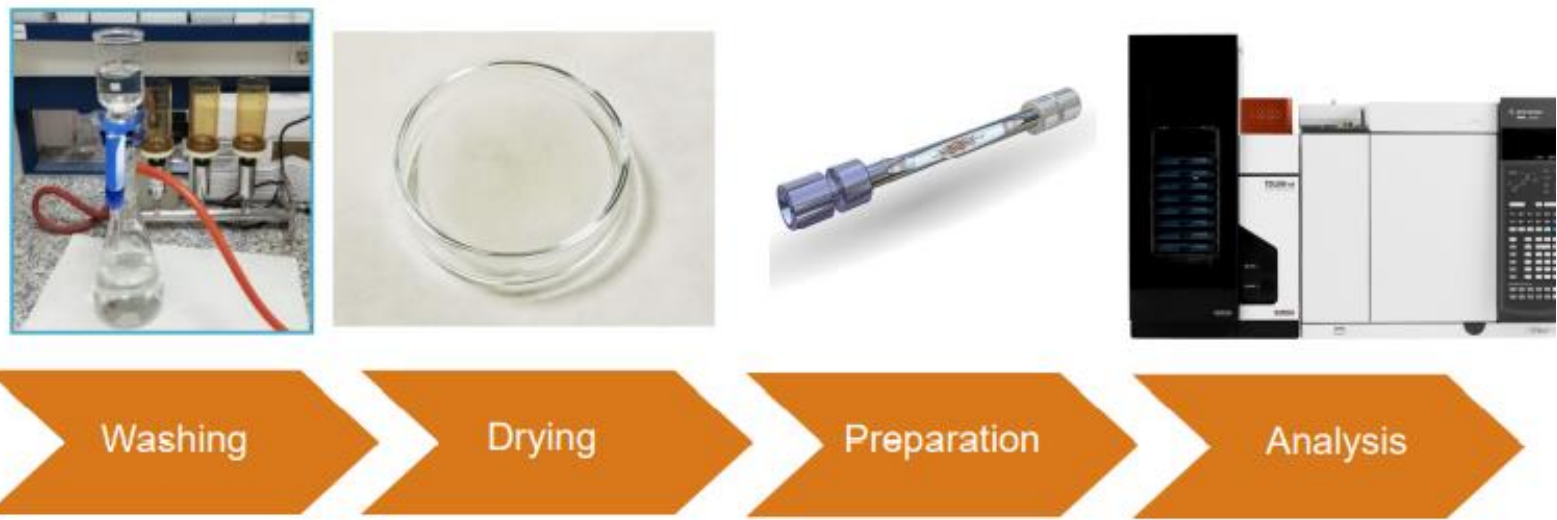


Figure 1: Sample preparation and analysis stages for the bottled beverage study.

借助 TD-GC-MS 多功能系统解决微塑料分析的多重挑战 – 盐样品评估

综述

使用直接热脱附 – 气相色谱 – 质谱法 (TD-GC-MS) 分析聚合物标准品中的挥发性有机化合物 (VOC)，识别用于微塑料分析的标记化合物。标记化合物可量化盐样品中的多种微塑料。使用 TD100-xr™ 热脱附仪（能够提高大体积样品通量）可自动将样品引入到 GC-MS 中。

直接热脱附技术简介

在本研究中，将样品提取到过滤器中或称取样品，将其放入空置样品管中，然后对装填样品的样品管进行两阶段热解吸和浓缩（图 1）。第一阶段，对样品加热以分解微塑料，从而释放出特异性标记化合物，并针对每种微塑料生成其独特的“指纹”谱图。（请注意，大多数常见聚合物一般从 300 °C 开始降解。）¹ 另外，也可以在较低脱附温度下选择性地解吸和表征吸附在微塑料残留物表面的 VOC 污染物。无论是哪种情况，样品脱附过程中释放的挥发性和半挥发性有机化合物都会被载气（惰性气体）从样品管中吹扫出来并聚焦在装有吸附剂的电子制冷的冷阱中。样品脱附完成（通常为 10-15 分钟）后，以高达 100 °C / 秒的速率对聚焦冷阱快速加热，通过载气反吹将化合物以聚集蒸汽流的方式注入 GC 毛细管色谱柱中。GC 进样时，冷阱中的载气反吹至关重要，因为这样可以在冷阱内装填两种以上不同吸附能力的吸附剂，从而扩大分析物的挥发范围。另外，冷阱的热质和加热速率也很重要，这关乎能否将被吸附的化合物快速输送到气相色谱柱头，从而优化灵敏度和色谱分离度。

引言

在过去的 100 年里，塑料改变了我们的生活方式，但近年来，人们开始意识到塑料给我们的生活带来便利的同时，也造成了环境的污染，也会对人类健康造成长期的影响。塑料作为一种聚合物在自然界中完全降解需要很长时间，在自然条件下，随着时间的推移，大块的塑料会降解成微小颗粒，当塑料碎片的粒径为 1 µm 至 5 mm 时，通常被称为微塑料，由于其粒径很小，可以通过的食物和饮用水，甚至呼吸的空气进入人体。因此，目前科学家们正专注于微塑料的研究。

可根据样品中分析物的浓度，选择样品管解吸时分流 / 不分流或聚焦冷阱解吸时分流 / 不分流，从而将部分或全部分析物注入气相色谱柱。如需很大的总分流比进样，例如：在样品管解吸时分流比设置为 100:1（设置冷阱的最小流速为 2 mL/min），并且在冷阱脱附过程中分流比也设置为 100:1，按照以上的方式进行设置，这样可以称取较大重量的样品，保证微塑料样品更具代表性，并且不会使分析系统过载。在给定的示例中，总分流比是 10,000:1。

请注意，Markes 所有的热脱附系统（手动和自动）均能进行定量再收集，冷阱入口和出口分流可通过重复分析进行验证。另外，可以参照标准方法的建议，通过再收集功能来简化方法验证过程。更多关于该功能的信息，请参阅应用案例 024² 和 006³。

不同方案优缺点比较

	TD-GCMS	PY-GCMS	TGA-TED-GCMS
优势	markes官方合作 配置简单 仪器系统污染较小	最高可达1000℃以上 可双击式，测挥发曲线和裂解产物 48位自动进样 可选配聚合物谱库	结合热重，可测挥发物总质量信息
劣势	受温度限制，TD最高温度为425℃	样品杯较小，容纳样品量有限	配置稍微复杂，成本高
现有用户	较多见于空气质量检测客户	聚合物分析的主流手段，血液中微塑料	自然资源部第三海洋研究所

Agilent 高端气质在环境系统占绝对市场份额

- 中国环境监测总站 (7200、7000若干)
- 国家环境分析测试中心 (7250+7000D+7010)
- 国家海洋环境监测中心 (7250+7000D+7010)
- 生态环境部南京环境科学研究所 (7250*1+7000*2)
- 生态环境部华南环境科学研究所 (7250+7000E)
- 江苏省生态环境监测中心 (7250+7000E)
- 湖北省生态环境监测中心 (7250+7000D)
- 广东省生态环境监测中心 (7000B)
- 广东省环科院 (7250+7000C)
- 上海环科院 (7250+7200)
- 海南省生态环境监测中心 (7250+7000C+7010)
- 福建省生态环境监测中心 (7200+7000B)
- 广西生态环境监测中心 (7000C)
- 河北省环监站 (7250)
- 河南省环监站 (7250)
- 内蒙古自治区环监站 (7250)
- 贵州省环监站 (7250)
- 甘肃省环监站 (7250)
- 北京市环监站 (7250)
- 厦门环监站 (7250)
- 无锡市环监站 (7250)



生态环境部华南环境科学研究所
South China Institute of Environmental Science.MEE

华南环科所申报中国环境科学学会团体标准：

- 《水质 新污染物筛查监测技术导则》
- 《水质 新污染物 液相色谱-高分辨质谱筛查监测技术规范》
- 《水质 新污染物 气相色谱-高分辨质谱筛查监测技术规范》

已完成团标申报材料报送



中国环境科学学会标准制修订立项申请书				ICS 13.020.10 CCS Z 04				ICS 13.020.10 CCS Z 04				ICS 13.020.10 CCS Z 04			
拟申报立项标准名称 (中英文)				水质 新污染物筛查监测技术导则 Water quality-Technical guidelines for screening monitoring of new pollutants				团 体 标 准 T/CSES XXXX—XXXX				团 体 标 准 T/CSES XXXX—XXXX			
标准类型				□标准体系 □团体标准 □环境产品类 □工程技术类 □工程规范类 □环境管理类 □监测评价类 □教育培训类 □职业标准类 □其他											
国际标准分类号 (ISO)				13.020.01											
中国标准分类号 (GB)				Z10、Z16				水质 新污染物筛查监测 技术规范				水质 新污染物 液相色谱-高分辨质谱 筛查监测技术规范			
编制类型				□制订 □修订 □重新制订				□制订 □修订 □重新制订				□制订 □修订 □重新制订			
适用范围标准				□国家标准 □行业标准 □地方标准 □团体标准				□国家标准 □行业标准 □地方标准 □团体标准				□国家标准 □行业标准 □地方标准 □团体标准			
是否国家标准草案				□是 □否				□是 □否				□是 □否			
是否发明专利				□是 □否				□是 □否				□是 □否			
				《征求意见稿》 2023.3.20				《征求意见稿》 2023.5.10				《征求意见稿》 2022.11.08			
				在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利及支持性文件一并附上。				在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利及支持性文件一并附上。				在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利及支持性文件一并附上。			

方案推荐-简要

仪器种类	建议可选配置	主要功能	产品特点
单四极杆质谱联用仪 GCMS 1-2套	1、吹扫捕集进样器 2、顶空自动进样器 3、NIST谱库及方法包 5、智清洁组件 6、CI源	1、VOCs 2、微塑料 3、短链氯化石蜡总量	1、全球市场占有率第一、装机量第一的气相色谱质谱联用仪产品 2、可满足常规检测标准要求，同时满足挥发性化合物的快速检测 3、NIST谱库包含超过34万中已知化合物，可实现定性定量 4、方法包及交付服务 5、专利智清洁功能，保证仪器长期稳定使用，减少维护频率 6、高灵敏度质谱系统，具备多项专利技术，在保证灵敏度的同时实现抗污染。 7、最新智能型气相色谱仪，操作维护更简便
三重四极杆气相色谱质谱联用仪	1、三合一自动进样器（包含液体进样、顶空、固相微萃取、微固相萃取等功能，可实现部分前处理及自动配标液） 2、MRM数据库及方法包 3、智清洁组件 4、CI源	1、SVOC大方法 2、臭味物质 3、得克隆、二噁英等特殊物质检测	1、市场占有率远远超过竞争品牌，受到广大客户好评 2、所有官方参数可做验收指标，性能优于竞争品牌 3、专利智清洁功能，保证仪器长期稳定使用，减少维护频率 4、高灵敏度质谱系统，具备多项专利技术，在保证灵敏度的同时实现抗污染。 5、最新智能型气相色谱仪，操作维护更简便 6、大方法，提高通量
气相色谱-四极杆飞行时间串联高分辨质谱	1、三合一自动进样器（包含液体进样、顶空、固相微萃取、微固相萃取等功能，可实现部分前处理及自动配标液） 2、低能量EI源 3、未知物解析软件 4、MPP数据处理软件	1、样品中未知成分准确筛查 2、未知物结构鉴定 3、通过数据处理，获得相关线索	1、气质产品中独有的四极杆-飞行时间串联质谱 2、在高校、科研、检测领域有着独到的应用 3、低能量EI源有助于未知物结构解析，对未知污染物鉴定有帮助 4、可实现数据与NIST等谱库检索，实现筛查目的 5、可通过大量数据积累，找出规律，实现独辟蹊径的线索收集

Agilent 7250 GC/Q-TOF

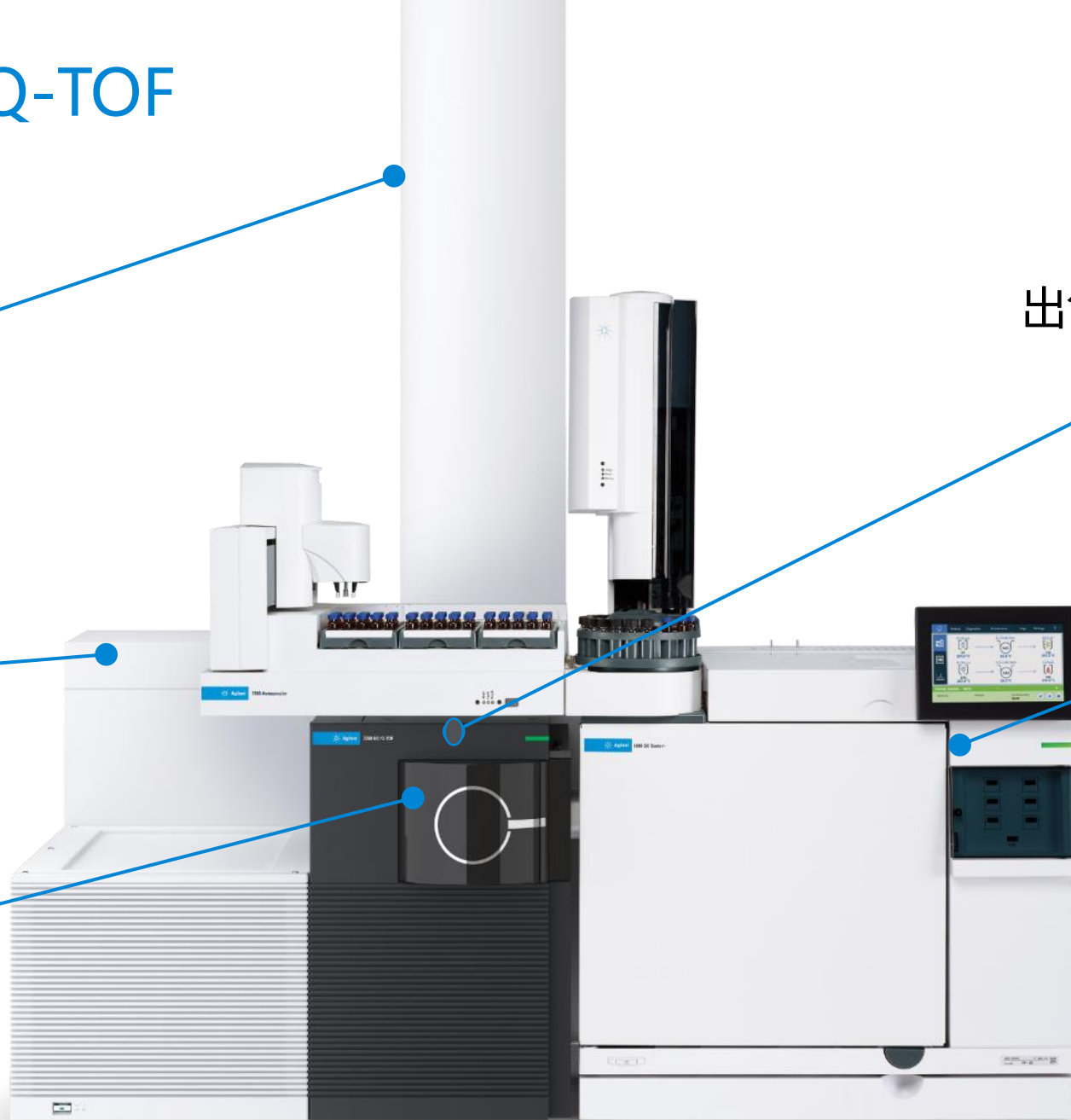
高分辨及准确质量

出色的谱图重现性

8890 GC
智能、灵活拓展

宽广的谱图内动态范围

高灵敏的软电离EI源



高分辨质谱定性确认等级

可信度等级

- 1: 标准品
- 2: 谱库匹配
- 3: 结构解析
- 4: 同位素分布
- 5: 准确质量

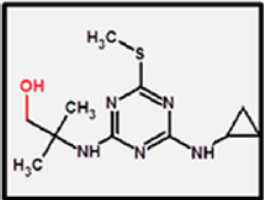
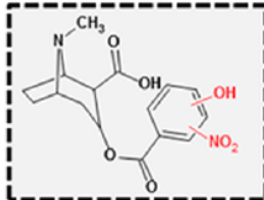
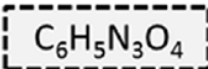
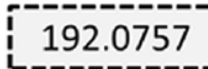
Example	Identification confidence	Minimum data requirements
	Level 1: Confirmed structure by reference standard	MS, MS ² , RT, Reference Std.
	Level 2: Probable structure a) by library spectrum match b) by diagnostic evidence	MS, MS ² , Library MS ² MS, MS ² , Exp. data
	Level 3: Tentative candidate(s) structure, substituent, class	MS, MS ² , Exp. data
	Level 4: Unequivocal molecular formula	MS isotope/adduct
	Level 5: Exact mass of interest	MS

Figure 1. Proposed identification confidence levels in high resolution mass spectrometric analysis. Note: MS² is intended to also represent any form of MS fragmentation (e.g., MS^e, MSⁿ).

ENVIRONMENTAL
Science & Technology

Identifying Small Molecules via High Resolution Mass Spectrometry: Communicating Confidence

Emma L. Schymanski,^{*,†} Junho Jeon,[†] Rebekka Gulde,^{†,‡} Kathrin Fenner,^{†,‡} Matthias Ruff,[†] Heinz P. Singer,[†] and Juliane Hollender^{*,†,‡}

[†]Eawag: Swiss Federal Institute of Aquatic Science and Technology, Überlandstrasse 133, 8600 Dübendorf, Switzerland

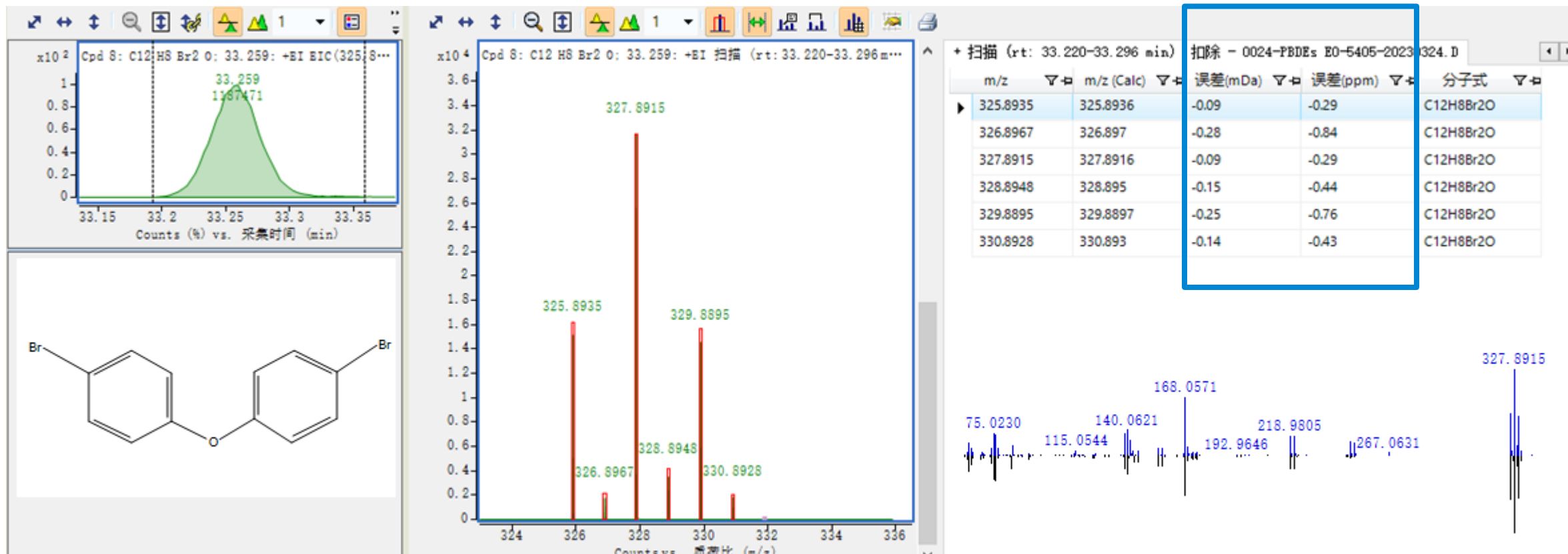
[‡]Institute of Biogeochemistry and Pollutant Dynamics, ETH Zurich, 8092, Zurich, Switzerland

Environ. Sci. Technol. 2014, 48 (4), 2097–8.

质量准确度及同位素

Level4

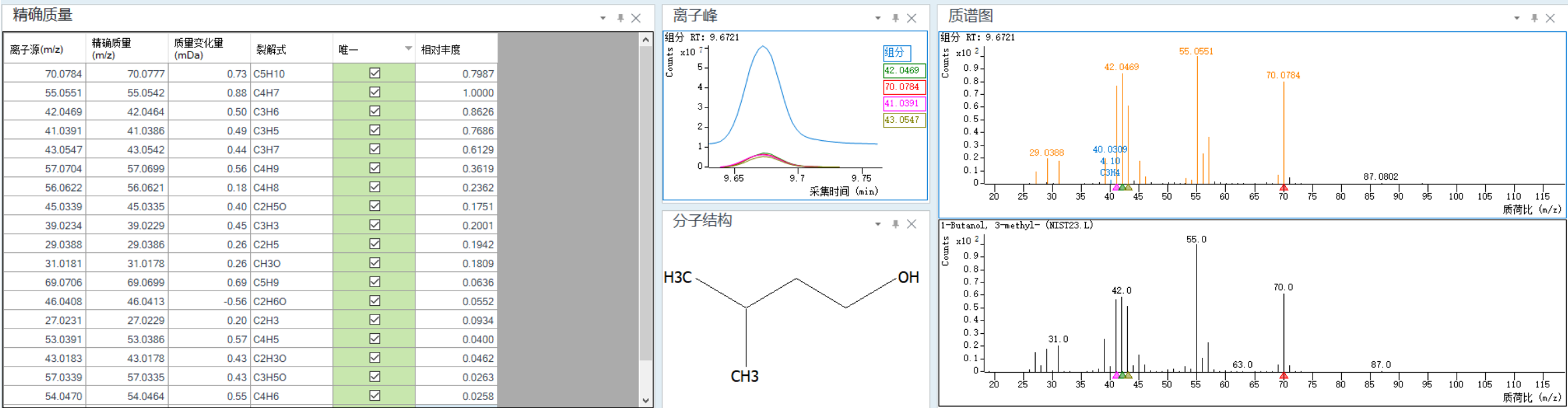
同位素分布预测与评价、质量准确度:

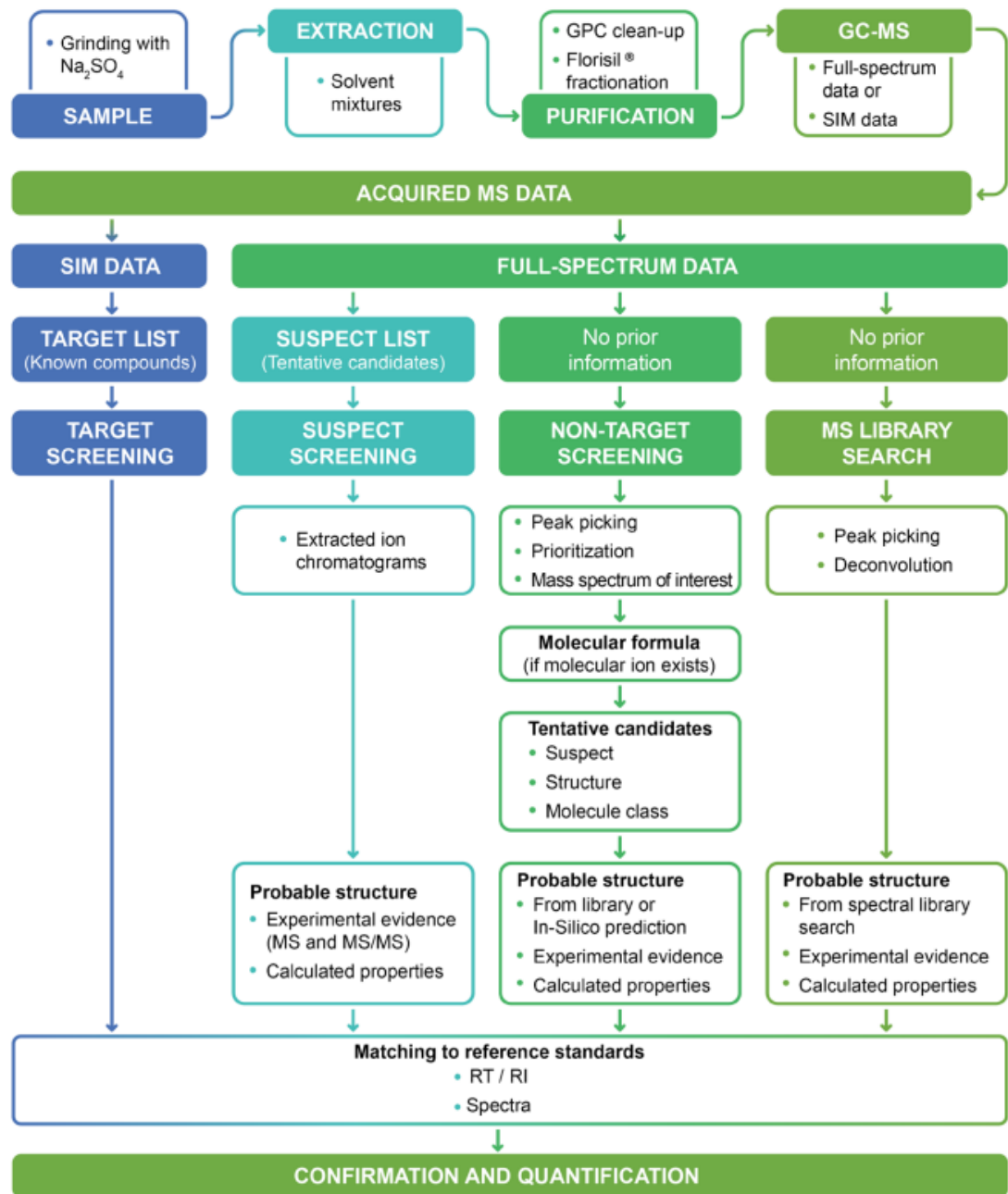


质量准确度及谱图一致性

Level2

碎片离子（低质量碎片）的质量准确度、谱图一致性：





靶向筛查: SIM/MRM
 可疑物筛查: 基于化合物清单和高分辨谱库
 未知物筛查: 峰选取算法、谱库检索
 未知物筛查: 峰选取、分子量/MS2结构解析

结合保留时间或保留指数的匹配

Spectrum Setup:

- ☒ Deconvoluted scan as Spectrum Extraction Override
- ☒ Spectrum Quantifier Qualifier Only

Mass Extraction Setup:

Left m/z: Right m/z: Unit:

Retention Time Setup:

Left delta: Right delta: Unit:

Outlier Setup:

RT Window Unit:

Min. S/N

Coelution Score Limit

Mass Accuracy Limit

Library Match Score Minimum

of Verified Ions Minimum Verified Ion Type:

Agilent GC/Q-TOF 环境新污染物PCDL数据库

- ✓ 共**600+**个新污染物，可自定义修改增减化合物；
- ✓ 为每一个化合物提供**准确质量**的全扫描质谱图；
- ✓ 提供化合物的保留时间**RT**和保留指数**RI**；
 - 150+个PFAS化合物基于DB-624 UI (30 m × 0.25 mm, 1.4 μm)；
 - 450+个化合物基于HP-5MS UI (30 m × 0.25 mm, 0.25 μm)；

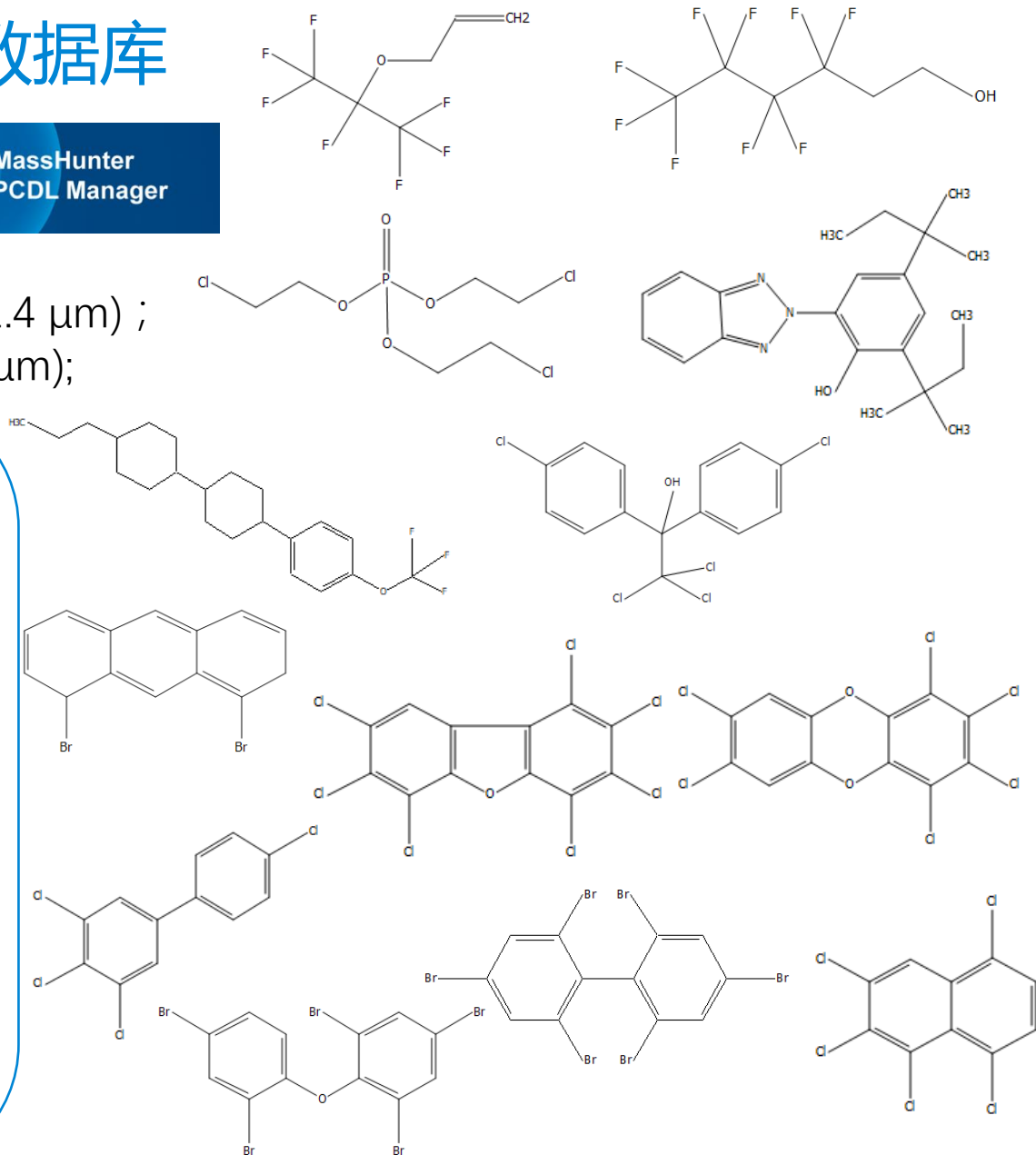


MassHunter
PCDL Manager

收录的主要化合物类型：

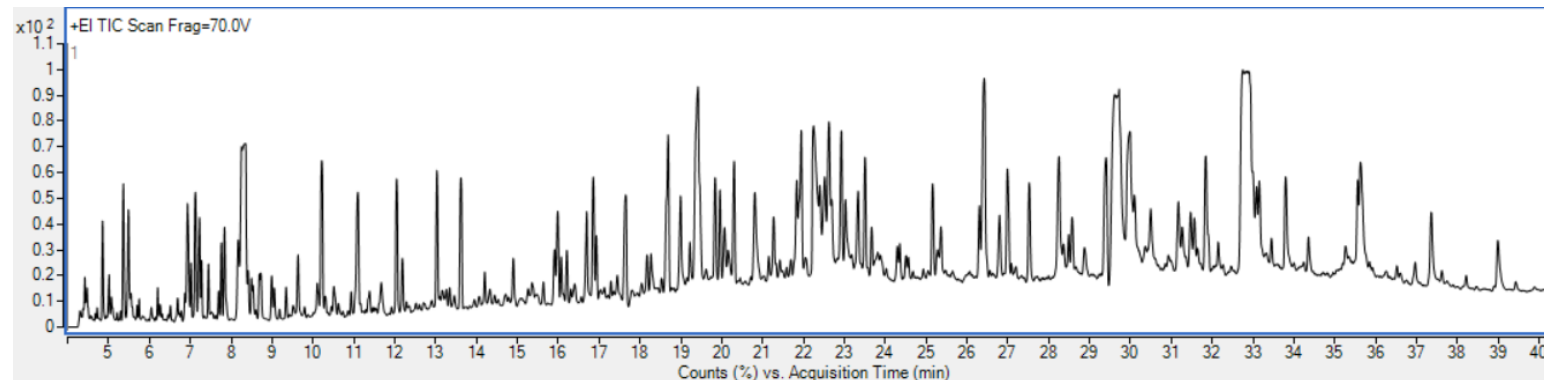
全氟/多氟烷基化合物 (PFAS)；
有机磷酸酯 (OPEs)；
紫外吸收剂 (UVs)；
液晶单体 (LCM)；
有机氯农药 (OCPs)；
卤代多环芳烃 (XPAHs)；
二噁英 (PCDD/Fs)；
多氯联苯 (PCBs)；
多溴联苯醚 (PBDEs)；
多溴联苯 (PBBs)；
多氯萘 (PCNs)；
HJ法规系列监测的常见污染物 (PAHs, 酚类、硝基苯类、氯苯类、亚硝胺类、邻苯二甲酸酯等)

全氟烷基碘化物 (PFAIs)；
氟调聚碘化物 (FTIs)；
氟调聚醇 (FTOHs)；
氟调聚烯烃 (FTOs)；
氟调聚丙烯酸酯 (FTACs)；
氟调聚甲基丙烯酸酯 (FTMACs)；
氟调聚羧酸 (FTCA)；
氟调聚不饱和羧酸 (FTUCA)；
全氟烷烃磺胺类(FASA)
与NIST 23谱库相比，有>50%的PFAS 仅存在于PFAS PCDL 中。

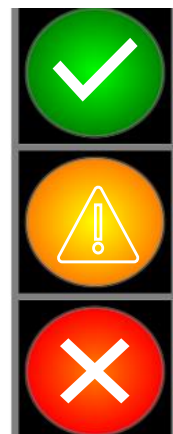
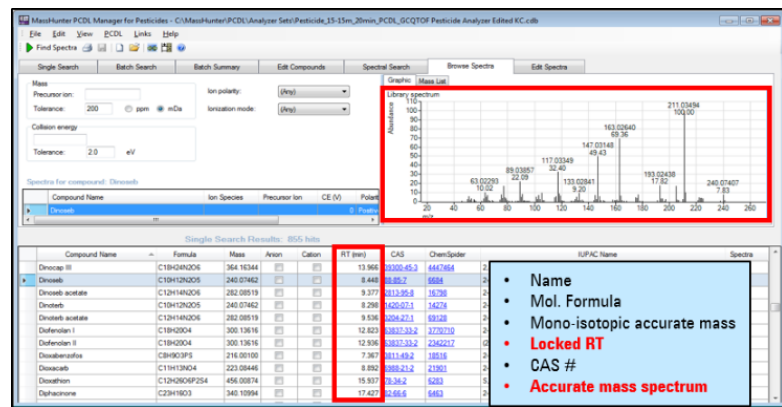


基于新污染物PCDL谱库的高灵敏、高可靠性的筛查流程

1.使用RTL方法进行TOF全扫描数据采集



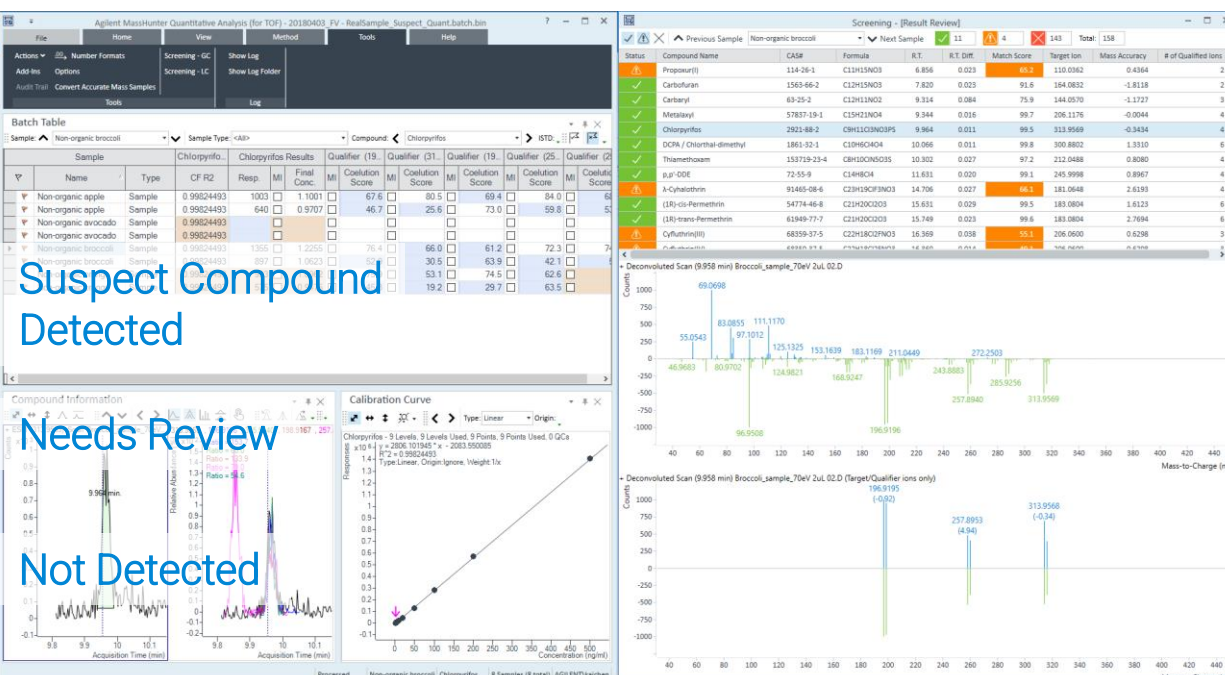
2.使用PCDL数据库中记录的化合物RT和准确质量信息对样品进行筛查（可自建专属性的PCDL谱库或对原有谱库进行扩展）



Suspect Compound Detected

Needs Review

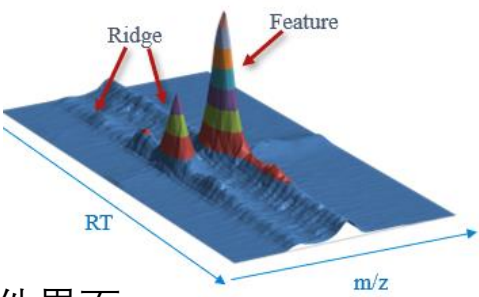
Not Detected



3.软件将自动从RT, EIC峰形相似度, 碎片离子精确质量数差异, 离子比例等多角度对化合物筛查结果进行得分判定

非靶向分析扩展筛查范围—— “未知物分析” 软件 + 新污染物PCDL库 + NIST谱库

“未知物分析”软件包含自动化的SureMass解卷积及多谱库同时检索功能，助力快速全面进行非靶向筛查



Component RT	Compound Name	CAS#	Match Factor	Component Area	Formula	Library RI	Component RI	Delta RI
15.3027	Atrazine	1912-24-9	95.6	221269.5	C8H14ClN5	1746	1758	-12
15.5461	TCEP / Tris(2-chloroethyl)phosphate	115-96-8	89.6	170405.9	C6H12Cl3O4P	1770	1770	0

“未知物分析”软件界面

Samples

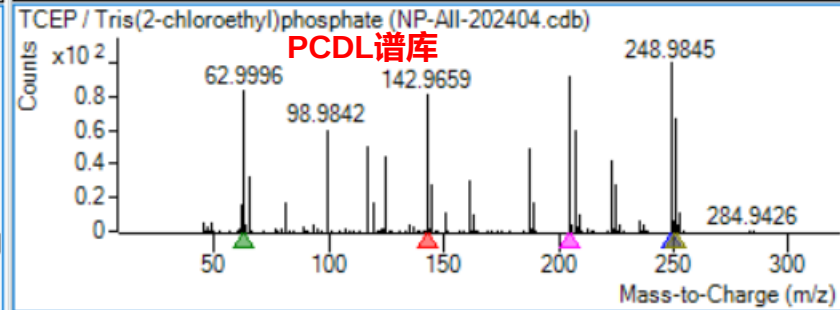
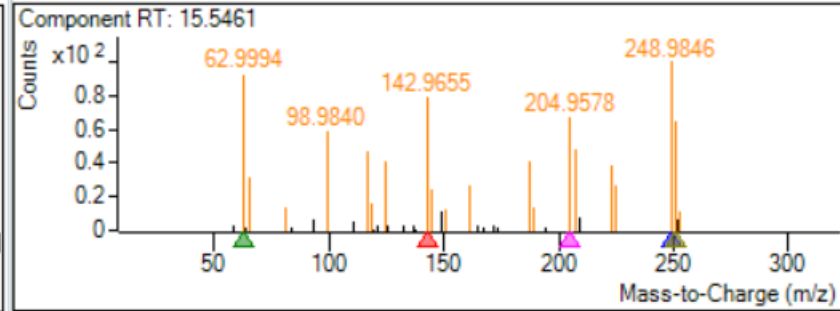
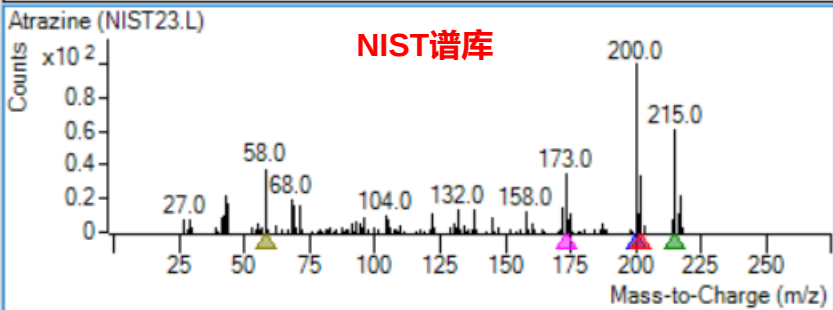
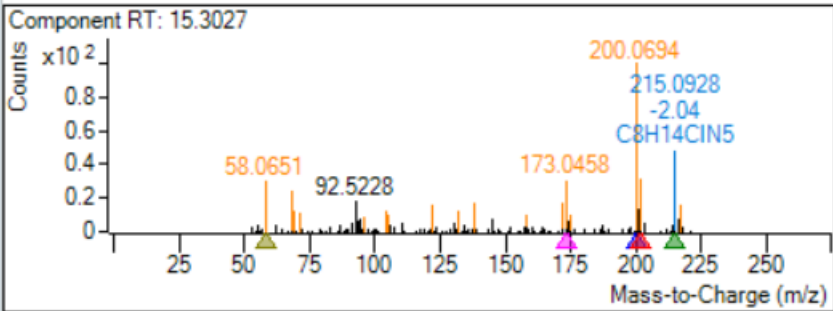
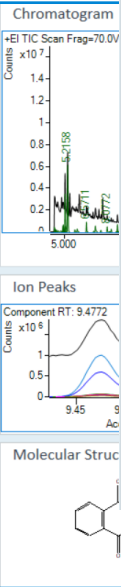
Sample Name	File Name	Components	Hits	Type	Blank Subtracted
GC-1	GC-1.D		3147	74 样品	0
GC-2	GC-2.D		3036	54 样品	0

Components

Component RT	Compound Name	CAS#	Match Factor	Component Area	Formula	Library RI	Component RI	Delta RI
8.0772	Propanoic acid, 2-methyl-, 3-...	77-68-2	89.9	1060550.5	C12H24O3	1374	1383	-9
8.3703	Tetradecane	629-59-4	87.6	517363.8	C14H30	1400	1401	-1
8.7422	Benzenamine, 2,4,6-trichloro-	634-93-5	76.0	89076.2	C6H4Cl3N	1398	1421	-23
8.8178	1,1,3,3-Tetrabromoacetone	22612-89-1	86.1	1727560.1	C3H2Br4O	1420	1425	-5
9.4772	Dimethyl phthalate	131-11-3	94.0	2465653.5	C10H10O4	1454	1461	-7
10.1331	Pentadecane	629-62-9	81.2	333255.3	C15H32	1500	1497	3
10.1826	Hexadecane	544-76-3	77.0	232867.5	C16H34	1600	1500	100
10.9914	Pentadecane	629-62-9	90.2	563242.6	C15H32	1500	1541	-41

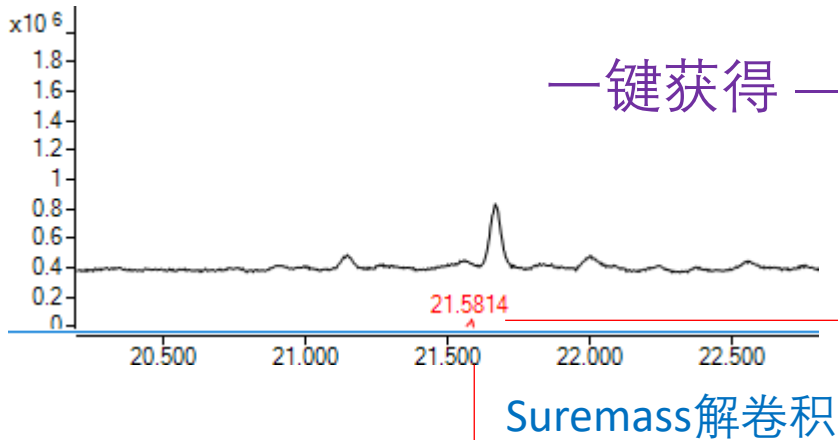
Exact Mass

Source Ion (m/z)	Exact Mass (m/z)	Mass Delta (ppm)	Fragment Formula	Unique	Abundance
163.0389	163.0390	-0.30	C9H7O3	✓	601117.3
77.0385	77.0386	-1.44	C6H5	✓	72318.4
133.0282	133.0284	-1.63	C8H5O2	✓	57392.2
76.0306	76.0308	-1.36	C6H4	✓	28597.2
92.0254	92.0257	-2.41	C6H4O	✓	27884.9
135.0438	135.0441	-1.63	C8H7O2	✓	26857.2

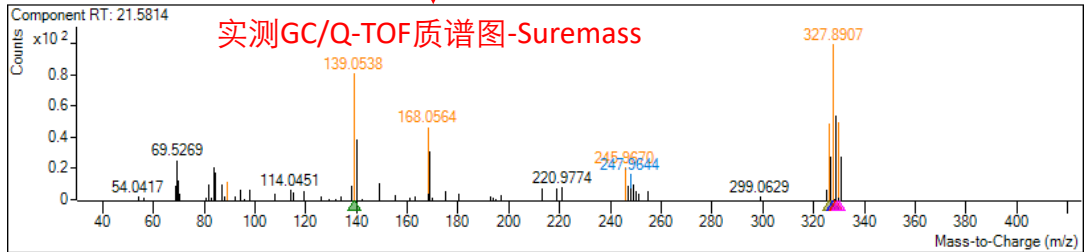


“未知物分析” 软件助力发现 “隐藏” 的痕量组分

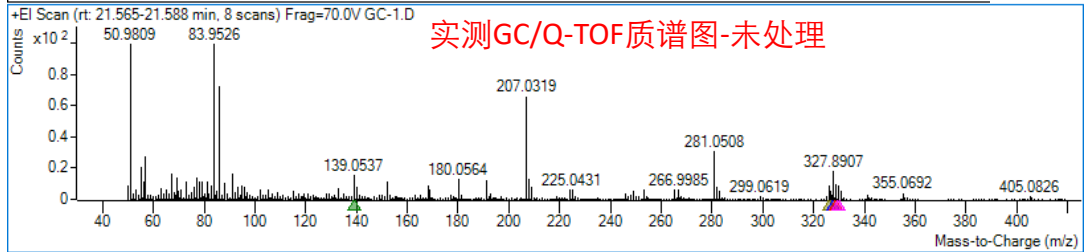
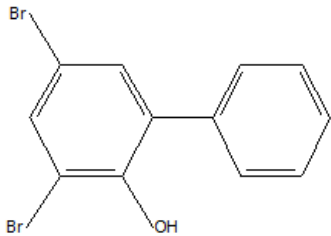
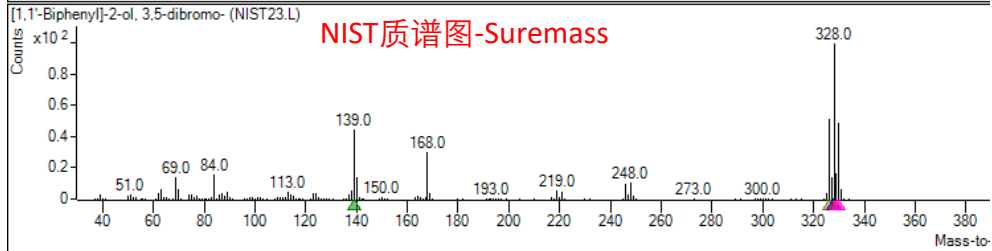
一键获得 —— “干净”的质谱图 + 准确可靠的定性结果



Component RT	Compound Name	CAS#	Match Factor	Component Area	Formula	Library RI	Component RI	Delta RI
21.5814	[1,1'-Biphenyl]-2-ol, 3,5-dibromo-	55815-20-8	86.8	38770.6	C12H8Br2O	2077	2085	-8



主要特征离子的质量信息提高定性结果的可靠性



实测质量数	理论质量数	Mass Delta (ppm)	Fragment Formula
327.8907	327.8916	-2.68	C12 H8 Br [81Br] O
139.0538	139.0542	-2.83	C11H7
329.8890	329.8895	-1.51	C12 H8 [81Br]2 O
325.8928	325.8936	-2.44	C12H8Br2O
168.0564	168.0570	-3.08	C12H8O
245.9670	245.9675	-2.13	C12H7BrO
326.8840	326.8838	0.65	C12 H7 Br [81Br] O
89.0385	89.0386	-0.68	C7H5

水质筛查实例

水质异味筛查中SPME-GC/Q-TOF精准定性、数据可回溯；
鉴定出极低嗅阈值化合物(检出浓度ng/L级)

Odor Events in Surface and Treated Water: The Case of 1,3-Dioxane Related Compounds

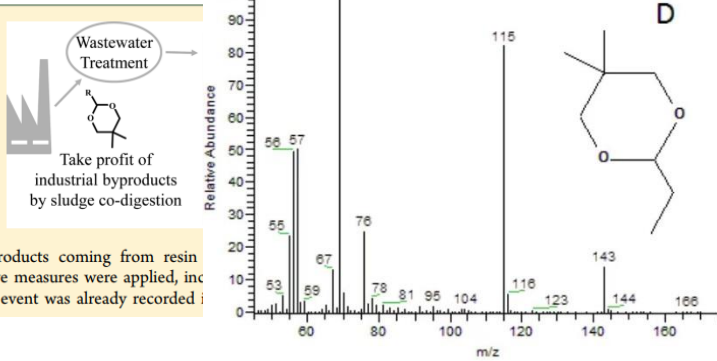
Jordi Quintana,[†] Lúdia Vegué,[†] Jordi Martín-Alonso,[†] Miquel Paraira,[†] M. Rosa Boleda,^{*,†} and Francesc Ventura[‡]

[†]Aigües de Barcelona, Empresa Metropolitana de Gestió del Cicle Integral de l'Aigua, S.A. General Batet, 1-7, 08028 Barcelona, Spain

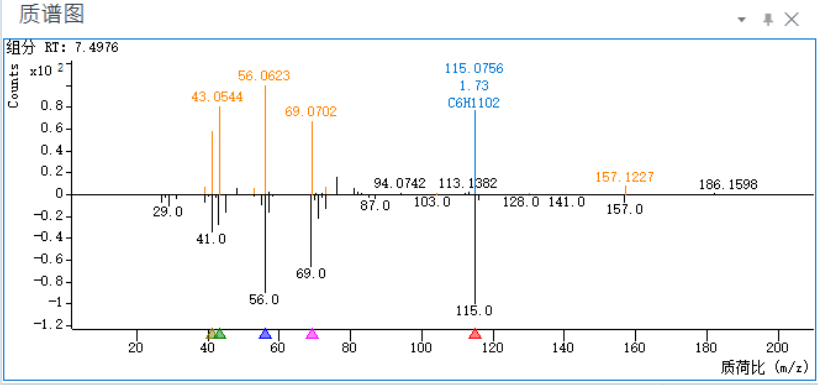
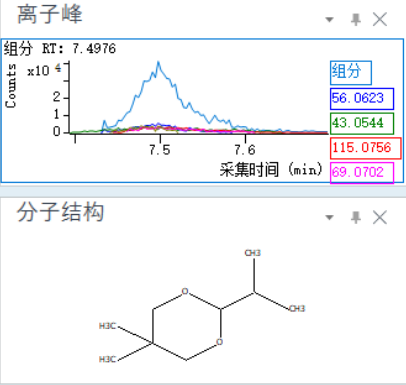
[‡]Institute of Environmental Assessment and Water Research—Spanish Council for Scientific Research (IDAEA-CSIC), Department of Environmental Chemistry, Jordi Girona 18, 08034 Barcelona, Spain

Supporting Information

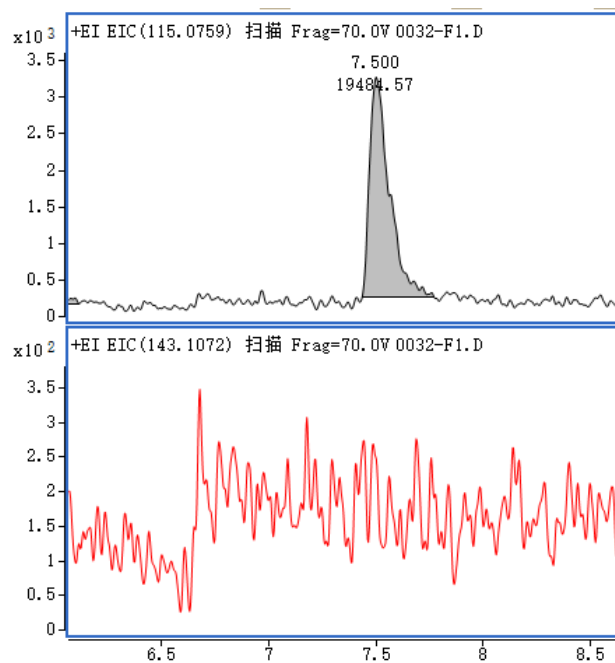
ABSTRACT: A study has been carried out to identify the origin of the odorous compounds at trace levels detected in surface waters and in Barcelona's tap water (NE Spain) which caused consumer complaints. The malodorous compounds were 2,5,5-trimethyl-1,3-dioxane (TMD) and 2-ethyl-5,5-dimethyl-1,3-dioxane (2EDD) which impart a distinctive sickening or olive-oil odor to drinking water at low ng/L levels. Flavor profile analysis (FPA) or threshold odor number (TON) were used for organoleptic purposes. Levels up to 749 ng/L for TMD and 658 ng/L for 2EDD were measured at the entrance of the drinking water treatment plant. Three wastewater treatment plants (WWTPs) using industrial byproducts coming from resin codigestion were found to be the origin of the event. Corrective measures were applied, including the use of industrial byproducts for codigestion in the WWTPs involved. A similar event was already recorded in



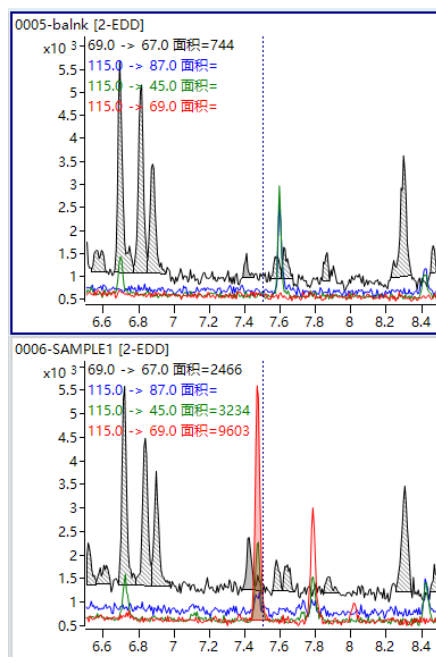
精确质量					
离子源(m/z)	精确质量(m/z)	质量变化量(mDa)	裂解式	唯一	丰度
56.0623	56.0621	0.25	C4H8	☑	5630.2
43.0544	43.0542	0.17	C3H7	☑	4536.7
115.0756	115.0754	0.20	C6H11O2	☑	4352.3
69.0702	69.0699	0.28	C5H9	☑	3799.3
41.0388	41.0386	0.26	C3H5	☑	3254.5
157.1227	157.1223	0.40	C9H17O2	☑	441.4
39.0231	39.0229	0.15	C3H3	☑	394.7
73.0651	73.0648	0.32	C4H9O	☑	381.1
53.0388	53.0386	0.18	C4H5	☑	341.9
104.0624	104.0621	0.34	C8H8	☑	106.4



GC/Q-TOF



GC/TQ



Thank You!

更多方式获取安捷伦最新资讯

关注售前官方微信号
安捷伦视界
最新方案助您一臂之力
丰富互动，精彩纷呈



访问**中国市场热点页面**
获取行业洞见, 聚焦中国方案
www.agilent.com/chem/china-topic



服务热线：
400 820 3278
800 820 3278