

环境行业应用文集



目录

水质 烷基汞的测定 气相色谱法.....	2
水质 硝基酚类化合物的测定 气相色谱-质谱法.....	5
水质 4种硝基酚类化合物的测定 液相色谱-三重四级杆质谱法.....	8
水质 磺酰脲类农药的测定 高效液相色谱法.....	11
水质 6种邻苯二甲酸酯类化合物的测定 液相色谱-三重四级杆质谱法.....	16
水质 17种苯胺类化合物的测定 液相色谱-三重四级杆质谱法.....	20
水质 萘酚的测定 高效液相色谱法.....	24
水质 9种烷基酚类化合物和双酚A的测定 高效液相色谱法.....	28
水质 5种抗生素的测定 高效液相色谱法.....	31
水质 24种抗生素的测定 高效液相色谱法.....	33
水质 抗生素残留的测定 液相色谱-质谱联用法.....	35
水质 氧化乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、辛硫磷残留量的测定 液相色谱-三重四级杆质谱法.....	42
环境空气 挥发性卤代烃的测定 气相色谱法.....	46
环境空气 工业清洗剂 HCFC-141b、CFC-113、TCA和CTC的测定 气相色谱-质谱法.....	49
环境空气 6种挥发性羧酸类化合物的测定 气相色谱-质谱法.....	52
环境空气 8种苯系物的测定 气相色谱法.....	55
环境空气 13种醛、酮类化合物的测定 高效液相色谱法.....	59
土壤和沉积物 石油烃(C10-C40)的测定 气相色谱法.....	62
土壤和沉积物 6种邻苯二甲酸酯类化合物的测定 气相色谱-质谱法.....	65
土壤和沉积物 18种多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法.....	68
土壤和沉积物 7种苯氧羧酸类农药的测定 高效液相色谱法.....	73
土壤和沉积物 13种苯胺类和2种联苯胺类化合物的测定 液相色谱-三重四级杆质谱法.....	78
岛津配套消耗品推荐.....	82

水质 烷基汞的测定 气相色谱法

SGLC-GC-053

摘要：本文建立了烷基汞（甲基汞、乙基汞）的GC测定方法。结果表明，参照国标GB/T 14204-93中色谱条件并进行优化，采用色谱柱ULBON HR-Thermon-HG分析烷基汞，峰形对称，理论塔板数高。此方法可为水质中烷基汞含量测定提供参考。

关键词：烷基汞 ULBON HR-Thermon-HG GC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu GC-2030 气相色谱仪；

色谱柱：ULBON HR-Thermon-HG（15 m×0.53mm；P/N：301-143；S/N：PEG6215）；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器（P/N：380-00341-05）；

GC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial（P/N：227-34002-01）；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10（P/N：380-00751-02）；

SHIMSEN Pipet PMII-100（P/N：380-00751-04）；

SHIMSEN Pipet PMII-1000（P/N：380-00751-06）。

1.2 混合标准溶液的制备

分别精确吸取浓度为1.0 mg/mL的氯化甲基汞、氯化乙基汞标准储备液各0.01 mL、0.1 mL于10 mL容量瓶中，用甲苯稀释并定容，配制成浓度分别为1.0 μg/mL、10.0 μg/mL的标准溶液；另取浓度为1.0 μg/mL的标准溶液1 mL于10 mL容量瓶中，用甲苯稀释并定容，配置成浓度为0.1 μg/mL的混合标准溶液。

1.3 分析条件

色谱柱：ULBON HR-Thermon-HG（15 m×0.53mm；P/N：301-143；S/N：PEG6215）

升温程序：150 °C恒温15 min

载气：N₂

进样口温度：150 °C

分流模式：分流（10：1）

控制模式：恒流模式

初始流速：10 mL/min

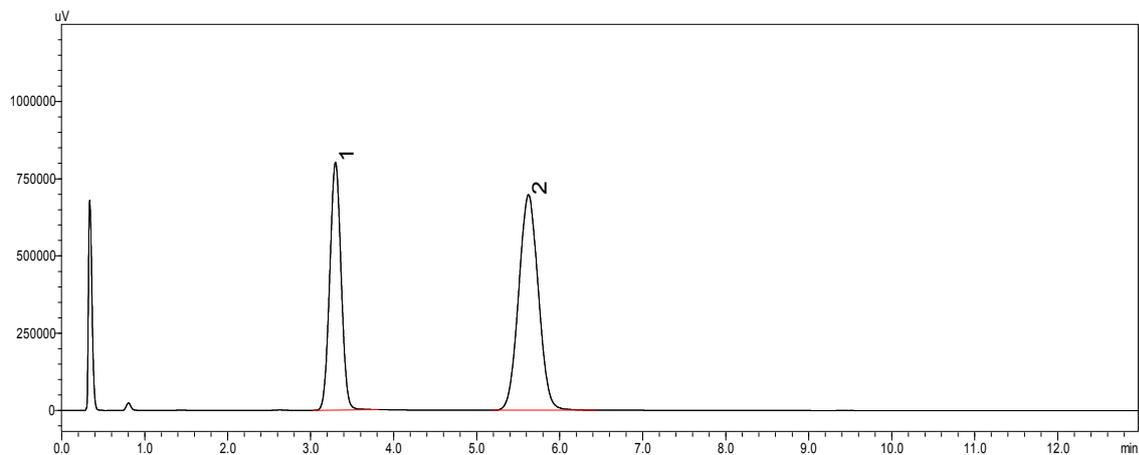
检测器：ECD，温度：160 °C

进样量: 1 μ L

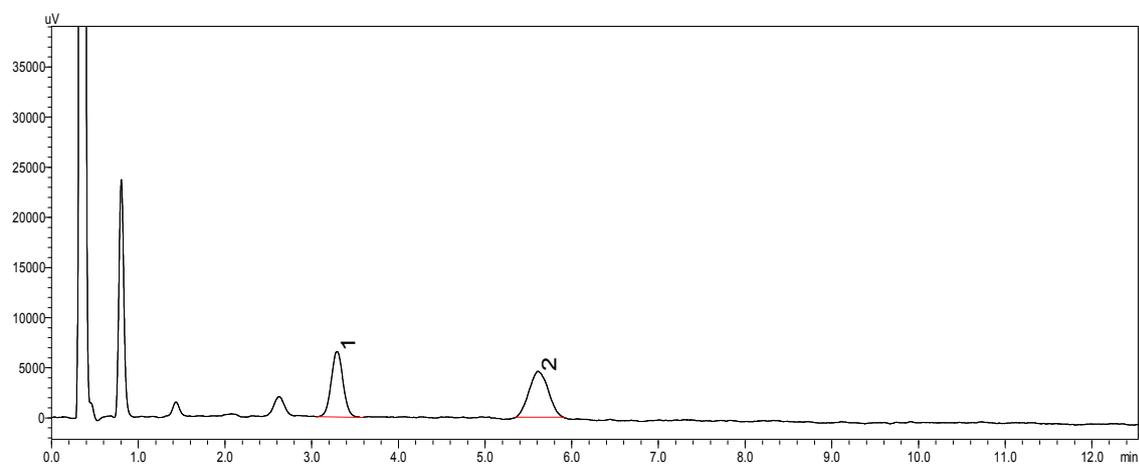
2. 实验结果

按照上述色谱条件 (1.3) 进行采集, 混合标准溶液色谱图如下:

混合标准溶液 (10.0 μ g/mL)

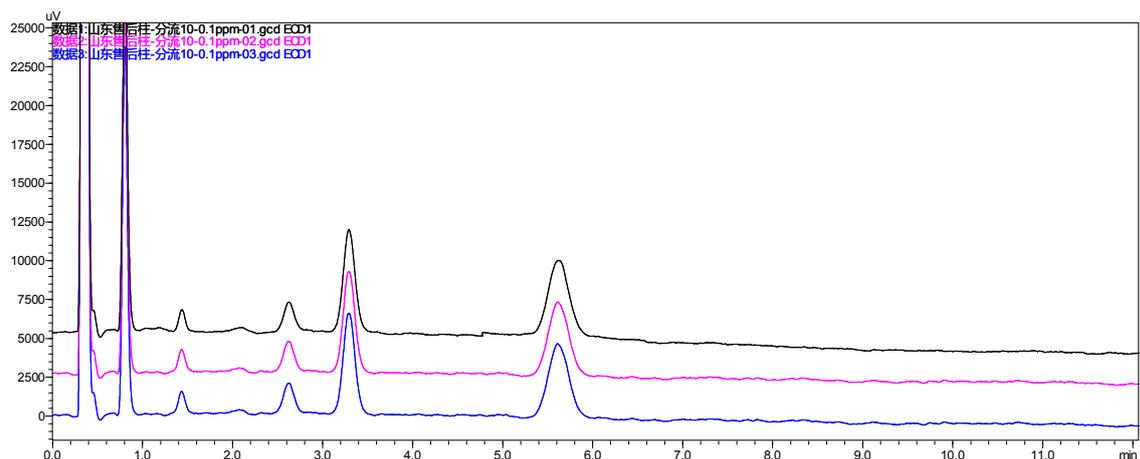


混合标准溶液 (0.1 μ g/mL)



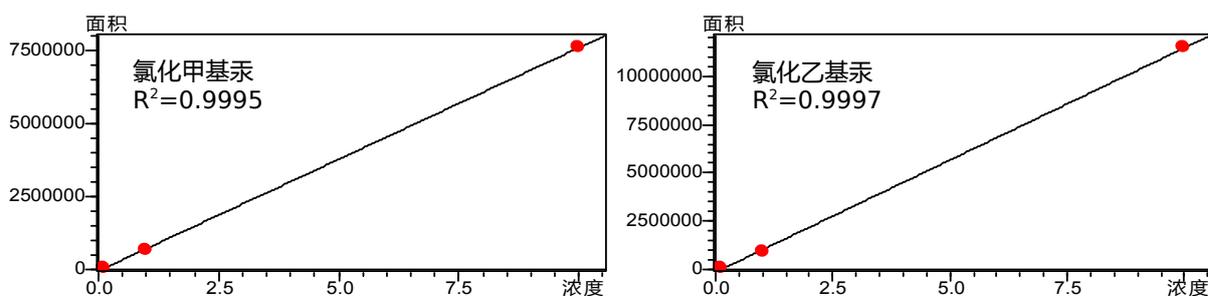
序号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	氯化甲基汞	3.293	62098	6526	2949	1.050	--
2	氯化乙基汞	5.608	70569	4590	2746	1.067	6.905

重现性



目标物	保留时间 (min)				面积 (Area)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
氯化甲基汞	3.293	3.301	3.305	0.19	62098	61980	62122	0.12
氯化乙基汞	5.608	5.61	5.598	0.11	70569	71020	70888	0.33

校准曲线



3. 结论

本文建立了烷基汞（甲基汞、乙基汞）的 GC 测定方法。结果表明，参照 GB/T 14204-93 中色谱条件并进行优化，采用色谱柱 ULBON HR-Thermon-HG 分析烷基汞，峰形对称，理论塔板数高。此方法可为水质中烷基汞含量测定提供参考。

水质 硝基酚类化合物的测定 气相色谱-质谱法

SGLC-GC/MS-020

摘要：本文建立了 12 种硝基酚类化合物测定的 GC-MS 方法。参照 HJ 1150-2020 中色谱方法，采用色谱柱 SH-I-5Sil MS 对 12 种硝基酚类化合物进行分析，岛津 GCMS-TQ8050NX 气相色谱-质谱联用仪进行检测。结果表明，12 种硝基酚类化合物峰形对称，重现性好，满足标准要求。本方法可为 12 种硝基酚类化合物的测定提供参考。

关键词：水质 硝基酚类 SH-I-5Sil MS GC-MS

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

仪器配置：岛津 GCMS-TQ8050NX 气相色谱-质谱联用仪；

纯水机：PR-FP-0120 α -MT1（+ 60L 水箱 + 取水器）

色谱柱：SH-I-5Sil MS（30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m；P/N：221-75954-30）；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器（P/N：380-00341-05）；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial（P/N：227-34001-01）；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10（P/N：380-00751-02）；

SHIMSEN Pipet PMII-100（P/N：380-00751-04）；

SHIMSEN Pipet PMII-1000（P/N：380-00751-06）。

1.2 混合标准使用液的制备

取市售硝基酚类混合标准品适量，用二氯甲烷稀释定容至 2.0 mg/L，作为混合标准使用液。

1.3 分析条件

GC 条件

毛细管柱：SH-I-5Sil MS（30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m；P/N：221-75954-30）

程序升温：初始温度 50 $^{\circ}$ C，保持 5 min，以 8 $^{\circ}$ C/min 升温到 250 $^{\circ}$ C，保持 4 min

载气：He

载气控制模式：恒线速度

流速：1.0 ml/min

进样口温度：220 $^{\circ}$ C

进样量：1 μ L

进样方式：不分流进样

质谱条件

电离模式：电子轰击电离（EI）

电子轰击能量：70 eV

离子源温度：230 °C

接口温度：260 °C

溶剂延迟：3 min

数据采集模式：SIM

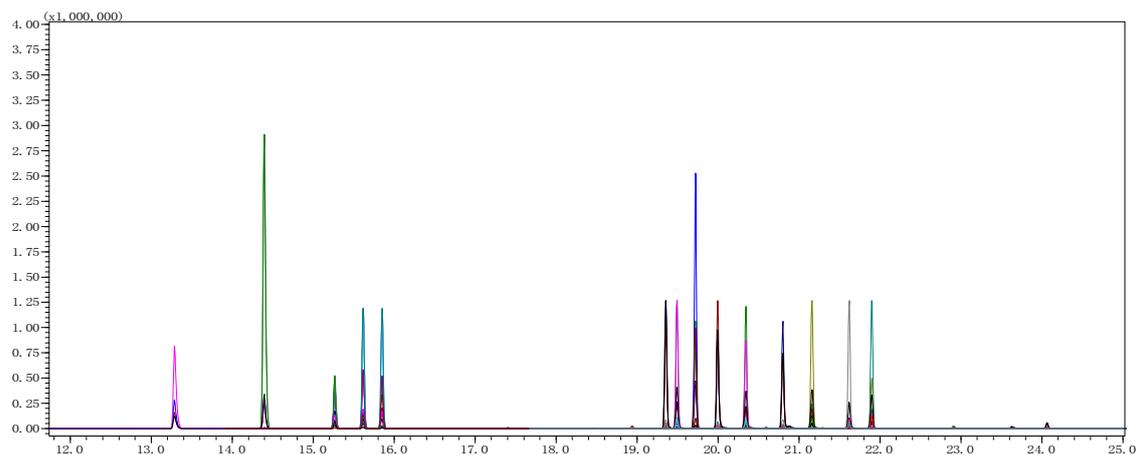
各化合物 SIM 参数见下表

No.	化合物名称	定量离子	定性离子
1	2-硝基酚	139	81, 65
2	3-甲基-2-硝基酚	136	153, 77
3	4-甲基-2-硝基酚	153	154, 77
4	5-甲基-2-硝基酚	153	123, 77
5	2, 5-二硝基酚	184	63, 53
6	3-硝基酚	139	93, 65
7	2, 4-二硝基酚	184	154, 63, 107
8	4-硝基酚	139	109, 65
9	2, 6-二硝基酚	184	126, 63
10	3-甲基-4-硝基酚	136	153, 77
11	6-甲基-2, 4-二硝基酚	198	105, 121, 51
12	2, 6-二甲基-4-硝基酚	167	91, 77, 137

2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，混合标准使用液色谱图如下：

混合标准使用液



重现性数据

目标物	保留时间 (min)				面积 (Area)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
2-硝基酚	13.292	13.291	13.287	0.01	194,849	203,146	204,027	2.52
3-甲基-2-硝基酚	15.267	15.268	15.266	0.01	99,166	102,453	103,209	2.11
4-甲基-2-硝基酚	15.617	15.618	15.616	0.11	223,736	232,100	233,342	2.27
5-甲基-2-硝基酚	15.852	15.852	15.851	0.01	220,684	229,595	231,153	2.48
2, 5-二硝基酚	19.357	19.358	19.354	0.01	94,978	96,682	96,039	0.89
3-硝基酚	19.494	19.496	19.492	0.01	178,850	187,303	190,522	3.24
2, 4-二硝基酚	19.997	19.998	19.995	0.01	71,060	71,782	72,466	0.97
4-硝基酚	20.345	20.347	20.343	0.01	154,186	158,795	162,027	2.48
2, 6-二硝基酚	20.916	20.804	20.800	0.31	55,122	55,505	54,817	0.62
3-甲基-4-硝基酚	21.163	21.166	21.160	0.01	167,560	171,352	177,261	2.84
6-甲基-2, 4-二硝基酚	21.622	21.623	21.62	0.01	120,410	123,443	123,260	1.38
2, 6-二甲基-4-硝基酚	21.901	21.901	21.899	0.01	225,985	234,887	237,689	2.62

3. 结论

本文建立了 12 种硝基酚类化合物测定的 GC-MS 方法。参照 HJ 1150-2020 的方法，采用色谱柱 SH-I-5Sil MS 对 12 种硝基酚类化合物进行分析，岛津 GCMS-TQ8050NX 气相色谱-质谱联用仪进行检测。结果表明，12 种硝基酚类化合物峰形对称，重现性好，满足标准要求。本方法可为 12 种硝基酚类化合物的测定提供参考。

水质 4 种硝基酚类化合物的测定 液相色谱-三重四级杆质谱法

SGLC-LC/MS-061

摘要： 本文建立了 4 种硝基酚类化合物的 LC-MSMS 测定方法。参考 HJ 1049-2019 中色谱条件并进行优化，采用色谱柱 Shim-pack Scepter C18-120 色谱柱进行分离，岛津液相色谱-质谱联用仪 LCMS-8060NX 进行检测。结果表明，4 种硝基酚类化合物峰形对称，重现性好。此方法可为 4 种硝基酚类化合物的测定提供参考。

关键词： 水质 硝基酚类 Shim-pack Scepter C18-120 LC-MSMS

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-40B X3 与 LCMS-8060NX 联用系统；

色谱柱： Shim-pack Scepter C18-120 (1.9 μm , 2.1 \times 100 mm ; P/N : 227-31012-05 , S/N : 117HB00090) ；

纯水机： PR-FP-0120 α -MT1 (+ 60L 水箱 + 取水器) ；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N : 380-00341-05) ；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N : 227-34001-01) ；

SHIMSEN Pipet 移液枪： SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N : 380-00751-02) ；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N : 380-00751-04) ；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N : 380-00751-06) 。

1.2 混合标准品使用液的制备

移取适量的硝基酚类化合物混合标准品溶液，用甲醇稀释至 5 mg/L，作为混合标准中间液；移取适量的硝基酚类化合物混合标准中间溶液，用水稀释至 2.0 $\mu\text{g/L}$ ，作为混合标准使用液。

1.3 分析条件

UHPLC 条件

色谱柱： Shim-pack Scepter C18-120 (1.9 μm , 2.1 \times 100 mm ; P/N : 227-31012-05 , S/N : 117HB00090)

流速： 0.2 mL/min；

进样量： 10 μL

柱温： 30 $^{\circ}\text{C}$

流动相： A： 甲酸铵-甲酸缓冲液 (准确称取 0.315 g 甲酸铵溶于适量水中，溶解后转移至 500

mL 容量瓶中，用水稀释定容至标线，混匀，再加约 70 μ L 的甲酸调节其 pH 至 4)

B: 甲醇

梯度洗脱程序如下:

时间(Min)	0	8	11	13	13.1	18
A (%)	60	40	10	10	60	60
B (%)	40	60	90	90	40	40

质谱条件

离子化模式: ESI, 负离子扫描

扫描模式: 多反应监测 (MRM)

碰撞气: 氩气

加热气: 干燥空气 10 L/min

雾化气: 氮气 3 L/min

干燥气: 氮气 10 L/min

接口温度: 300 $^{\circ}$ C

DL 温度: 250 $^{\circ}$ C

加热模块温度: 400 $^{\circ}$ C

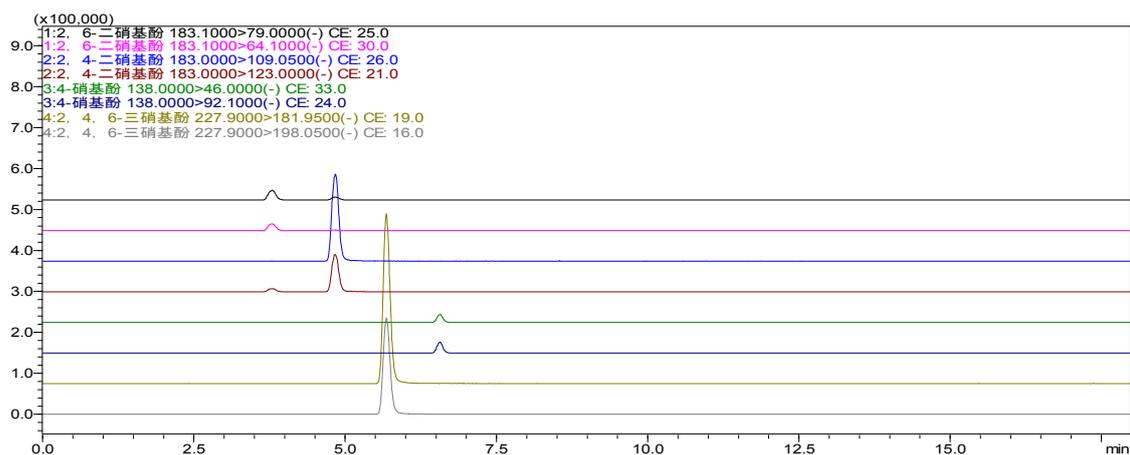
各化合物 MRM 参数见下表

No.	中文名	前体离子	定量离子	Q1 Pre (V)	CE	Q3 Pre (V)	定性离子	Q1 Pre (V)	CE	Q3 Pre (V)
1	2, 6-二硝基酚	183.10	79.00	14	25	14	64.10	14	30	14
2	2, 4-二硝基酚	183.00	109.00	13	26	17	123.00	14	21	21
3	2, 4, 6-三硝基酚	227.90	181.90	16	19	16	198.00	11	16	10
4	4-硝基酚	138.00	46.00	13	33	12	92.10	14	24	30

2. 实验结果

按照上述色谱条件 (1.3) 进行采集, 混合标准使用液的 MRM 色谱图如下:

混合标准使用液



重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
2, 6-二硝基酚	3.791	3.795	3.749	0.06	213665	208730	208539	2.50
2, 4-二硝基酚	4.832	4.840	4.838	0.08	1761065	1733414	1721595	1.16
2, 4, 6-三硝基酚	5.674	5.683	5.680	0.08	3310122	3373152	3181592	2.96
4-硝基酚	6.568	6.567	6.569	0.01	175839	180476	184291	2.34

3. 结论

本文建立了 4 种硝基酚类化合物的测定方法。参考 HJ 1049-2019 的色谱条件并进行优化，采用色谱柱 Shim-pack Scepter C18-120 色谱柱进行分离，岛津液相色谱-质谱联用仪 LCMS-8060NX 进行检测。结果表明，4 种硝基酚类化合物峰形对称，重现性好。此方法可为 4 种硝基酚类化合物的测定提供参考。

水质 磺酰脲类农药的测定 高效液相色谱法

SGLC-LC-336

摘要： 本文建立了水中烟嘧磺隆、噻吩磺隆、甲磺隆、甲嘧磺隆、醚苯磺隆、氯磺隆、胺苯磺隆、苄嘧磺隆、吡嘧磺隆和氯嘧磺隆等 10 种磺酰脲类农药的 HPLC 测定方法。参照 HJ 1018-2019 色谱条件并进行优化，采用色谱柱 Shim-pack GIS C18 或 ShimNex CS C18 分析上述磺酰脲类农药，结果显示，10 个化合物色谱峰峰形对称，相邻峰基线分离，满足标准要求。此方法可为水中 10 种磺酰脲类农药的检测提供参考。

关键词： 磺酰脲类农药 Shim-pack GIS C18 ShimNex CS C18 HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-40AD 高效液相色谱仪；

色谱柱：Shim-pack GIS C18 (5 μm, 4.6×250 mm; P/N: 227-30106-08)；

ShimNex CS C18 (5 μm, 4.6×250 mm; P/N: 380-01230-01)；

纯水机：PR-FP-0120α-MT1 (+ 60L 水箱 + 取水器)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 标准品溶液的制备

取市售 10 种磺酰脲类农药混合标准品适量，用水稀释至 10 mg/L，作为标准品溶液。

1.3 分析条件

柱温：40 °C

检测波长：230 nm

流速：1.2 mL/min

进样量：10 μL

流动相：A：磷酸水溶液（0.02%磷酸）；B：乙腈

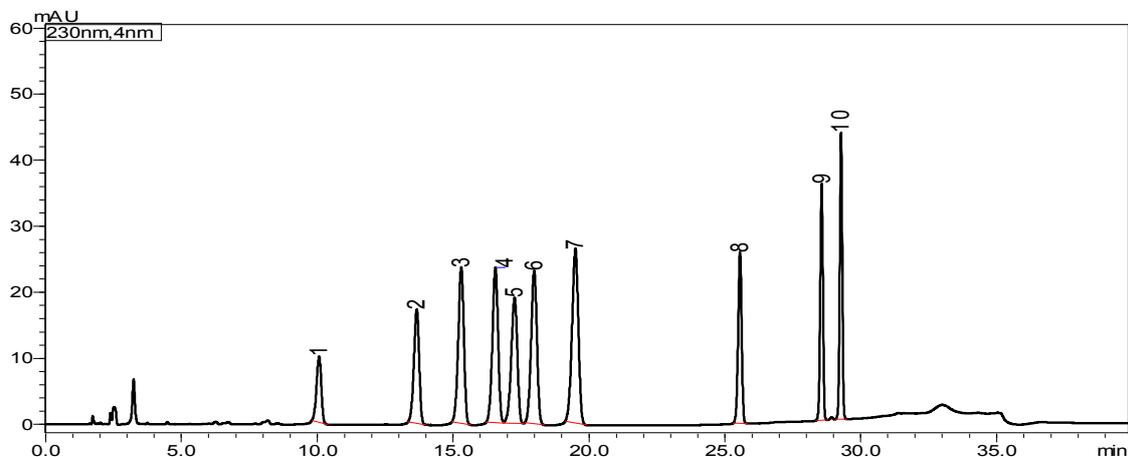
梯度条件：

时间 (min)	0	20	30	33	33.1	40
A (%)	70	60	30	30	70	70
B (%)	30	40	70	70	30	30

2. 实验结果

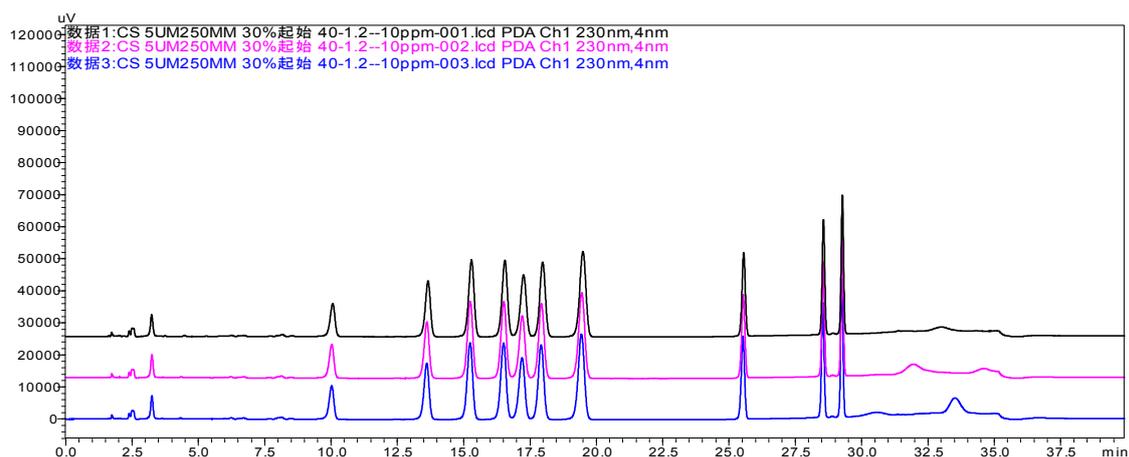
按照上述色谱条件（1.3）进行采集，标准品溶液色谱图如下：

2.1 色谱柱：ShimNex CS C18（5 μm，4.6×250 mm； P/N： 380-01230-01）



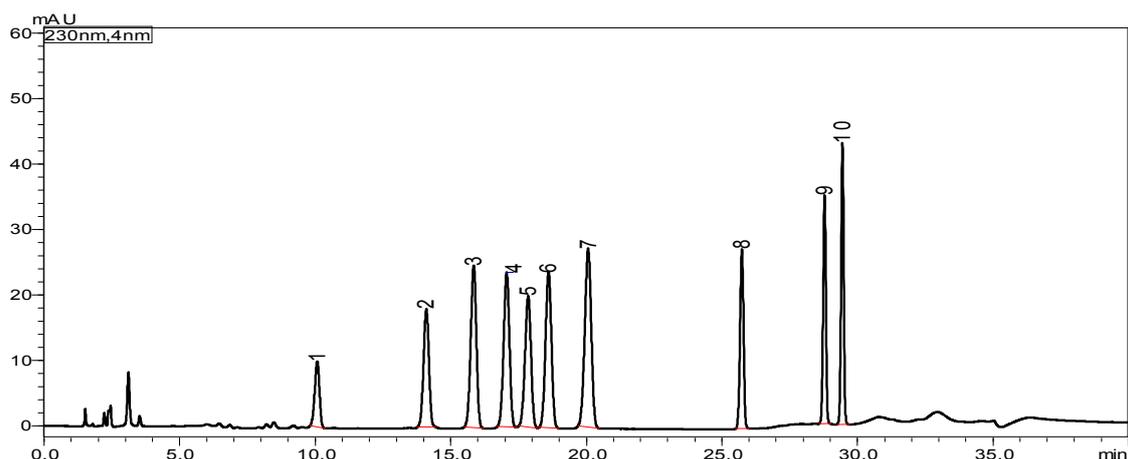
序号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	烟嘧磺隆	10.067	122332	9994	15155	0.903	--
2	噻吩磺隆	13.659	234159	17223	22744	0.921	10.418
3	甲磺隆	15.298	338114	23640	25823	0.924	4.412
4	甲嘧磺隆	16.554	342292	23439	28970	0.938	3.264
5	醚苯磺隆	17.259	293566	19059	28599	0.903	1.768
6	氯磺隆	17.981	343066	23157	33099	0.947	1.798
7	胺苯磺隆	19.498	432177	26366	31895	0.931	3.648
8	苄嘧磺隆	25.558	235021	25909	178310	0.944	17.852
9	吡嘧磺隆	28.563	246191	35693	384450	0.967	14.098
10	氯嘧磺隆	29.278	277430	43311	467132	0.968	4.021

重现性



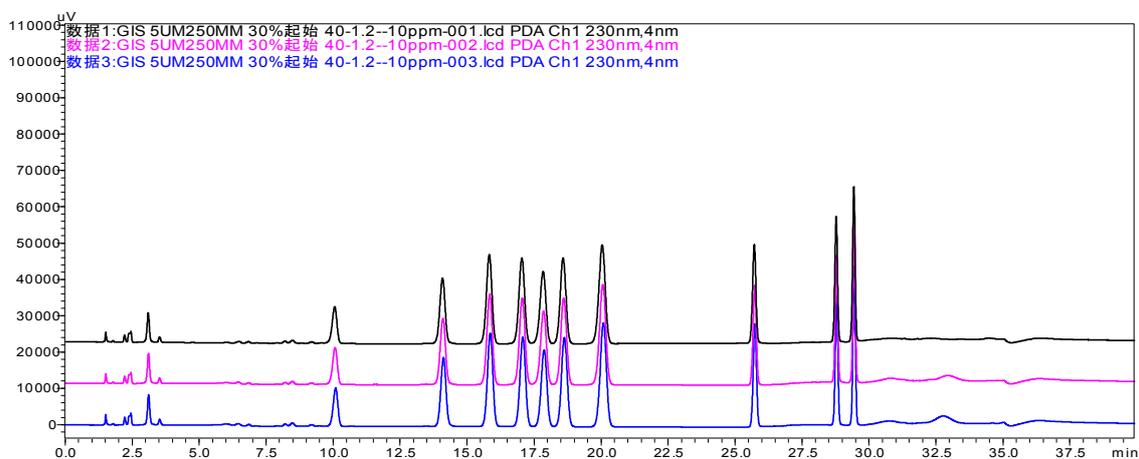
目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
烟嘧磺隆	10.067	10.031	10.028	0.22	122332	123746	122733	0.59
噻吩磺隆	13.659	13.613	13.609	0.20	234159	234433	233995	0.09
甲磺隆	15.298	15.25	15.243	0.20	338114	338967	338011	0.16
甲嘧磺隆	16.554	16.511	16.504	0.16	342292	344034	343174	0.25
醚苯磺隆	17.259	17.211	17.202	0.18	293566	294465	293513	0.18
氯磺隆	17.981	17.934	17.922	0.17	343066	343003	342839	0.03
胺苯磺隆	19.498	19.454	19.441	0.15	432177	433901	433075	0.20
苄嘧磺隆	25.558	25.543	25.53	0.05	235021	234964	234779	0.05
吡嘧磺隆	28.563	28.554	28.54	0.04	246191	246383	245880	0.10
氯嘧磺隆	29.278	29.27	29.257	0.04	277430	276995	276654	0.14

2.2 色谱柱: Shim-pack GIS C18 (5 μm, 4.6×250 mm; P/N: 227-30106-08)



序号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	烟嘧磺隆	10.074	120678	9996	15519	0.928	--
2	噻吩磺隆	14.099	247848	18017	23643	0.956	11.663
3	甲磺隆	15.845	358213	24740	26869	0.955	4.635
4	甲嘧磺隆	17.061	351679	23630	29353	0.959	3.096
5	醚苯磺隆	17.855	307571	20014	30189	0.946	1.962
6	氯磺隆	18.608	360552	23763	33647	0.969	1.845
7	胺苯磺隆	20.067	455528	27345	32491	0.956	3.427
8	苄嘧磺隆	25.738	243890	27360	187096	0.963	16.6
9	吡嘧磺隆	28.788	247410	34858	366485	0.976	14.245
10	氯嘧磺隆	29.447	285362	42910	437483	0.974	3.578

重现性



目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
烟嘧磺隆	10.074	10.059	10.095	0.18	120678	119682	121960	0.95
噻吩磺隆	14.099	14.085	14.119	0.12	247848	244070	244333	0.86
甲磺隆	15.845	15.829	15.865	0.11	358213	355160	364385	1.31
甲嘧磺隆	17.061	17.044	17.08	0.11	351679	348615	359678	1.62
醚苯磺隆	17.855	17.837	17.875	0.11	307571	303854	316090	0.61
氯磺隆	18.608	18.586	18.632	0.12	360552	358316	364811	0.91
胺苯磺隆	20.067	20.045	20.088	0.11	455528	452498	464798	1.40
苄嘧磺隆	25.738	25.723	25.745	0.04	243890	242544	246319	0.78
吡嘧磺隆	28.788	28.775	28.79	0.03	247410	246096	249305	0.65
氯嘧磺隆	29.447	29.435	29.448	0.02	285362	283663	287822	0.73

3. 结论

本文建立了水中烟嘧磺隆、噻吩磺隆、甲磺隆、甲嘧磺隆、醚苯磺隆、氯磺隆、胺苯磺隆、苄嘧磺隆、吡嘧磺隆和氯嘧磺隆等 10 种磺酰脲类农药的 HPLC 测定方法。参照 HJ 1018-2019 方法，采用色谱柱 Shim-pack GIS C18 或 ShimNex CS C18 分析上述磺酰脲类农药，结果显示，10 个化合物色谱峰峰形对称，相邻峰基线分离，满足标准要求。此方法可为水中 10 种磺酰脲类农药的检测提供参考。

水质 6种邻苯二甲酸酯类化合物的测定 液相色谱-三重四级杆质谱法

SGLC-LC/MS-062

摘要：本文建立了6种邻苯二甲酸酯类化合物的测定方法。参考HJ 1242-2022中色谱条件并进行优化，采用色谱柱 Shim-pack GIST-HP C18-AQ 色谱柱进行分离，岛津液相色谱-质谱联用仪 LCMS-8060NX 进行检测。结果表明，6种邻苯二甲酸酯类化合物峰形对称，重现性好。此方法可为6种邻苯二甲酸酯类化合物的测定提供参考。

关键词：水质 邻苯二甲酸酯类 Shim-pack GIST-HP C18-AQ LC-MSMS

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-40B X3 与 LCMS-8060NX 联用系统；

色谱柱：Shim-pack GIST-HP C18-AQ (1.9 μm , 2.1 \times 50 mm; P/N: 227-30807-01)；

纯水机：PR-FP-0120 α -MT1 (+ 60L 水箱 + 取水器)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；

SHIMSEN 混标：6种邻苯二甲酸酯混标 (P/N: 380-03699)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 混合标准使用液的制备

用微量注射器移取适量的邻苯二甲酸酯类化合物市售混合标准品溶液，用乙腈稀释至 50.0 $\mu\text{g/L}$ 和 5.0 $\mu\text{g/L}$ ，作为混合标准使用液。

1.3 分析条件

UHPLC 条件

色谱柱：Shim-pack GIST-HP C18-AQ (1.9 μm , 2.1 \times 50 mm; P/N: 227-30807-01)

流速：0.4 mL/min；

进样量：10 μL

柱温：40 $^{\circ}\text{C}$

流动相：A: 0.2%甲酸水溶液

B: 甲醇

梯度洗脱程序如下：

时间(Min)	0	2	13	16	16.2	18
A (%)	90	90	5	5	90	90
B (%)	10	10	95	95	10	10

质谱条件

离子化模式：ESI，正离子扫描

扫描模式：多反应监测（MRM）

碰撞气：氦气

加热气：干燥空气 10 L/min

雾化气：氮气 3 L/min

干燥气：氮气 10 L/min

接口温度：300 °C

DL 温度：250 °C

加热模块温度：400 °C

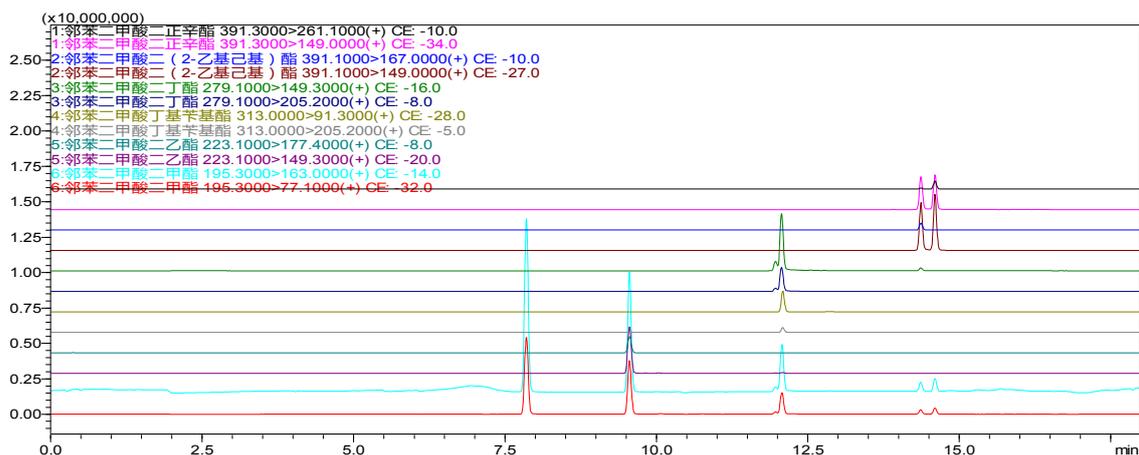
各化合物 MRM 参数见下表

No.	中文名	前体离子	定量离子	Q1 Pre (V)	CE	Q3 Pre (V)	定性离子	Q1 Pre (V)	CE	Q3 Pre (V)
1	邻苯二甲酸二甲酯	195.30	163.00	-16	-14	-19	77.10	-15	-32	-30
2	邻苯二甲酸二乙酯	223.10	177.40	-22	-8	-22	149.30	-29	-20	-30
3	邻苯二甲酸丁基苯基酯	313.00	91.30	-10	-28	-12	205.20	-23	-5	-17
4	邻苯二甲酸二丁酯	279.10	149.30	-15	-16	-14	205.20	-15	-8	-18
5	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	391.10	167.00	-12	-10	-14	149.00	-29	-27	-29
6	邻苯二甲酸二正辛酯	391.30	261.10	-14	-10	-10	149.00	-29	-34	-30

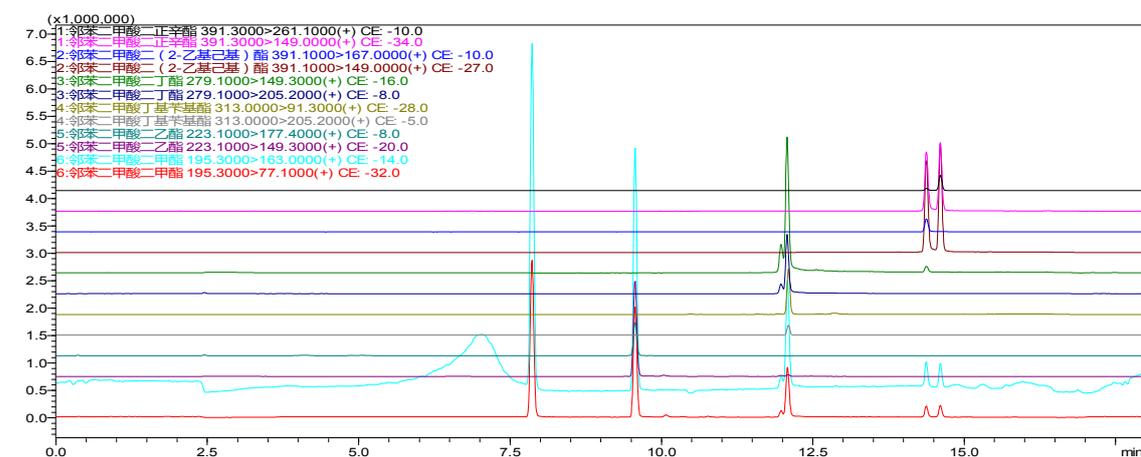
2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，混合标准使用溶液的 MRM 色谱图如下：

混合标准使用液（浓度：50 µg/L）



混合标准使用液（浓度：5.0 µg/L）



重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
邻苯二甲酸二甲酯	7.864	7.858	7.864	0.04	3390319	3294042	3291348	3.04
邻苯二甲酸二乙酯	9.561	9.554	9.564	0.05	419187	420454	407471	1.72
邻苯二甲酸丁基苄基酯	12.089	12.089	12.099	0.04	367279	348077	342961	3.63
邻苯二甲酸二丁酯	12.071	12.071	12.078	0.03	4995668	4936444	5286626	3.69
邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	14.365	14.369	14.373	0.02	476928	448204	450667	3.47
邻苯二甲酸二正辛酯	14.595	14.602	14.612	0.05	106046	103637	97927	4.06

3. 结论

本文建立了 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的测定方法。参考 HJ 1242-2022 的色谱条件并进行优化，采用色谱柱 Shim-pack GIST-HP C18-AQ 色谱柱进行分离，岛津液相色谱-质谱联用仪 LCMS-8060NX 进行检测。结果表明，6 种邻苯二甲酸酯类化合物峰形对称，重现性好。此方法可为 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的测定提供参考。

水质 17 种苯胺类化合物的测定 液相色谱-三重四级杆质谱法

SGLC-LC/MS-063

摘要：本文建立了 17 种苯胺类化合物的测定方法。参考 HJ 1048-2019 中色谱条件并进行优化，采用色谱柱 Shim-pack Scepter C18-120 色谱柱进行分离，岛津液相色谱-质谱联用仪 LCMS-8060NX 进行检测。结果表明，17 种苯胺类化合物峰形对称，重现性好。此方法可为 17 种苯胺类化合物的测定提供参考。

关键词：水质 苯胺类 Shim-pack Scepter C18-120 LC-MSMS

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-40B X3 与 LCMS-8060NX 联用系统；

色谱柱：Shim-pack Scepter C18-120（1.9 μm ，2.1 \times 100 mm；P/N：227-31012-05，S/N：117HB00090）；

纯水机：PR-FP-0120 α -MT1（+ 60L 水箱 + 取水器）；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器（P/N：380-00341-05）；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial（P/N：227-34001-01）；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10（P/N：380-00751-02）；

SHIMSEN Pipet PMII-100（P/N：380-00751-04）；

SHIMSEN Pipet PMII-1000（P/N：380-00751-06）。

1.2 混合标准使用液的制备

移取适量的市售苯胺类化合物混合标准品溶液，用甲醇稀释，配制 2-硝基苯胺和 3-硝基苯胺的浓度为 10.0 mg/L，其余苯胺类为 1.0 mg/L 的混合标准中间液；移取适量的苯胺类化合物混合标准中间液，用水稀释，配制成 2-硝基苯胺和 3-硝基苯胺的浓度为 10 $\mu\text{g/L}$ ，其余苯胺类为 1.0 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准使用液。

1.3 分析条件

UHPLC 条件

色谱柱：Shim-pack Scepter C18-120（1.9 μm ，2.1 \times 100 mm；P/N：227-31012-05，S/N：117HB00090）

流速：0.2 mL/min；

进样量：10 μL

柱温：40 $^{\circ}\text{C}$

流动相：A：0.005%甲酸水溶液液；B：甲醇

梯度洗脱程序如下：

时间(Min)	0	0.5	10	10.1	15
A (%)	95	95	10	95	95
B (%)	5	5	90	5	5

质谱条件

离子化模式：ESI，正离子扫描

扫描模式：多反应监测（MRM）

碰撞气：氩气

加热气：干燥空气 10 L/min

雾化气：氮气 3 L/min

干燥气：氮气 10 L/min

接口温度：300 °C

DL 温度：250 °C

加热模块温度：400 °C

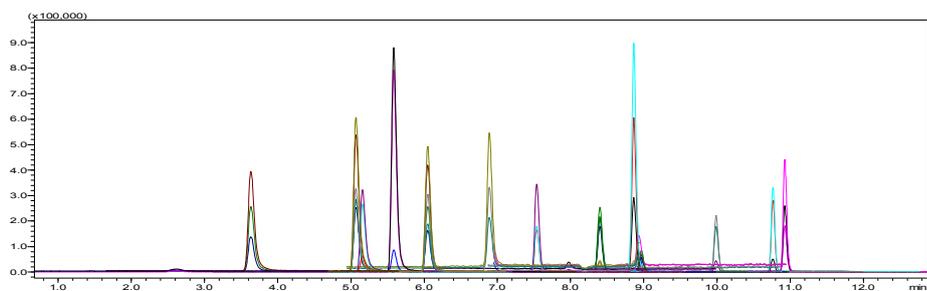
各化合物 MRM 参数见下表

No.	中文名	前体离子	定量离子	Q1 Pre (V)	CE	Q3 Pre (V)	定性离子	Q1 Pre (V)	CE	Q3 Pre (V)
1	邻苯二胺	109.10	92.10	-13	-20	-12	65.10	-13	-25	-29
2	苯胺	93.90	77.00	-11	-20	-17	51.10	-11	-31	-22
3	对甲苯胺	108.10	91.10	-13	-20	-21	65.10	-13	-26	-28
4	联苯胺	185.00	167.10	-10	-27	-21	141.20	-14	-25	-28
5	邻甲氧基苯胺	124.10	109.10	-14	-19	-24	92.10	-14	-20	-22
6	邻甲苯胺	108.20	91.10	-12	-21	-21	65.10	-12	-28	-15
7	2, 4-二甲基苯胺	122.10	107.20	-10	-20	-25	79.10	-14	-22	-18
8	4-硝基苯胺	139.10	122.10	-16	-18	-26	92.10	-17	-21	-20
9	3-硝基苯胺	139.20	93.10	-17	-19	-21	76.10	-11	-31	-17
10	4-氯苯胺	127.90	93.20	-15	-20	-21	111.10	-15	-23	-14
11	2-硝基苯胺	139.00	121.00	-16	-15	-27	90.90	-16	-17	-22
12	2-萘胺	144.10	127.10	-17	-24	-27	77.00	-17	-36	-18
13	2, 6-二甲基苯胺	122.00	105.30	-14	-20	-24	79.00	-15	-22	-28
14	3-氯苯胺	128.00	93.10	-10	-19	-21	111.00	-15	-26	-14
15	2-甲基-6-乙基苯胺	136.10	91.10	-11	-23	-21	117.10	-17	-23	-14
16	2, 6-二乙基苯胺	150.20	105.10	-17	-20	-23	91.30	-17	-24	-21
17	3, 3'-二氯联苯胺	253.10	217.20	-18	-20	-19	182.00	-29	-30	-15

2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，17种苯胺类化合物混合标准使用液的MRM色谱图如下：

混合标准使用液（浓度：以邻苯二胺计 1.0 μg/L）



重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
邻苯二胺	2.621	2.629	2.615	0.25	35358	35051	35398	0.54
苯胺	3.626	3.629	3.634	0.11	1494465	1531361	1563531	2.26
对甲苯胺	5.064	5.062	5.067	0.05	1692599	1682869	1722201	1.21
联苯胺	5.153	5.155	5.158	0.05	1255577	1304946	1327979	2.85
邻甲氧基苯胺	5.582	5.58	5.585	0.05	3604239	3703308	3706969	1.59
邻甲苯胺	6.048	6.044	6.049	0.05	1192869	1210821	1229742	1.52
2, 4-二甲基苯胺	6.895	6.889	6.891	0.04	1481644	1520370	1518429	1.45
4-硝基苯胺	7.545	7.537	7.538	0.05	724142	749734	725485	1.96
3-硝基苯胺	7.982	7.981	7.973	0.06	37333	35812	38617	3.77
4-氯苯胺	8.408	8.399	8.401	0.05	671183	647632	674333	2.20
2-硝基苯胺	8.892	8.87	8.873	0.13	43287	43389	44269	1.24
2-萘胺	8.88	8.866	8.865	0.09	2293300	2131036	2214065	3.67
2, 6-二甲基苯胺	8.94	8.932	8.933	0.05	247611	248032	259069	2.58
3-氯苯胺	8.975	8.969	8.967	0.05	247290	238171	235232	2.62
2-甲基-6-乙基苯胺	9.995	9.991	9.989	0.03	666307	702992	684226	2.68
2, 6-二乙基苯胺	10.768	10.767	10.766	0.01	998738	991865	997084	0.36
3, 3''-二氯联苯胺	10.927	10.928	10.925	0.01	745722	709459	733150	2.52

3. 结论

本文建立了 17 种苯胺类化合物的测定方法。参考 HJ 1048-2019 的色谱条件并进行优化，采用色谱柱 Shim-pack Scepter C18-120 色谱柱进行分离，岛津液相色谱-质谱联用仪 LCMS-8060NX 进行检测。结果表明，17 种苯胺类化合物峰形对称，重现性好。此方法可为 17 种苯胺类化合物的测定提供参考。

水质 萘酚的测定 高效液相色谱法

SGLC-LC-234

摘要： 本文建立了水质萘酚（1-萘酚、2-萘酚）的HPLC测定方法。参照HJ 1073-2019中分析方法，采用SHIMSEN Styra C18对水样进行净化，ShimNex CS C18色谱柱进行分离，荧光检测器分析。对空白地表水样进行8 μg/L浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行3份样品考察回收率和RSD，结果显示，1-萘酚和2-萘酚8 μg/L加标浓度的平均回收率分别为84.90%和93.15%，RSD分别为4.56%和0.45%。此方法回收率高，重现性好，适用于水质萘酚的测定。

关键词： 水质 萘酚 HPLC 荧光 SHIMSEN Styra C18 ShimNex CS C18

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-20A 高效液相色谱仪（RF-20A 荧光检测器）；

色谱柱：ShimNex CS C18（5 μm，4.6×250 mm；P/N：380-01230-01）；

固相萃取小柱：SHIMSEN Styra C18 500 mg/6 mL（P/N：380-00872-02）

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器（P/N：380-00341-05）；

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial（P/N：227-34001-01）；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10（P/N：380-00751-02）；

SHIMSEN Pipet PMII-100（P/N：380-00751-04）；

SHIMSEN Pipet PMII-1000（P/N：380-00751-06）；

1.2 分析条件

HPLC 条件：

色谱柱：ShimNex CS C18（5 μm，4.6×250 mm；P/N：380-01230-01）

柱温：35°C

检测器：激发波长：228 nm；发射波长：425 nm（定量），435 nm（辅助定性）

流速：1.2 mL/min

进样量：10 μL

流动相：A：0.2%甲醇溶液 B：乙腈

时间 (Min)	0	12	14	24	26	35
A (%)	53	53	3	3	53	53
B (%)	47	47	97	97	47	47

1.3 样品前处理

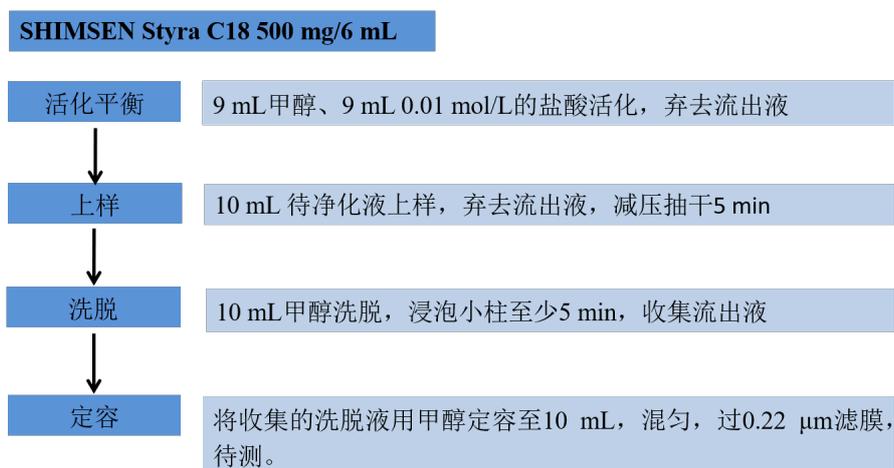
1.3.1 样品预处理

将样品采集到样品瓶中，于每升样品中加入 0.5 g 抗坏血酸，待完全溶解后，用盐酸溶液（1：1）或 5 mol/L 的氢氧化钠溶液调节样品的 pH 值至 1.0~1.5，待净化。

1.3.2 样品净化

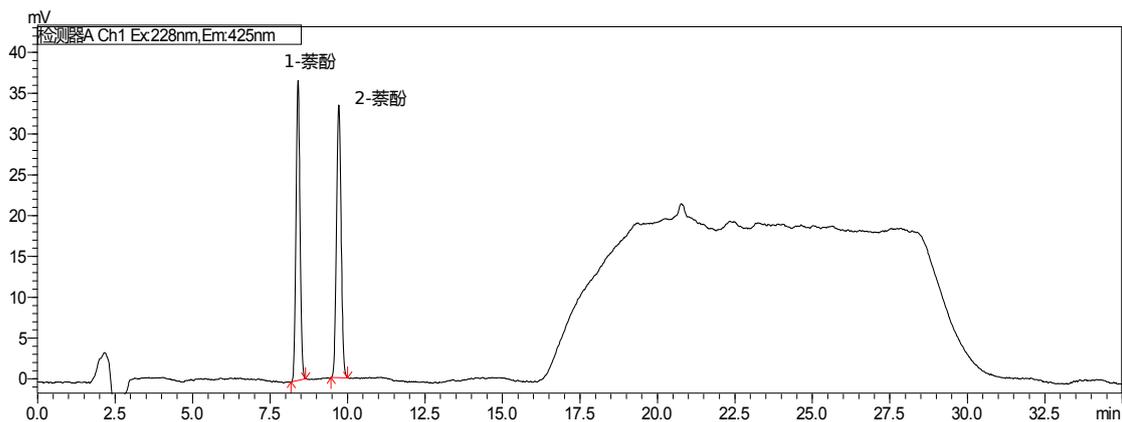
SHIMSEN Styra C18 500 mg/6 mL

依次用 9 mL 甲醇和 9 mL 0.01 mol/L 的盐酸水溶液活化小柱，始终保持柱头浸润。精密量取 10 mL 待净化液以 1~2 mL/min 的流速通过净化柱，弃去流出液；减压抽干 5 min；用 10 mL 甲醇洗脱，收集洗脱液，待初始洗脱液流出后，关闭活塞，浸泡固相萃取小柱至少 5 min。打开活塞，收集全部洗脱液，用甲醇定容至 10 mL，混匀，过 0.22 μm 滤膜，待测。流程图见下图：



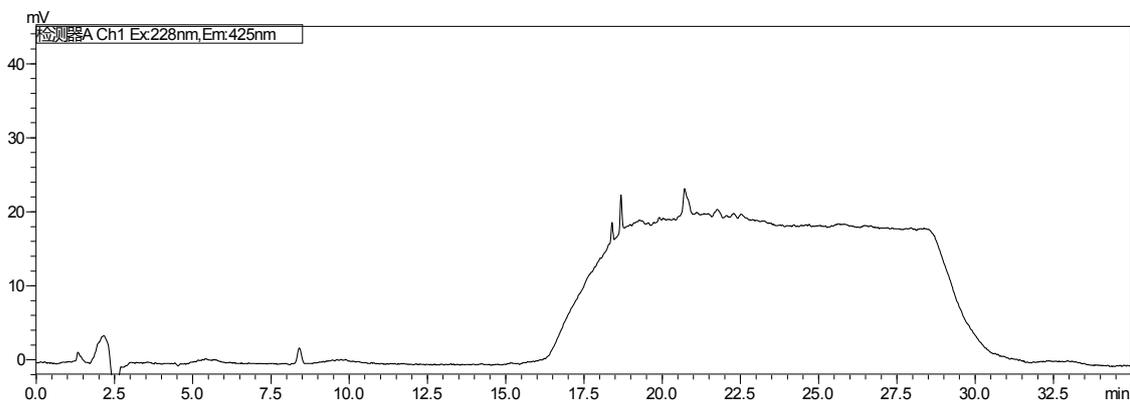
2. 结果及讨论

2.1 标准品图谱



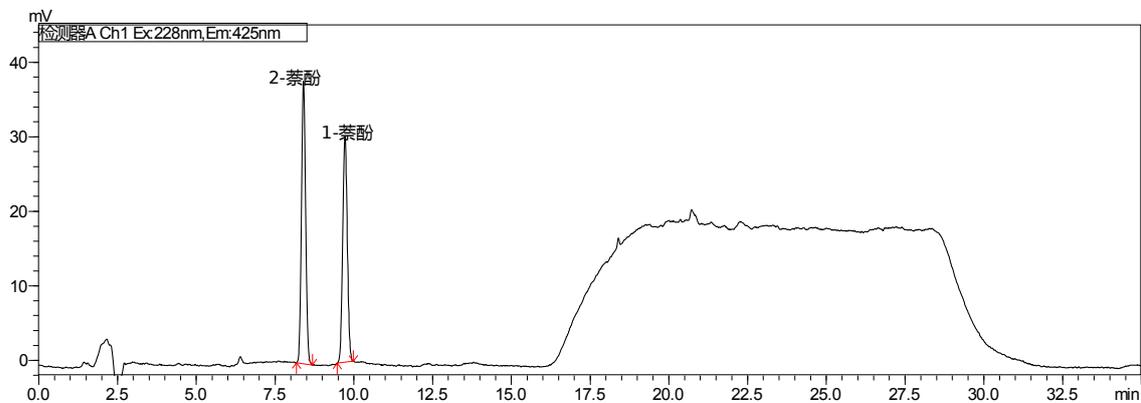
萘酚混合标准品溶液色谱图 (8 µg/L)

2.2 空白样品图谱



地表水空白样品色谱图

2.3 加标样品图谱



地表水加标样品色谱图 (添加浓度: 8 µg/L)

2.4 地表水样添加回收率结果

对空白地表水样进行 8 μg/L 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，结果显示，1-萘酚、2-萘酚 8 μg/L 加标浓度的平均回收率分别为 84.90%和 93.15%，RSD 分别为 4.56%和 0.45%。

目标物	添加浓度 (8 μg/L)		
	回收率 (%)	平均回收率(%)	RSD (%)
2-萘酚	92.89	93.15	0.45
	93.64		
	92.94		
1-萘酚	80.44	84.90	4.56
	87.30		
	86.96		

3. 结论

本文建立了水质萘酚（1-萘酚、2-萘酚）的 HPLC 测定方法。参照 HJ 1073-2019 中分析方法，采用 SHIMSEN Styra C18 对水样进行净化，ShimNex CS C18 色谱柱进行分离，荧光检测器分析。对空白地表水样进行 8 μg/L 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，结果显示，1-萘酚和 2-萘酚 8 μg/L 加标浓度的平均回收率分别为 84.90%和 93.15%，RSD 分别为 4.56%和 0.45%。此方法回收率高，重现性好，适用于水质萘酚的测定。

水质 9 种烷基酚类化合物和双酚 A 的测定 高效液相色谱法

SGLC-LC-372

摘要： 本文建立了水中 9 种烷基酚类化合物和双酚 A 测定的 HPLC 方法。参考标准 HJ 1192-2021 中色谱分析条件，采用色谱柱 ShimNex CS C18 分析 9 种烷基酚类化合物和双酚 A，结果显示，10 种化合物均基线分离，且峰形和重现性良好。此方法可为水中 9 种烷基酚类化合物和双酚 A 的测定提供参考。

关键词： 9 种烷基酚类化合物 双酚 A ShimNex CS C18 HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-20AD 高效液相色谱仪；

色谱柱：ShimNex CS C18（5 μm ，4.6 \times 250 mm；P/N：380-01230-01；S/N：1FC05714）；

纯水机：PR-FP-0120 α -MT1（+ 60L 水箱 + 取水器）

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器（P/N：380-00341-05）；

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial（P/N：227-34001-01）；

SHIMSEN 混标：9 种烷基酚类化合物混标（P/N：380-03856）；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10（P/N：380-00751-02）；

SHIMSEN Pipet PMII-100（P/N：380-00751-04）；

SHIMSEN Pipet PMII-1000（P/N：380-00751-06）。

1.2 混合标准工作溶液的制备

取 9 种烷基酚类化合物和双酚 A 的混合物标准品母液（1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ），用乙腈稀释至浓度为 250 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的混合标准工作溶液，备用。

1.3 分析条件

色谱柱：ShimNex CS C18（5 μm ，4.6 \times 250 mm；P/N：380-01230-01；S/N：1FC05714）

流 速：1.0 mL/min

进样量：30 μL

柱 温：30 $^{\circ}\text{C}$

检测器：荧光检测器；激发波长 227 nm，发射波长 315 nm

流动相：A：水

B：乙腈

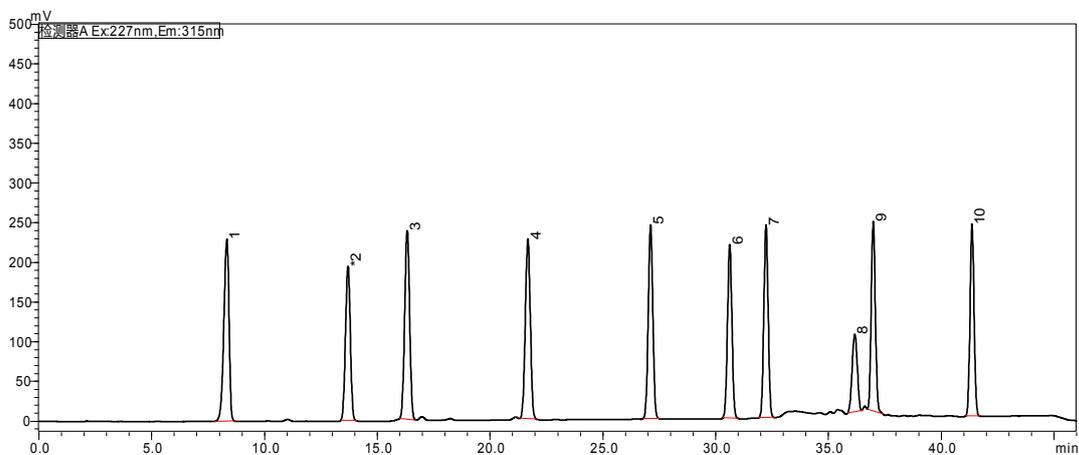
梯度程序如下：

时间 (min)	0	15	35	40	41	45
A (%)	50	40	16	10	50	50
B (%)	50	60	84	90	50	50

2. 实验结果

按照上述色谱条件 (1.3) 进行采集, 混合标准工作色谱图如下:

混合标准工作溶液



序号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	双酚 A	8.331	3632380	229053	6078	0.851	--
2	4-叔丁基苯酚	13.701	2898828	194209	18351	0.971	12.910
3	4-丁基苯酚	16.325	3649309	237741	24698	0.985	6.339
4	4-戊基苯酚	21.676	3493971	226655	43311	0.989	12.860
5	4-己基苯酚	27.115	3428026	244113	81679	1.003	13.664
6	4-叔辛基苯酚	30.626	2975567	218709	111197	1.004	9.402
7	4-庚基苯酚	32.232	3222420	242573	128618	1.014	4.420
8	4-支链壬基苯酚	36.168	1542127	97324	112221	0.981	9.948
9	4-辛基苯酚	36.987	3037925	238859	185023	1.048	2.110
10	4-壬基苯酚	41.367	3004873	241927	241557	1.027	12.870

混合标准工作溶液重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
双酚 A	8.331	8.364	8.316	0.29	3632380	3639477	3634231	0.10
4-叔丁基苯酚	13.701	13.717	13.679	0.14	2898828	2896744	2905046	0.15
4-丁基苯酚	16.325	16.333	16.297	0.12	3649309	3637049	3646220	0.17
4-戊基苯酚	21.676	21.670	21.643	0.08	3493971	3487588	3491833	0.09
4-己基苯酚	27.115	27.099	27.083	0.06	3428026	3409722	3414725	0.28
4-叔辛基苯酚	30.626	30.605	30.599	0.05	2975567	2966999	2975251	0.16
4-庚基苯酚	32.232	32.211	32.209	0.04	3222420	3215529	3214182	0.14
4-支链壬基苯酚	36.168	36.147	36.152	0.03	1542127	1532269	1536184	0.32
4-辛基苯酚	36.987	36.965	36.972	0.03	3037925	3033609	3047331	0.23
4-壬基苯酚	41.367	41.342	41.356	0.03	3004873	2981700	2991663	0.39

3. 结论

本文建立了水质 9 种烷基酚类化合物和双酚 A 测定的 HPLC 方法。参考标准 HJ 1192-2021 中色谱分析条件, 采用色谱柱 ShimNex CS C18 分析 9 种烷基酚类化合物和双酚 A 的混合标准品, 结果显示, 10 种化合物均基线分离, 且峰形和重现性良好。此方法可为水质 9 种烷基酚类化合物和双酚 A 的测定提供参考。

水质 5 种抗生素的测定 高效液相色谱法

SGLC-LC-075

摘要： 本文建立了 Shim-Pack GISS C18 分析 5 种抗生素的液相方法。结果表明，采用色谱柱 Shim-Pack GISS C18 (3.0×100 mm, 3 μm) 同时分析头孢氨苄、头孢西丁钠、头孢曲松钠、阿洛西林钠、青霉素钠。

各组分分离度峰形良好，此方法可为抗生素类提供参考。

关键词： 抗生素 PPCPs Shim-Pack GISS C18 HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-20AD 高效液相色谱仪；

色谱柱：Shim-Pack GISS C18 (3.0×100 mm, 3 μm ; P/N: 227-30053-04)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05) ；

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01) ；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02) ；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04) ；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06) 。

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-Pack GISS C18 (3.0×100 mm, 3 μm)

流动相 A : 10mM 磷酸二氢钾

流动相 B : 乙腈

柱温 : 40°C

检测波长 : 210nm

流速 : 0.6mL/min

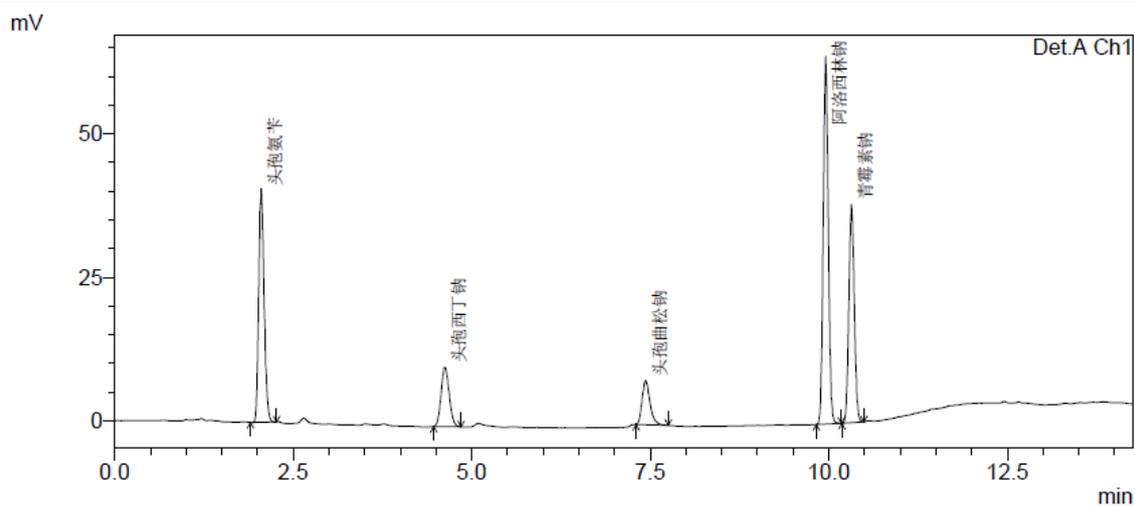
进样量: 1μL

梯度程序如下：

t (min)	0	5	10
B (%)	10	20	80

2. 结果及讨论

色谱图



Peak#	Ret. Time	Area	Height	Theoretical Plate#	Tailing Factor (10%)	Resolution
1	2.052	213061	40221	3985.083	1.153	0.000
2	4.622	81454	10322	8985.932	1.126	15.810
3	7.435	58775	7659	26089.195	1.231	14.834
4	9.955	314018	63367	108729.192	1.069	16.536
5	10.316	200303	37343	100334.615	1.078	2.870
Total		867612	158912			

3. 结论

本文建立了 InertSustainSwift C18 分析 5 种抗生素的液相方法。结果表明，采用色谱柱 Shim-Pack GISS C18 (3.0×100 mm, 3 μm)同时分析头孢氨苄、头孢西丁钠、头孢曲松钠、阿洛西林钠、青霉素钠。各组分分离度峰形良好，此方法可为抗生素类检测提供参考。

水质 24 种抗生素的测定 高效液相色谱法

SGLC-LC/MS-005

摘要： 本文建立了水中 24 种抗生素的 HPLC 测定方法。结果表明，采用色谱柱 Shim-pack GIST C18-AQ (2.1×100 mm, 3 μm) 分析抗生素类化合物，同时与 W 公司同类型色谱柱进行了性能上的对比。结果显示，Shim-pack GIST C18-AQ 与 W 公司同类型柱子在分析以上 24 种 PPCPs 化合物时，从化合物峰形、保留时间及重复性结果上看，化合物在两柱上的分析结果相近，由此说明 Shim-pack GIST C18-AQ 与 W 公司同类型柱子在分析以上化合物时，色谱性能相近。Shim-pack GIST C18-AQ 可作为分析 PPCPs 化合物的色谱柱选择。

关键词： PPCPs Shim-pack GIST C18-AQ

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

岛津液质联用仪 LCMS-8040；

色谱柱：Shim-pack GIST C18-AQ (2.1×100 mm, 3 μm; P/N 227-30765-03);

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack GIST C18-AQ (2.1×100 mm, 3 μm; P/N 227-30765-03)

流速：0.3 mL/min

柱温：40°C

进样量：5 μL

流动相：A：0.1%甲酸的水溶液

B：甲醇

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 4%，洗脱程序见下表。

Time(min)	Module	Command	Value
0.5	Pumps	Pump B Conc.	15
6.0	Pumps	Pump B Conc.	40

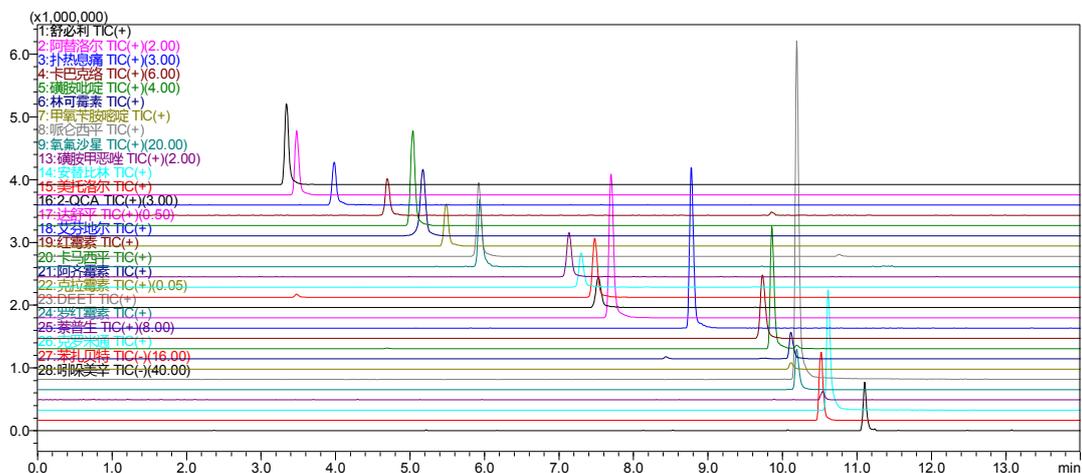
10.0	Pumps	Pump B Conc.	95
13.9	Pumps	Pump B Conc.	95
14.0	Pumps	Pump B Conc.	4
18.0	Controller	Stop	

2. 结果及讨论

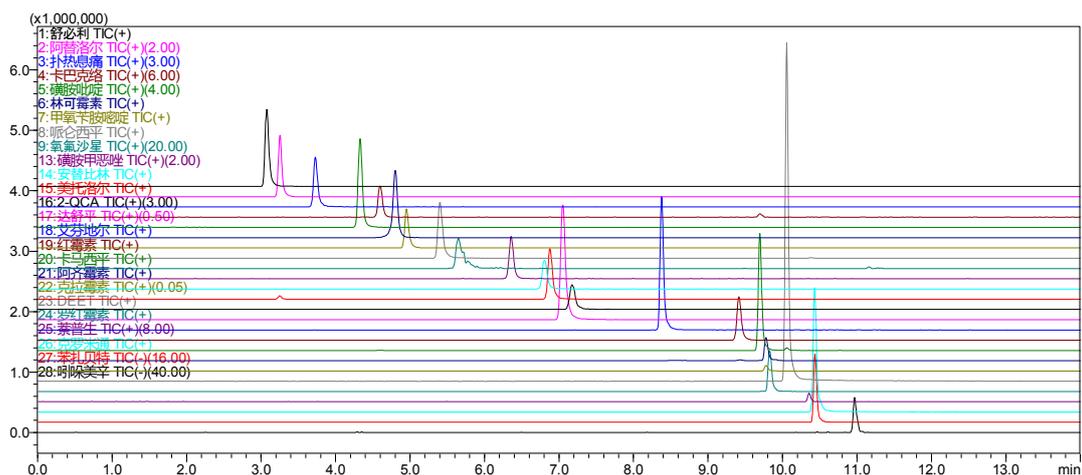
2.1 色谱图

按照上述色谱条件（1.2）进行采集，色谱图如下：

Shim-pack GIST C18-AQ



W 公司同类型柱子



2.2 重复性对比

PPCPs 保留时间和峰面积重复性结果(n=10)

No.	物质名称	RSD% (约为 5.0 µg/L)	
		Shim-pack GIST C18-AQ 柱	W 公司同类型柱子

		R.T	Area	RT	Area
1	舒必利	0.32	2.86	0.69	3.37
2	阿替洛尔	0.30	3.16	0.71	2.35
3	扑热息痛	0.31	4.44	0.29	2.30
4	卡巴克络	0.27	3.99	0.23	3.78
5	磺胺吡啶	0.26	2.41	0.25	2.37
6	林可霉素	0.21	1.75	0.72	2.71
7	甲氧苄胺嘧啶	0.20	1.62	0.64	2.73
8	哌仑西平	0.18	2.65	0.66	2.52
9	氧氟沙星	0.19	5.27	0.71	7.68
10	磺胺甲恶唑	0.18	2.07	0.15	3.70
11	安替比林	0.19	3.22	0.18	2.74
12	美托洛尔	0.11	1.10	0.63	1.88
13	2-QCA	0.18	3.34	0.11	3.19
14	达舒平	0.12	1.26	0.61	2.62
15	艾芬地尔	0.03	1.63	0.32	2.45
16	红霉素	0.03	2.61	0.21	3.55
17	卡马西平	0.05	3.85	0.04	2.87
18	阿齐霉素	0.05	2.00	0.20	1.92
19	克拉霉素	0.05	2.33	0.20	3.14
20	避蚊胺	0.05	1.81	0.03	1.34
21	罗红霉素	0.05	2.70	0.19	2.85
22	苯扎贝特	0.05	4.54	0.03	3.25
23	克罗米通	0.04	2.63	0.03	1.79
24	吡哌美辛	0.05	7.34	0.03	6.81

3. 结论

本文建立了水中 24 种抗生素的 HPLC 测定方法。结果表明，采用色谱柱 Shim-pack GIST C18-AQ (2.1×100 mm, 3 μm) 分析抗生素类化合物，同时与 W 公司同类型色谱柱的性能进行了对比。结果表明，Shim-pack GIST C18-AQ 与 W 公司同类型柱在分析以上 24 种 PPCPs 化合物时，从化合物峰形、保留时间及重复性结果上看，化合物在两柱上的分析结果相近，由此说明 Shim-pack GIST C18-AQ 与 W 公司同类型柱在分析以上化合物时，色谱性能相近。Shim-pack GIST C18-AQ 可作为分析 PPCPs 化合物的色谱柱选择。

水质 抗生素残留的测定 液相色谱-质谱联用法

SGLC-LC/MS-021

摘要：本研究建立了自来水中 44 个抗生素残留同时测定的方法。采用岛津的 InertSep HLB 产品对自来水

样品进行净化富集，Shim-pack GIST C18 色谱柱进行分离，串联质谱 LCMS-8050 检测分析。对空白样品进行 2.0 ng/L 和 20.0 ng/L 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，具体结果如下：2.0 ng/L 加标浓度的加标回收率为 61.4%-115.5%，RSD 为 2.19%-16.60%；20.0 ng/L 加标浓度的加标回收率为 61.20%-115.8%，RSD 为 1.58%-13.07%，回收率高，重现性好。该方法适用于水中喹诺酮类、磺胺类、硝唑类、大环内酯类和氯霉素类等抗生素残留的同时测定。

关键词：InertSep HLB 抗生素 自来水 LC-MSMS

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

仪器配置：Shimadzu LC-30A 与 LCMS-8050 联用系统；

色谱柱：Shim-pack GIST C18，100×2.1 mm，2 μm (P/N: 227-30001-04)；

固相萃取小柱：InertSep HLB 200 mg/6mL (P/N: 5010-81976) ；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05) ；

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01) ；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02) ；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04) ；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06) 。

1.2 分析条件

UHPLC 条件

色谱柱：Shim-pack GIST C18，100×2.1 mm，2 μm (P/N: 227-30001-04)

流 速：0.3 mL/min

进样量：5 μL

柱 温：40 °C

流动相： A: 0.1%甲酸水 B: 甲醇

梯度洗脱程序如下：

时间 (Min)	0	3	8	11	12	15
A (%)	90	80	65	5	90	90
B (%)	10	20	35	95	10	10

质谱条件

离子化模式：ESI，正离子扫描

扫描模式：多反应监测(MRM)

碰撞气：氩气

加热气：氮气 10 L/min

雾化气：氮气 3 L/min

干燥气：氮气 10 L/min

接口温度： 300°C

DL 温度： 250 °C

加热模块温度： 400 °C

延迟时间： 1 ms

各化合物 MRM 参数见下表

序号	兽药	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias	CE	Q3 Pre Bias
1	磺胺醋酰	215.0	156.0	-10	-11	-27
		215.0	92.2	-11	-24	-14
2	甲硝唑	172.0	128.1	-11	-16	-20
		172.0	82.1	-11	-25	-30
3	地美硝唑	142.0	96.1	-12	-17	-15
		142.0	95.2	-12	-23	-15
4	磺胺异噻啉	279.0	124.1	-13	-22	-19
		279.0	186.0	-13	-17	-17
5	磺胺嘧啶	251.0	156.1	-12	-16	-26
		251.0	108.1	-12	-23	-17
6	磺胺噻唑	255.9	156.0	-12	-15	-26
		255.9	108.1	-12	-23	-16
7	替硝唑	247.9	121.1	-12	-16	-18
		247.9	128.1	-11	-21	-20
8	磺胺吡啶	249.9	156.0	-12	-16	-26
		249.9	108.1	-11	-25	-17
9	磺胺甲基噻啉	265.0	108.1	-12	-26	-17
		265.0	156.0	-12	-17	-13
10	甲氧苄啶	291.0	230.1	-10	-24	-22
		291.0	123.1	-10	-24	-19
11	麻保沙星	363.0	320.1	-10	-16	-13
		363.0	345.2	-10	-22	-21
12	氟罗沙星	369.9	326.3	-18	-19	-29
		369.9	269.2	-18	-27	-23
13	磺胺甲噻二唑	270.8	156.0	-12	-15	-25
		270.8	108.1	-13	-25	-17
14	氧氟沙星	361.9	318.2	-10	-20	-30
		361.9	261.1	-10	-28	-25
15	伊诺沙星	321.0	303.1	-11	-22	-30
		321.0	232.1	-11	-36	-22
16	培氟沙星	334.0	316.1	-15	-22	-30
		334.0	290.2	-15	-19	-28
17	磺胺甲氧哒嗪	281.0	156.0	-13	-17	-26
		281.0	108.1	-13	-26	-16
18	磺胺二甲噻啉	279.0	186.0	-13	-18	-17
		279.0	124.1	-13	-24	-19
19	奥硝唑	219.8	128.1	-10	-16	-20

		219.8	82.1	-11	-30	-30
20	诺氟沙星	319.9	302.1	-11	-22	-30
		319.9	276.1	-10	-18	-27
21	环丙沙星	331.9	314.1	-11	-22	-30
		331.9	231.1	-11	-37	-22
22	磺胺对甲氧嘧啶	280.9	156.0	-10	-17	-14
		280.9	108.1	-10	-26	-16
23	磺胺氯吡啶	284.9	156.1	-10	-15	-14
		284.9	108.1	-13	-25	-17
24	恩诺沙星	360.0	316.2	-10	-20	-30
		360.0	342.1	-10	-23	-21
25	达氟沙星	357.9	340.1	-10	-24	-21
		357.9	82.1	-10	-44	-30
26	洛美沙星	352.0	265.1	-10	-24	-25
		352.0	308.2	-10	-18	-30
27	磺胺甲恶唑	254.0	156.0	-12	-16	-25
		254.0	108.1	-12	-24	-17
28	奥比沙星	396.0	352.1	-11	-19	-22
		396.0	295.0	-11	-25	-29
29	双氟沙星	399.9	382.1	-11	-23	-24
		399.9	356.1	-11	-21	-15
30	磺胺间甲氧嘧啶	281.0	156.0	-13	-18	-14
		281.0	108.1	-13	-27	-17
31	沙拉沙星	386.0	368.1	-11	-23	-23
		386.0	342.1	-11	-20	-21
32	磺胺间二甲氧嘧啶	310.9	156.1	-11	-21	-26
		310.9	108.1	-11	-29	-17
33	磺胺邻二甲氧嘧啶	310.9	156.0	-14	-18	-25
		310.9	108.1	-11	-27	-17
34	斯帕沙星	393.0	349.1	-11	-21	-22
		393.0	292.1	-11	-26	-28
35	螺旋霉素	843.2	174.2	-22	-35	-29
		843.2	142.1	-22	-35	-12
36	替米考星	869.4	696.4	-20	-42	-32
		869.4	174.1	-20	-45	-30
37	磺胺喹恶林	300.8	156.0	-10	-17	-14
		300.8	108.0	-13	-26	-17
38	恶奎酸	262.0	244.0	-12	-20	-23
		262.0	216.0	-11	-29	-20
39	吉他霉素	772.2	109.0	-22	-42	-17
		772.2	174.1	-22	-31	-15
40	交沙霉素	828.3	109.0	-20	-45	-17

		828.3	174.2	-20	-33	-16
41	氟甲喹	261.9	244.1	-12	-20	-23
		261.9	202.0	-12	-33	-18
42	甲砒霉素	353.9	185.1	17	21	12
		353.9	290.1	17	13	14
43	氟苯尼考	355.9	336.1	18	11	12
		355.9	185.1	17	20	12
44	氯霉素	320.8	152.1	16	17	15
		320.8	257.1	16	11	12

*定量离子对

1.3 样品前处理

1.3.1 样品准备

精密量取样品 500 mL 于烧杯中，加 1.0 g Na₂EDTA，超声溶解，盐酸调 pH 至 4.0，待净化。

1.3.2 样品净化

InertSep HLB 500 mg/6 mL

5 mL 甲醇、5 mL 水活化，弃去流出液；待净化液以 5-7 mL/min 的流速上样，弃去流出液；6 mL 水以 5-7 mL/min 的流速清洗，弃去流出液；减压抽干小柱 10 min；5 mL 甲醇-乙酸乙酯（50：50）以 1-2 mL/min 的流速洗脱，收集流出液；将收集的洗脱液于 35°C 下氮吹至 1 mL 以下，用 20% 甲醇水溶液定容至 1 mL，涡旋混匀，过 0.22 μm 微孔滤膜，供 LC-MS/MS 分析。流程图见图 1。

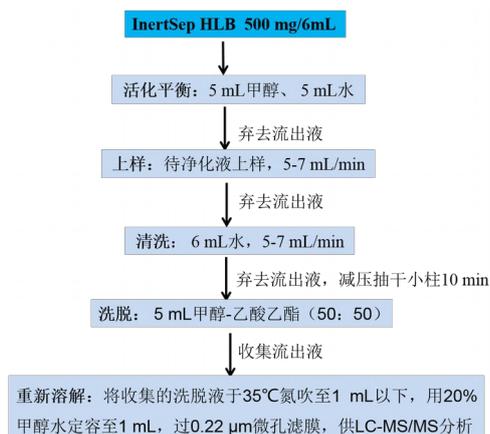
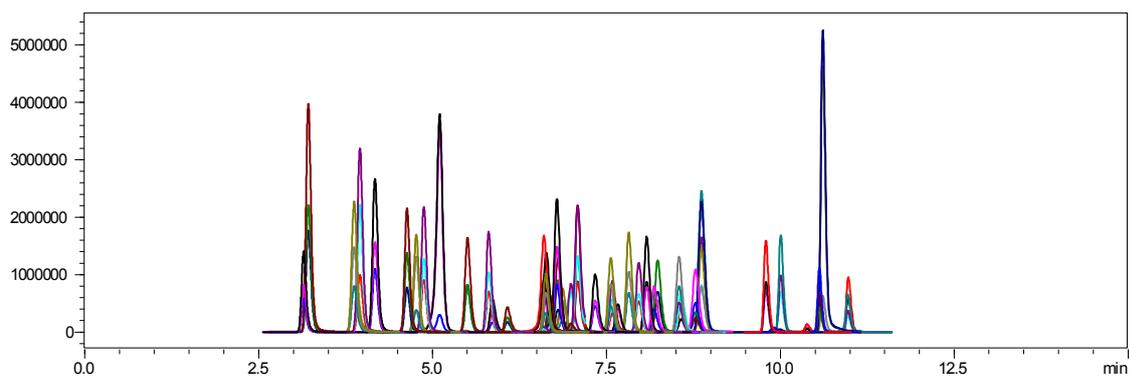


图 1 样品净化流程图

2. 结果及讨论

2.1 标准品的 MRM 色谱图



44 种兽药的 MRM 色谱图 (10 μg/L)

2.2 自来水中 44 种抗生素的 LC-MS/MS 检测添加回收结果

将空白样品进行 2.0 ng/L 和 20.0 ng/L 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，具体结果如下：2.0 ng/L 加标浓度的加标回收率为 61.4%-115.5%，RSD 为 2.19%-16.60%；20.0 ng/L 加标浓度的加标回收率为 61.20%-115.8%，RSD 为 1.58%-13.07%。

序号	兽药	添加水平 (2.0 ng/L)		添加水平 (20.0 ng/L)	
		回收率 (%)	RSD(%)	回收率 (%)	RSD(%)
1	磺胺醋酰	84.1	7.66	93.2	4.51
2	甲硝唑	88.9	3.12	101.4	5.07
3	地美硝唑	93.2	4.85	103.8	4.48
4	磺胺异噻啉	75.5	6.91	61.2	3.32
5	磺胺嘧啶	79.0	8.39	79.3	2.34
6	磺胺噻唑	76.2	6.03	76.0	1.58
7	替硝唑	92.6	5.59	105.7	5.11
8	磺胺吡啶	73.6	10.17	78.3	3.74
9	磺胺甲基噻啉	79.4	9.00	73.8	4.97
10	甲氧苄啶	89.5	4.36	93.0	4.46
11	麻保沙星	64.8	13.75	101.0	11.76
12	氟罗沙星	77.9	7.26	105.8	12.79
13	磺胺甲噻二唑	75.6	4.70	77.7	4.59
14	氧氟沙星	68.9	14.18	103.5	13.07
15	伊诺沙星	68.6	11.02	105.2	10.27
16	培氟沙星	68.4	9.88	105.1	12.72
17	磺胺甲氧哒嗪	76.9	11.68	75.5	4.16
18	磺胺二甲噻啉	79.1	8.53	70.1	4.37
19	奥硝唑	95.8	3.00	106.0	5.13
20	诺氟沙星	69.2	16.60	107.1	10.51
21	环丙沙星	72.1	12.87	96.7	12.47
22	磺胺对甲氧嘧啶	77.7	9.64	72.5	4.00
23	磺胺氯哒嗪	77.0	6.00	76.7	4.96
24	恩诺沙星	68.9	8.29	115.8	12.01

25	达氟沙星	62.3	12.21	112.0	13.22
26	洛美沙星	75.4	7.56	93.4	13.14
27	磺胺甲恶唑	80.3	8.43	85.8	6.33
28	奥比沙星	88.1	8.09	88.0	8.35
29	双氟沙星	76.5	8.36	106.9	10.83
30	磺胺间甲氧嘧啶	75.5	9.08	76.5	3.94
31	沙拉沙星	81.2	15.96	87.6	11.57
32	磺胺间二甲氧嘧啶	75.8	2.79	67.0	5.31
33	磺胺邻二甲氧嘧啶	78.3	7.49	72.2	3.56
34	斯帕沙星	81.2	7.99	72.0	8.36
35	螺旋霉素	61.4	11.06	74.8	5.57
36	替米考星	64.4	5.98	80.4	2.99
37	磺胺奎恶啉	63.5	10.54	69.0	6.57
38	恶奎酸	91.5	6.63	96.9	3.32
39	吉他霉素	88.1	4.23	83.3	4.69
40	交沙霉素	83.4	7.24	76.6	4.32
41	氟甲奎	92.6	13.33	103.7	4.15
42	甲矾霉素	115.5	3.03	94.4	6.11
43	氟苯尼考	101.9	9.18	98.1	6.65
44	氯霉素	101.6	2.19	97.6	5.52

3. 结论

采用岛津的 InertSep HLB 产品对自来水样品进行净化富集，Shim-pack GIST C18 色谱柱进行分离串联质谱 LCMS-8050 检测分析。对空白样品进行 2.0 ng/L 和 20.0 ng/L 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，具体结果如下：2.0 ng/L 加标浓度的加标回收率为 61.4%-115.5%，RSD 为 2.19%-16.60%；20.0 ng/L 加标浓度的加标回收率为 61.20%-115.8%，RSD 为 1.58%-13.07%，回收率高，重现性好。该方法适用于水中喹诺酮类、磺胺类、硝唑类、大环内酯类和氯霉素类等抗生素残留的同时测定。

水质 氧化乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、辛硫磷残留量的测定 液相色谱-三重四级杆质谱法

SGLC-LC/MS-052

摘要：本文建立了水质中氧化乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、辛硫磷残留量测定的方法。参照国标 HJ 1183-2021 方法，采用岛津 SHIMSEN Styra C18 以及 SHIMSEN Styra HLB 固相萃取小柱对水进行净化，Shim-pack Velox Biphenyl 色谱柱进行分离，采用岛津液相色谱-质谱联用仪 LCMS-8060NX 进行检测分析。对水空白样品进行 2.0 μg/L 加标，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，结果显示，加标回收率为 71.91%-103.69%，RSD 为 2.22%-7.54%，回收率高，重现性好。该方法可为水质中氧化乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、辛硫磷残留量的测定提供参考。

关键词：水 SHIMSEN Styra C18 SHIMSEN Styra HLB Shim-pack Velox Biphenyl 氧化乐果 甲胺磷 乙酰甲胺磷 辛硫磷 LC-MSMS

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-40B X3 与 LCMS-8060NX 联用系统；

色谱柱：Shim-pack Velox Biphenyl (2.7 μm, 4.6×150 mm; P/N: 227-32017-04)；

固相萃取小柱：SHIMSEN Styra C18 (500mg/6mL, P/N: 380-00872-02)；

SHIMSEN Styra HLB (500mg/6mL, P/N: 380-00197-02)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 分析条件

UHPLC 条件：

色谱柱：Shim-pack Velox Biphenyl (2.7 μm, 4.6×150 mm; P/N: 227-32017-04)

流速：0.6 mL/min；

进样量：5 μL (CO-injection, 20 μL 水)

柱温：30 °C

流动相：A: 5 mmol/L 甲酸铵溶液

B: 5 mmol/L 甲酸铵甲醇溶液

梯度洗脱程序如下:

时间(Min)	0	1	3	4.5	8.5	8.6	11
A(%)	95	60	15	5	5	95	95
B(%)	5	40	85	95	95	5	5

质谱条件:

离子化模式: ESI, 正离子扫描; 扫描模式: 多反应监测 (MRM)

碰撞气: 氦气 加热气: 干燥空气 10 L/min

雾化气: 氮气 3 L/min 干燥气: 氮气 10 L/min

接口温度: 300°C DL 温度: 150 °C

加热模块温度: 400 °C

各化合物 MRM 参数见下表

序号	化合物	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias	CE	Q3 Pre Bias
1	甲胺磷	142.0	93.9	-10	-14	-24
		142.0	124.9	-17	-15	-25
2	甲胺磷-d ₆	148.0	97.1	-11	-16	-22
		148.0	130.9	-11	-18	-26
3	乙酰甲胺磷	184.0	142.9	-20	-9	-30
		184.0	95.0	-10	-23	-22
4	氧化乐果	214.0	183.0	-11	-9	-15
		214.0	154.9	-11	-16	-19
5	氧化乐果-d ₆	220.2	188.9	-11	-11	-16
		220.2	161.0	-12	-16	-19
6	辛硫磷	299.1	77.0	-15	-29	-19
		299.1	129.0	-15	-11	-29
7	辛硫磷-d ₅	303.8	82.2	-22	-29	-18
		303.8	134.0	-16	-10	-29

1.3 样品前处理

辛硫磷的净化: SHIMSEN Styra C18 (500 mg/6 mL)

依次加 10 mL 甲醇, 10 mL 水, 弃去流出液; 取 5.0 mL 样品上样, 以约 3 mL/min (约 1 滴/秒) 的流速通过 C18 小柱, 接收上样流出液¹, 待用下述 SHIMSEN Styra HLB 小柱净化; 抽干小柱 15 min; 10 mL 乙腈-乙酸乙酯混合溶液 (1: 4) 洗脱, 收集洗脱液¹。净化流程图见图 1:

甲胺磷、氧化乐果和乙酰甲胺磷的净化: SHIMSEN Styra HLB (500 mg/6 mL)

依次加 10 mL 甲醇, 10 mL 水, 弃去流出液; 取上述上样流出液¹上样, 以约 3 mL/min (约 1 滴/秒) 的流速通过 HLB 小柱, 弃去流出液; 抽干小柱 15 min; 10 mL 甲醇洗脱, 收集洗脱液²。合并

上述洗脱液¹和洗脱液²，减压浓缩至近干，用乙腈-水混合溶液（1：1）定容至5.0 ml。经0.22 μm微孔滤膜过滤后，取1.0 mL滤液于棕色样品瓶中，加入10.0 μL内标使用液，混匀，供LC-MS/MS分析。净化流程图见图2：

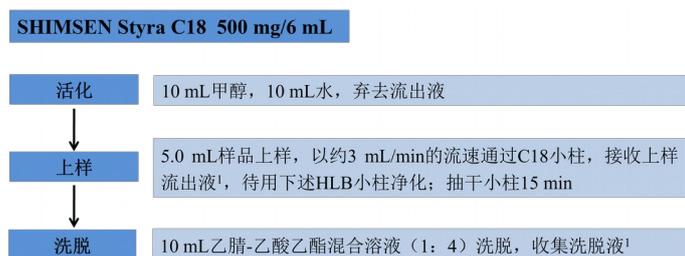


图1 辛硫磷净化流程图

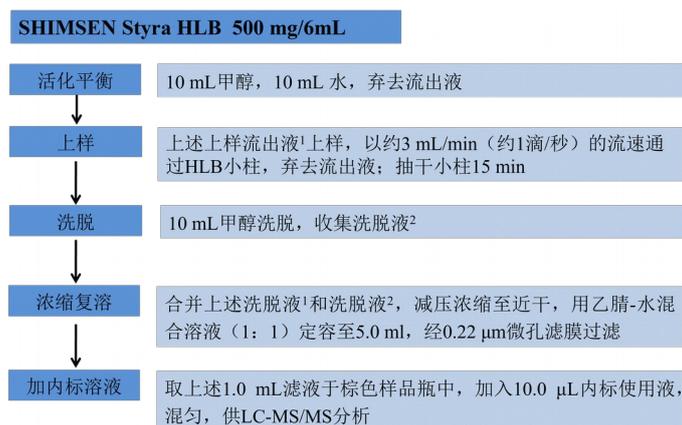
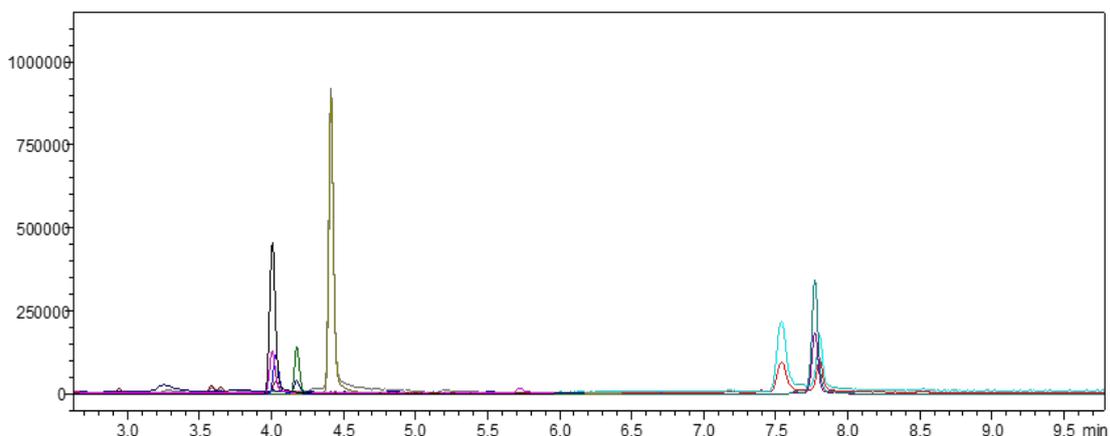


图2 甲胺磷、氧化乐果和乙酰甲胺磷净化流程图

2. 实验结果及讨论

2.1 标准品的 MRM 色谱图



水质中氧化乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、辛硫磷标准品 MRM 谱图（浓度：2 ng/mL）

2.2 水质中氧化乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、辛硫磷的 LC-MS/MS 检测添加回收结果

将水空白样品进行 2.0 $\mu\text{g/L}$ 加标，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，结果显示，加标回收率为 71.91%-117.12%，RSD 为 2.22%-7.54%，回收率高，重现性好。各化合物回收率及 RSD 数据见下表：

序号	化合物	添加水平 (2.0 $\mu\text{g/L}$, n=3)	
		平均回收率	RSD
1	甲胺磷	103.69%	3.35%
2	乙酰甲胺磷	90.59%	7.07%
3	氧化乐果	103.14%	2.22%
4	辛硫磷	71.91%	7.54%

3. 结论

本文建立了水质中氧化乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、辛硫磷残留量测定的方法。参照国标 HJ 1183-2021 方法，采用岛津 SHIMSEN Styra C18 以及 SHIMSEN Styra HLB 固相萃取小柱对水进行净化，Shim-pack Velox Biphenyl 色谱柱进行分离，采用岛津液相色谱-质谱联用仪 LCMS-8060NX 进行检测分析。对水空白样品进行 2.0 $\mu\text{g/L}$ 加标，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，结果显示，加标回收率为 71.91%-103.69%，RSD 为 2.22%-7.54%，回收率高，重现性好。该方法可为水质中氧化乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、辛硫磷残留量的测定提供参考。

环境空气 挥发性卤代烃的测定 气相色谱法

SGLC-GC-057

摘要：本文建立了挥发性卤代烃的 GC 测定方法。参照 HJ 645-2013 中色谱条件并进行优化，采用色谱柱 SH-1 对 21 种卤代烃进行分析，岛津 GC2030 气相色谱仪进行检测。结果表明，21 种卤代烃峰形对称，重现性好，满足标准要求。本方法可为 21 种卤代烃的测定提供参考。

关键词：环境空气 挥发性卤代烃 SH-1 GC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu GC-2030 气相色谱仪；

纯水机：PR-FP-0120 α -MT1（+ 60L 水箱 + 取水器）

色谱柱：SH-1（60 m \times 0.32 mm \times 1.0 μ m；P/N：221-75725-60）；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器（P/N：380-00341-05）；

GC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial（P/N：227-34002-01）；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10（P/N：380-00751-02）；

SHIMSEN Pipet PMII-100（P/N：380-00751-04）；

SHIMSEN Pipet PMII-1000（P/N：380-00751-06）。

1.2 混合标准使用液的制备

取挥发性卤代烃市售有证标准溶液适量，用二硫化碳稀释 10 倍，配制成标准使用液（以氯苯计，浓度为 100 μ g/mL），临用现配。

1.3 分析条件

色谱柱：SH-1（60 m，0.32 mm \times 1.0 μ m；P/N：221-75725-60）

升温程序：初始温度 35 $^{\circ}$ C 保持 10 min，以每分钟 4 $^{\circ}$ C 的速率升温至 100 $^{\circ}$ C，以每分钟 8 $^{\circ}$ C 的速率升温至 200 $^{\circ}$ C，保持 1 分钟，以每分钟 30 $^{\circ}$ C 的速率升温至 300 度，保持 5 分钟

载气：N₂

进样口温度：220 $^{\circ}$ C

分流模式：分流比 10：1

控制模式：恒流模式

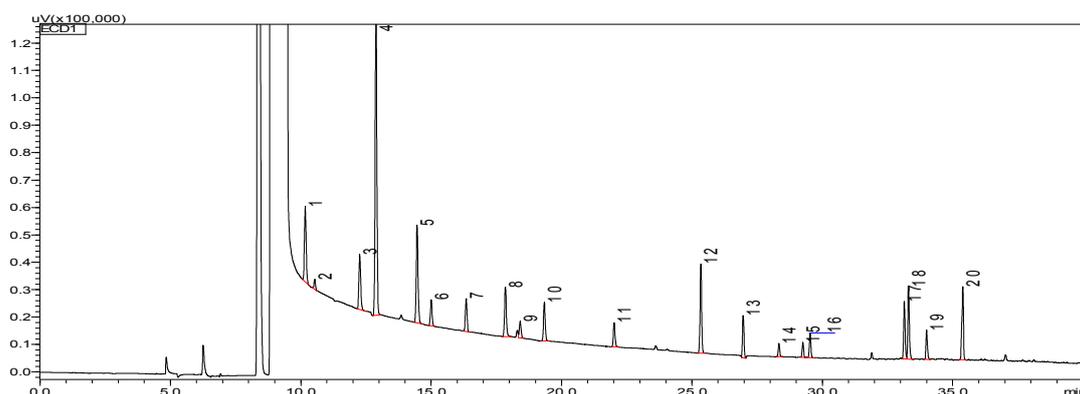
初始流速：1.5 mL/min

检测器：ECD，温度：320 $^{\circ}$ C

进样量: 1 μ L

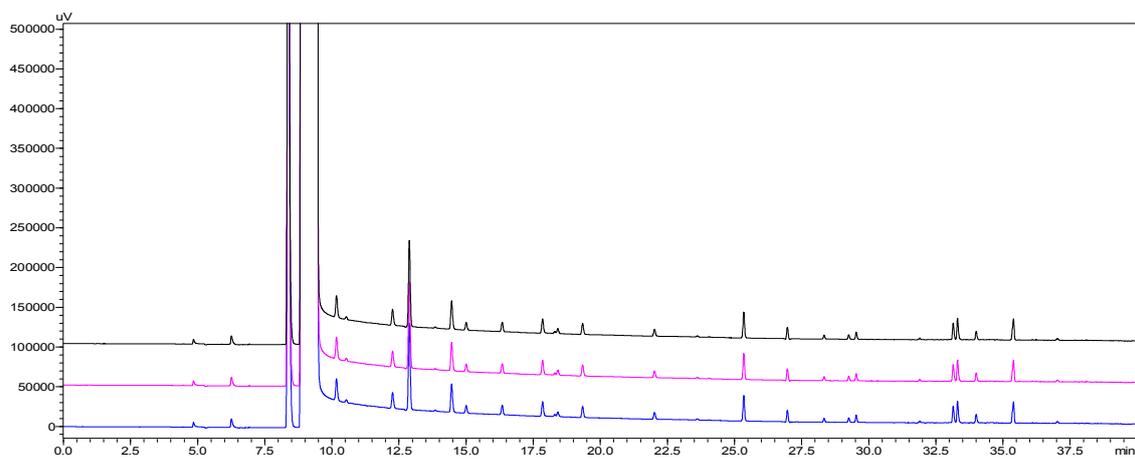
2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，标准使用液色谱图如下：



序号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	反式-1, 2-二氯乙烯	10.171	129066	27380	108133	1.105	--
2	1, 1-二氯乙烯	10.536	14186	3645	164065	0.976	3.211
3	顺式-1, 2-二氯乙烯	12.258	96915	20126	151484	1.143	14.973
4	三氯甲烷	12.883	510616	108722	172484	1.038	4.998
5	1, 2-二氯乙烷	14.459	170898	35482	209744	1.123	12.585
6	1, 1, 1-三氯乙烷	15.003	43476	9546	245570	1.024	4.398
7	四氯化碳	16.343	52795	11966	311820	1.013	11.252
8	1, 2-二氯丙烷	17.847	87106	18048	334657	1.076	12.507
9	三氯乙烯	18.414	27524	6046	373119	--	4.652
10	1-溴-2-氯乙烷	19.339	64132	14001	412915	1.056	7.677
11	1, 1, 2-三氯乙烷	22.017	40476	8772	528413	1.073	22.171
12	四氯乙烯	25.342	137858	32420	802832	0.988	28.389
13	氯苯	26.966	62043	15290	962678	1.099	14.556
14	三溴甲烷	28.335	18280	4870	1307195	1.023	13.104
15	1, 1, 2, 2-四氯乙烷	29.253	21067	5582	1352917	1.053	9.19
16	1, 2, 3-三氯丙烷	29.531	35272	8919	1308430	1.08	2.723
17	苄基氯	33.143	82854	20797	1624424	1.164	34.853
18	1, 4-二氯苯	33.305	108057	26675	1632433	1.212	1.55
19	1, 2-二氯苯+1, 3-二氯苯	33.999	41511	10713	1840237	1.211	6.788
20	六氯乙烷	35.389	114285	26691	1566508	0.814	13.034

重现性



3. 结论

本文建立了挥发性卤代烃的 GC 测定方法。参照 HJ 645-2013 中色谱条件，采用色谱柱 SH-1 对 21 种卤代烃进行分析，岛津 GC2030 气相色谱仪进行检测。结果表明，21 种卤代烃峰形对称，重现性好满足标准要求。本方法可为 21 种卤代烃的测定提供参考。

环境空气 工业清洗剂 HCFC-141b、CFC-113、TCA 和 CTC 的测定 气相色谱-质谱法

SGLC-GC/MS-017

摘要：本文建立了工业清洗剂 HCFC-141b、CFC-113、TCA 和 CTC 的 GC/MS 测定方法。结果表明，参照 HJ 1196-2021 中色谱条件，采用色谱柱 SH-I-1ms 分析 HCFC-141b、CFC-113、TCA 和 CTC 四种工业清洗剂，峰形对称，理论塔板数高，满足 HJ 1196-2021 要求。此方法可为工业清洗剂 HCFC-141b、CFC-113、TCA 和 CTC 的测定提供参考。

关键词：工业清洗剂 SH-I-1ms GC/MS

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu GC-2030 气相色谱仪；

色谱柱：SH-I-1ms (60 m, 0.25 mm × 1.0 μm; P/N: 227-36007-03; S/N: 1651265)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

GC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34002-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 标准品溶液的制备

取工业清洗剂 HCFC-141b、CFC-113、TCA 和 CTC 市售混合标准品适量 (浓度：2000 mg/L)，用甲醇稀释制成浓度为 100 mg/L 的溶液，作为标准品溶液。

1.3 分析条件

1.3.1 色谱条件

色谱柱：SH-I-1ms (60 m, 0.25 mm × 1.0 μm; P/N: 227-36007-03; S/N: 1651265)

升温程序：初始温度 40 °C 保持 2 min，以 5 °C/min 的速率升温至 100 °C，再以 15 °C/min 的速率升温至 220 °C

载气：He

进样口温度：240 °C

分流模式：分流 (20: 1)

控制模式：恒流量 (1.0 mL/min)

初始流速：1.0 mL/min

进样量：1 μ L

1.3.2 色谱条件

电离模式：电子轰击模式（EI）

电子轰击能量：70 eV

离子源温度：230 $^{\circ}$ C

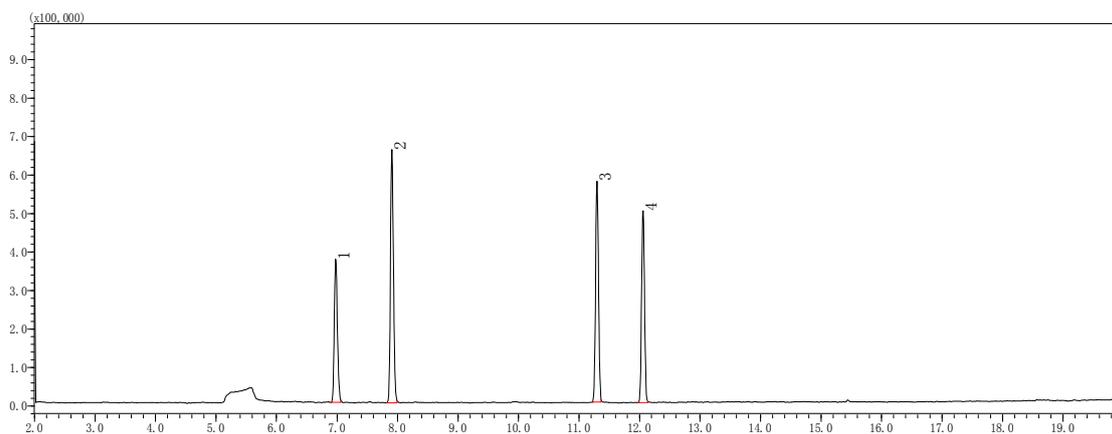
传输线温度：250 $^{\circ}$ C

数据采集模式：Scan（45-200u）

溶剂延迟：2 min

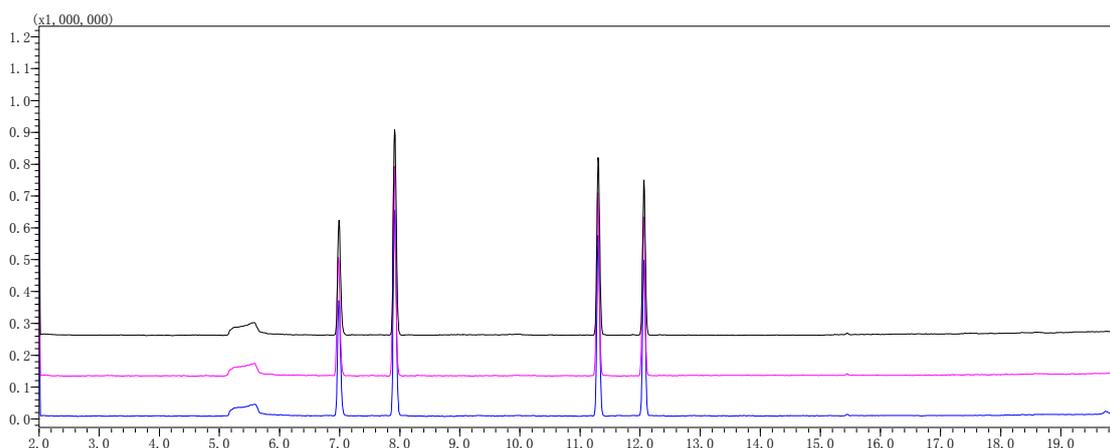
2. 实验结果

标准品溶液



序号	目标物简称	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高
1	HCFC-141b	1,1-二氯-1-氟乙烷	6.984	581554	164061
2	CFC-113	1,1,2-三氯-1,2,2-三氟乙烷	7.908	499038	146793
3	TCA	1,1,1-三氯乙烷	11.282	660488	197580
4	CTC	四氯化碳	12.066	564459	171851

重现性



目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
HCFC-141b	581554	599642	589575	1.54	164061	168258	164876	1.34
CFC-113	499038	511971	500004	1.43	146793	149355	147084	0.95
TCA	660488	683752	672412	1.73	197580	204267	201615	1.67
CTC	564459	580492	572270	1.40	171851	174486	171561	0.93

3. 结论

本文建立了工业清洗剂 HCFC-141b、CFC-113、TCA 和 CTC 测定的 GC/MS 方法。结果表明，参照 HJ 1196-2021 中色谱条件，采用色谱柱 SH-I-1ms 分析 HCFC-141b、CFC-113、TCA 和 CTC 四种工业清洗剂，峰形对称，理论塔板数高，满足 HJ 1196-2021 要求。此方法可为工业清洗剂 HCFC-141b、CFC-113、TCA 和 CTC 的测定提供参考。

环境空气 6 种挥发性羧酸类化合物的测定 气相色谱-质谱法

SGLC-GC/MS-0X

摘要：本文建立了 6 种挥发性羧酸类化合物测定的 GC-MS 方法。参照 HJ 1220-2021 的方法，采用色谱柱 SH-Polar D 对 6 种挥发性羧酸类化合物进行分析。结果表明，各化合物峰形对称，重现性好，满足标准要求。本方法可为 6 种挥发性羧酸类化合物测定提供参考。

关键词：6 种挥发性羧酸类化合物 环境空气 SH-Polar D GC-MS

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

仪器配置：岛津 GCMS-TQ8050NX 气相色谱-质谱联用仪；

色谱柱：SH-Polar D (30 m×0.25 mm×0.25 μm；P/N：221-75981-30)；

纯水机：PR-FP-0120α-MT1 (+ 60L 水箱 + 取水器)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N：380-00341-05)；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N：227-34001-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N：380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N：380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N：380-00751-06)。

1.2 分析条件

1.2.1 色谱条件：

毛细管柱：SH-Polar D (30 m×0.25 mm×0.25 μm；P/N：221-75981-30)

程序升温：初始温度 50 °C，保持 2 min，以 8 °C/min 升温到 150 °C，以 20 °C/min 升温到 220 °C，保持 5 min

载气：He

载气控制模式：恒流

流速：1.5 ml/min

进样口温度：240 °C

进样量：1 μL

进样方式：不分流进样

1.2.2 质谱条件：

电离模式：电子轰击电离（EI）

电子轰击能量：70 eV

离子源温度：230 °C

接口温度：240 °C

溶剂延迟：3 min

数据采集模式：SIM

各化合物 SIM 参数见下表

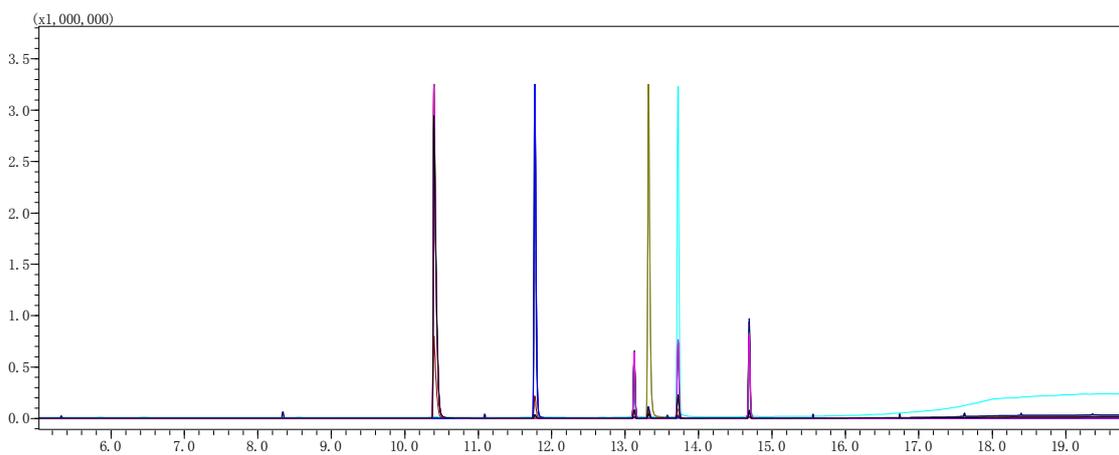
No.	化合物名称	定量离子	定性离子
1	乙酸	45	60
2	丙酸	74	45
3	正丁酸	60	73
4	丙烯酸	72	55
5	异戊酸	60	43, 87
6	正戊酸	60	73

1.3 标准品溶液的制备

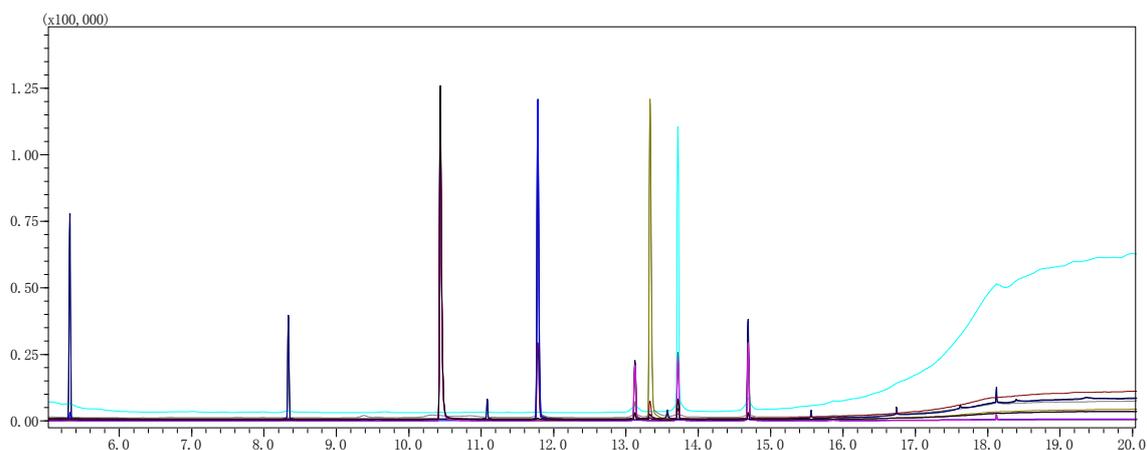
取市售混合标准品适量，用甲基叔丁基醚稀释至浓度为 12 mg/L 和 0.6 mg/L 的溶液（以乙酸计），作为标准品溶液。

2. 结果及讨论

2.1 标准品的色谱图



混合标准品溶液的 SIM 色谱图（12 mg/L，以乙酸计）



混合标准品溶液的 SIM 色谱图 (0.6 mg/L, 以乙酸计)

重现性数据 (混合标准品溶液: 0.6 mg/L, 以乙酸计)

目标物	保留时间 (min)				面积 (Area)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
乙酸	10.437	10.434	10.439	0.02	247732	249758	243482	1.29
丙酸	11.783	11.783	11.786	0.01	95749	96315	94480	0.98
正丁酸	13.127	13.125	13.128	0.11	32975	33348	32756	0.90
丙烯酸	13.334	13.333	13.337	0.01	64074	64057	63952	0.10
异戊酸	13.721	13.719	13.722	0.01	38038	38456	37470	1.30
正戊酸	14.690	14.689	14.692	0.01	40654	41205	40154	1.29

3. 结论

本文建立了 6 种挥发性羧酸类化合物测定的 GC-MS 方法。参照 HJ 1220-2021 的方法, 采用色谱柱 SH-Polar D 对 6 种挥发性羧酸类化合物进行分析。结果表明, 各化合物峰形对称, 重现性好, 满足标准要求。本方法可为 6 种挥发性羧酸类化合物测定提供参考。

环境空气 8 种苯系物的测定 气相色谱法

SGLC-GC-027

摘要：本文建立了苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、间二甲苯、对二甲苯、异丙苯和苯乙烯 8 种苯系物的 GC-FID 测定方法。结果表明，采用色谱柱 SH-Polarwax (30 m, 0.25 mm × 0.25 μm) 和 SH-Wax(30 m, 0.25 mm × 0.25 μm) 分析 8 种苯系物，各个色谱峰均能达到基线分离，且峰形和重现性良好，满足 HJ 583-2010 标准要求。此方法可为环境空气中苯系物的检测提供参考。

关键词：环境空气 苯系物 SH-Polarwax SH-Wax GC-FID

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu GC-2030 气相色谱仪；

色谱柱：SH-Polarwax (30 m, 0.25 mm × 0.25 μm; P/N: 227-36305-02)；

SH-Wax (30 m, 0.25 mm × 0.25 μm; P/N: 221-75893-30)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

GC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34002-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 对照品混合溶液的制备

精密量取苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、间二甲苯、对二甲苯、异丙苯、苯乙烯的标准贮备液适量，用甲醇稀释并定容至各组分浓度为 100 μg/mL，混匀，即得。

1.3 分析条件及实验结果

1.3.1 分析条件

色谱柱：SH-Polarwax (30 m, 0.25 mm × 0.25 μm; P/N: 227-36305-02)

升温程序：65℃恒温 15 min

载气：N₂

分流模式：分流 (20:1)

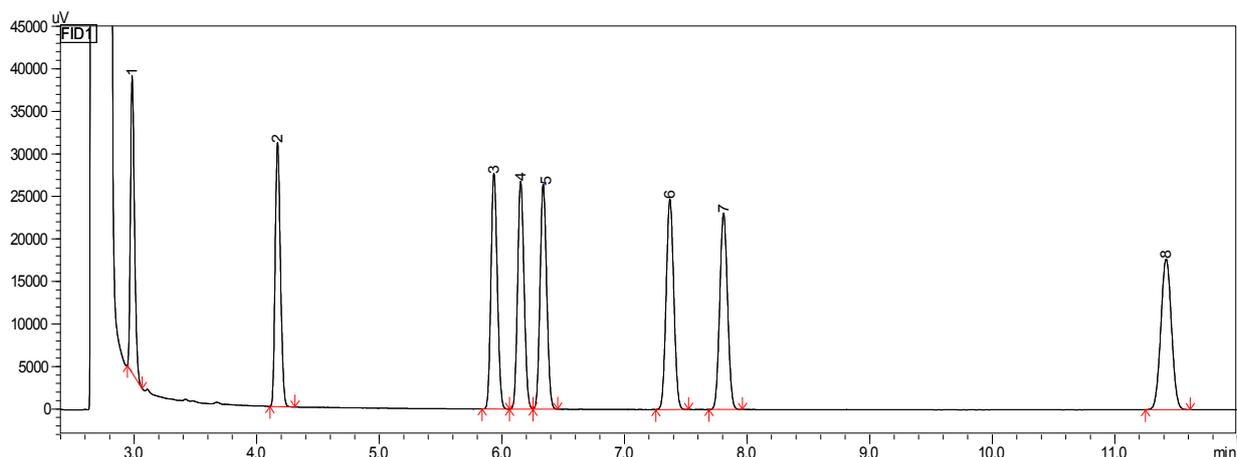
色谱柱流量：恒线速度，初始流速 1.0 mL/min

进样口温度：200℃

检测器：FID， 温度：250℃

实验结果

按照上述色谱条件（1.3.1）进行采集，对照品溶液色谱图如下：



序号	化合物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	苯	2.982	81179	35135	39681	1.304	--
2	甲苯	4.168	92885	31075	44759	1.196	17.098
3	乙苯	5.931	99942	28057	62734	1.113	20.321
4	对二甲苯	6.149	98668	27164	64848	1.102	2.278
5	间二甲苯	6.333	99523	26542	64984	1.093	1.877
6	异丙苯	7.365	107084	24985	66741	1.049	9.674
7	邻二甲苯	7.803	102765	23225	69858	1.045	3.771
8	苯乙烯	11.411	107101	17834	81346	1.017	25.948

重复性

峰号	保留时间 (min)				面积 (Area)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
1	2.982	2.983	2.982	0.03	81179	80009	77866	2.11
2	4.168	4.17	4.169	0.02	92885	92354	89058	2.27
3	5.931	5.935	5.935	0.04	99942	99409	95704	2.35
4	6.149	6.153	6.153	0.04	98668	98130	94478	2.35
5	6.333	6.337	6.337	0.04	99523	98898	95242	2.36
6	7.365	7.37	7.37	0.04	107084	106546	102591	2.33
7	7.803	7.809	7.808	0.04	102765	102208	98103	2.52
8	11.411	11.419	11.419	0.04	107101	106806	102629	2.37

1.3.2 分析条件

色谱柱：SH-Wax (30 m, 0.25 mm × 0.25 μm; P/N: 221-75893-30)

升温程序：65℃恒温 15 min

载气：N₂

分流模式：分流（20:1）

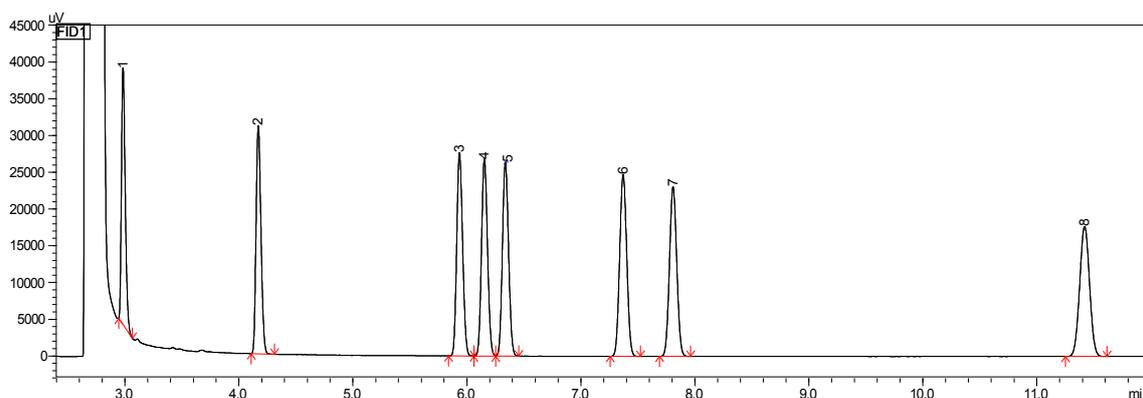
色谱柱流量：恒线速度，初始流速 1.0 mL/min

进样口温度：200℃

检测器：FID， 温度：250℃

2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.3.2）进行采集，对照品溶液色谱图如下：



序号	化合物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	苯	2.986	46918	16840	28018	1.603	--
2	甲苯	4.097	68070	25883	54737	1.176	15.709
3	乙苯	5.796	83193	19168	40852	1.075	18.388
4	对二甲苯	5.987	80065	18458	43615	1.061	1.666
5	间二甲苯	6.163	82751	18843	44367	1.057	1.519
6	异丙苯	7.186	97188	20234	50391	1.011	8.351
7	邻二甲苯	7.526	89315	18325	54480	1.021	2.648
8	苯乙烯	10.868	97466	16004	70819	0.999	22.859

重复性

峰号	保留时间 (min)				面积 (Area)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
1	2.985	2.986	2.988	0.04	46665	46918	46921	0.31
2	4.095	4.097	4.099	0.06	68553	68070	68218	0.36

3	5.792	5.796	5.801	0.07	83234	83193	83206	1.38
4	5.983	5.987	5.992	0.08	80111	80065	80114	0.03
5	6.159	6.163	6.168	0.08	82760	82751	82862	0.07
6	7.181	7.186	7.194	0.09	96992	97188	97136	0.10
7	7.520	7.526	7.533	0.09	89073	89315	89179	0.14
8	10.850	10.868	10.877	0.13	97218	97466	97419	0.14

3. 结论

本文建立了苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、间二甲苯、对二甲苯、异丙苯和苯乙烯 8 种苯系物的 GC-FID 测定方法。结果表明，采用色谱柱 SH-Polarwax (30 m, 0.25 mm × 0.25 μm) 和 SH-Wax(30 m, 0.25 mm × 0.25 μm) 分析 8 种苯系物，各个色谱峰均能达到基线分离，且峰形和重现性良好，可满足 HJ 583-2010 标准要求。此方法可为环境空气中苯系物的检测提供参考。

环境空气 13 种醛、酮类化合物的测定 高效液相色谱法

SGLC-LC-114

摘要： 本文建立了甲醛、乙醛、丙烯醛、丙酮、丙醛、丁烯醛、甲基丙烯醛、丁酮、正丁醛、苯甲醛、戊醛、间甲基苯甲醛、己醛十三种醛酮类化合物的 HPLC 测定方法。采用色谱柱 Shim-pack Velox C18 (2.7 μ m, 4.6 \times 150mm) 分析 13 种醛酮类化合物，各个色谱峰的分度均较好，且峰形和重现性良好，满足 HJ 683-2014 标准要求。此方法可为环境空气中 13 种醛酮类化合物的检测提供参考。

关键词： 环境空气 醛酮类化合物 Shim-pack Velox C18 HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-20AD 高效液相色谱仪；

色谱柱：Shim-pack Velox C18 (4.6 \times 150 mm, 2.7 μ m; P/N: 227-32011-04; S/N: 18100022)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；

标准品：13 种醛酮 DNPH 类混标溶液 (P/N: 380-03349)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 溶液的制备

1.2.1 标准储备液的制备

直购买市售有证的醛酮类-2,4-二硝基苯腙衍生物标准溶液，或用市售固体标样配制，质量浓度以醛酮类化合物计，用乙腈溶解至浓度 100 μ g/mL，避光保存。

1.2.2 标准工作液的制备

量取 0.2mL 标准储备液于 10 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，混匀，备用。

1.3 分析条件

色谱柱：Shim-pack Velox C18 (4.6 \times 150 mm, 2.7 μ m; P/N: 227-32011-04; S/N: 18100022)；

柱温：30 $^{\circ}$ C

检测波长：365 nm

流速：0.8 mL/min

进样量：2 μL

流动相： A：水 B：甲醇-乙腈（65:5）

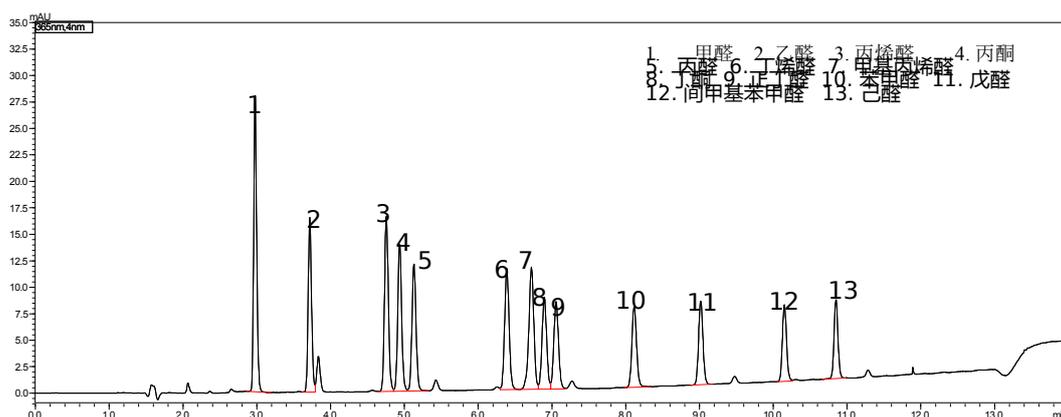
梯度洗脱程序如下：

t (min)	0.00	5.00	11.00	11.01	12.00	12.01	14.00
A(%)	30	25	10	0	0	30	30
B(%)	70	75	90	100	100	70	70

2. 结果及讨论

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，对照品溶液色谱图如下：

对照品溶液：



目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔数	拖尾因子	分离度
甲醛	2.977	79214	27413	21957	1.179	--
乙醛	3.718	53204	16487	27430	1.16	8.71
丙烯醛	4.756	60556	16400	35348	1.118	10.867
丙酮	4.936	51794	13789	36923	1.094	1.766
丙醛	5.13	45863	11835	38335	1.084	1.868
丁烯醛	6.388	49245	11394	47322	1.072	11.325
甲基丙烯醛	6.722	54360	11461	47009	0.928	2.765
丁酮	6.897	38545	8660	52280	--	1.425
正丁醛	7.057	36962	8194	53168	--	1.318
苯甲醛	8.114	34173	7552	71912	1.082	8.687
戊醛	9.016	32798	7844	99936	1.066	7.673
间甲基苯甲醛	10.15	28508	7218	140713	1.092	10.2
己醛	10.849	27593	7358	180245	1.064	6.644

重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)

甲醛	2.977	2.974	2.981	0.12	79214	77425	76154	1.98
乙醛	3.718	3.715	3.723	0.11	53204	51365	50354	2.80
丙烯醛	4.756	4.753	4.764	0.12	60556	58373	57216	2.89
丙酮	4.936	4.933	4.944	0.12	51794	49849	49083	2.78
丙醛	5.13	5.127	5.137	0.10	45863	44355	43336	2.86
丁烯醛	6.388	6.386	6.396	0.08	49245	47375	46293	3.13
甲基丙烯醛	6.722	6.72	6.73	0.08	54360	52256	51269	3.00
丁酮	6.897	6.894	6.904	0.07	38545	36727	36072	3.45
正丁醛	7.057	7.054	7.063	0.06	36962	35635	35128	2.64
苯甲醛	8.114	8.112	8.12	0.05	34173	32436	31800	3.74
戊醛	9.016	9.012	9.019	0.04	32798	31467	30621	3.47
间甲基苯甲醛	10.15	10.146	10.149	0.02	28508	26832	26249	4.31
己醛	10.849	10.844	10.846	0.02	27593	25987	25454	4.23

3. 结论

本文建立了甲醛、乙醛、丙烯醛、丙酮、丙醛、丁烯醛、甲基丙烯醛、丁酮、正丁醛、苯甲醛、戊醛、间甲基苯甲醛、己醛十三种醛酮类化合物的 HPLC 测定方法。采用色谱柱 Shim-pack Velox C18 (2.7 μ m, 4.6 \times 150mm) 分析 13 种醛酮类化合物, 各个色谱峰的分度度均较好, 且峰形和重现性良好, 满足 HJ 683-2014 标准要求。此方法可为环境空气中 13 种醛酮类化合物的检测提供参考。

土壤和沉积物 石油烃(C10-C40)的测定 气相色谱法

SGLC-GC-055

摘要：本文建立了土壤和沉积物中 C10-C40 石油烃的 GC 测定方法。结果表明，参照 HJ1021-2019 中色谱条件，采用色谱柱 SH-5 分析 C10-C40 石油烃，各色谱峰峰形对称，相邻峰之间达到基线分离。此方法可为土壤和沉积物中 C10-C40 石油烃的测定提供参考。

关键词：石油烃 SH-5 GC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu GC-2030 气相色谱仪；

色谱柱：SH-5（30 m，0.32 mm × 0.25 μm；P/N：221-75703-30；S/N：1559583）；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器（P/N：380-00341-05）；

GC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial（P/N：227-34002-01）；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10（P/N：380-00751-02）；

SHIMSEN Pipet PMII-100（P/N：380-00751-04）；

SHIMSEN Pipet PMII-1000（P/N：380-00751-06）。

1.2 系统适用性溶液的制备

取 C10-C40 石油烃混标适量，用正己烷稀释配制成浓度为 10.0 μg/mL 的溶液，作为系统适用性溶液。

1.3 分析条件

色谱柱：SH-5（30 m，0.32 mm × 0.25 μm；P/N：221-75703-30；S/N：1559583）

升温程序：初始温度 50 °C 保持 2 min，以每分钟 40 °C 的速率升温至 230 °C，以每分钟 20 °C 的速率升温至 320 °C 保持 20 分钟

载气：N₂

进样口温度：300 °C

分流模式：不分流

控制模式：恒线速度模式（27 cm/s）

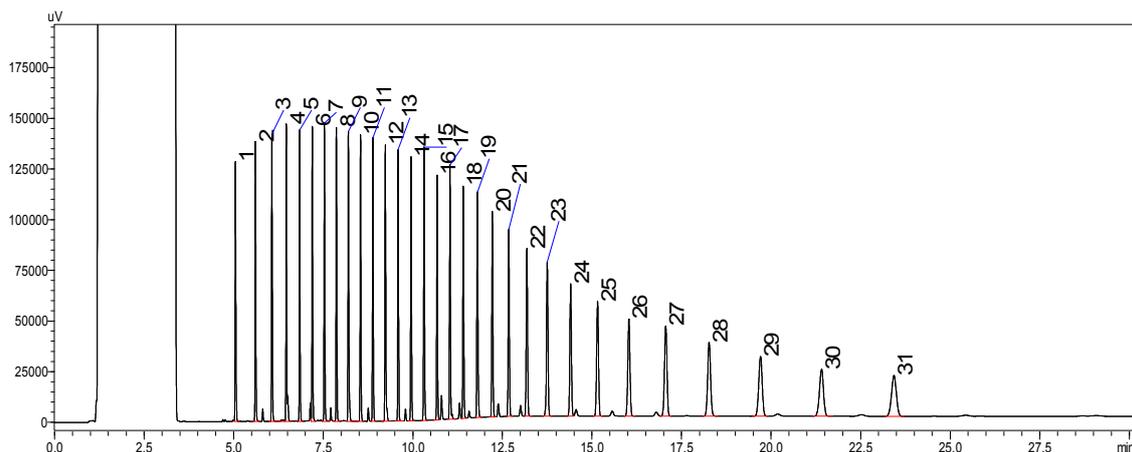
初始流速：1.5 mL/min

检测器：FID，温度：325 °C

进样量：1 μL

2. 实验结果

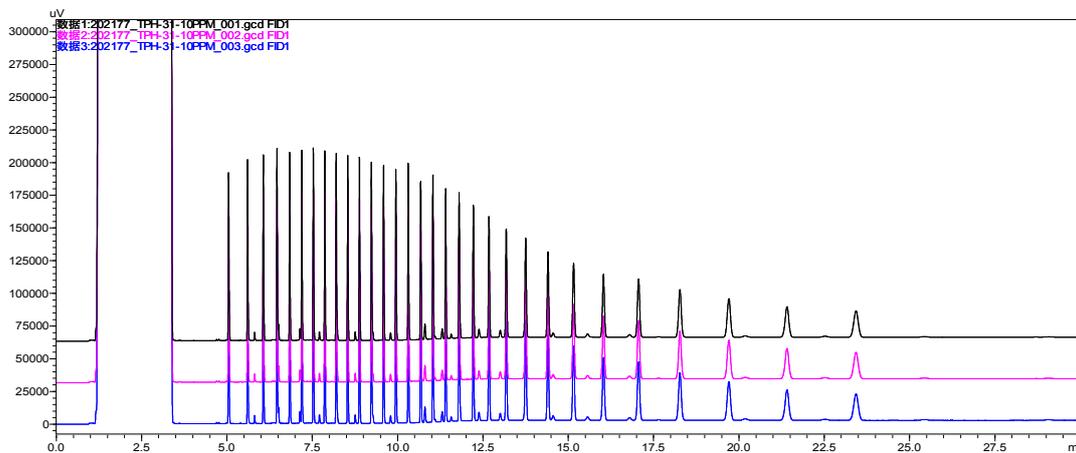
按照上述色谱条件（1.3）进行采集，系统适用性溶液色谱图如下：



序号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	C10	5.049	204888	125649	231217	1.207	--
2	C11	5.606	208262	134378	325253	1.248	13.693
3	C12	6.066	211036	139119	397192	1.260	11.831
4	C13	6.467	227849	144259	480544	1.952	10.581
5	C14	6.840	211304	142207	509822	1.222	9.853
6	C15	7.193	213812	143288	572318	1.209	9.260
7	C16	7.532	217115	142281	624202	1.249	8.895
8	C17	7.867	214534	143250	673241	1.240	8.753
9	C18	8.201	224505	140885	699738	1.453	8.626
10	C19	8.539	215880	139750	729094	1.212	8.521
11	C20	8.883	216756	138458	767180	1.195	8.546
12	C21	9.233	226718	134805	779372	1.288	8.492
13	C22	9.590	217752	130807	803872	1.178	8.436
14	C23	9.950	216364	127648	826387	1.161	8.332
15	C24	10.313	229736	131476	867180	1.132	8.240
16	C25	10.676	206426	119493	903963	1.156	8.138
17	C26	11.036	218676	123900	953786	1.153	7.977
18	C27	11.409	213187	113662	860347	1.127	7.904
19	C28	11.802	229474	109712	781964	1.225	7.656
20	C29	12.220	210137	100847	789347	1.084	7.719
21	C30	12.678	209645	91754	704901	1.047	7.933
22	C31	13.184	206362	81727	642634	1.033	8.020
23	C32	13.753	218890	75125	538714	0.957	8.087
24	C33	14.406	203131	64756	490457	0.984	8.313
25	C34	15.157	203192	56507	398418	0.999	8.417
26	C35	16.031	199062	47786	327990	0.999	8.405
27	C36	17.059	214387	44546	298805	0.986	8.686
28	C37	18.271	207707	36320	259070	1.021	9.025

29	C38	19.705	201073	29500	195536	0.977	8.916
30	C39	21.413	180647	23236	179763	0.930	8.982
31	C40	23.433	190563	20211	146763	0.971	9.043

重现性



3. 结论

本文建立了土壤和沉积物中 C10-C40 石油烃的 GC 测定方法。结果表明，参照 HJ 1021-2019 中色谱条件，采用色谱柱 SH-5 分析 C10-C40 石油烃，各色谱峰峰形对称，相邻峰之间达到基线分离。此方法可为土壤和沉积物中 C10-C40 石油烃的测定提供参考。

土壤和沉积物 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的测定 气相色谱-质谱法

SGLC-GC/MS-021

摘要：本文建立了 6 种邻苯二甲酸酯类化合物测定的 GC-MS 方法。参照 HJ 1184-2021 中色谱方法并进行优化，采用色谱柱 SH-I-5Sil MS 对 6 种邻苯二甲酸酯类化合物进行分析，岛津 GCMS-TQ8050NX 气相色谱-质谱联用仪进行检测。结果表明，6 种邻苯二甲酸酯类化合物峰形对称，重现性好，满足标准要求。本方法可为 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的测定提供参考。

关键词：土壤和沉积物 邻苯二甲酸酯类 SH-I-5Sil MS GC-MS

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

仪器配置：岛津 GCMS-TQ8050NX 气相色谱-质谱联用仪；
色谱柱：SH-I-5Sil MS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm；P/N: 221-75954-30)；
纯水机：PR-FP-0120α-MT1 (+ 60L 水箱 + 取水器)；
SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；
LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；
SHIMSEN 混标：6 种邻苯二甲酸酯混标 (P/N: 380-03699)；
SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；
SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；
SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 混合标准使用液的制备

取市售邻苯二甲酸酯类混合标准品适量，用乙酸乙酯稀释定容至 30.0 μg/L，作为混合标准使用液。

1.3 分析条件

GC 条件

毛细管柱：SH-I-5Sil MS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm；P/N: 221-75954-30)
程序升温：初始温度 50 °C，保持 1 min，以 15 °C/min 升温到 280 °C，保持 8 min
载气：He
载气控制模式：恒流
流速：1.2 ml/min
进样口温度：280 °C
进样量：1 μL

进样方式：不分流进样

质谱条件

电离模式：电子轰击电离（EI）

电子轰击能量：70 eV

离子源温度：230 °C

接口温度：280 °C

溶剂延迟：2 min

数据采集模式：SIM

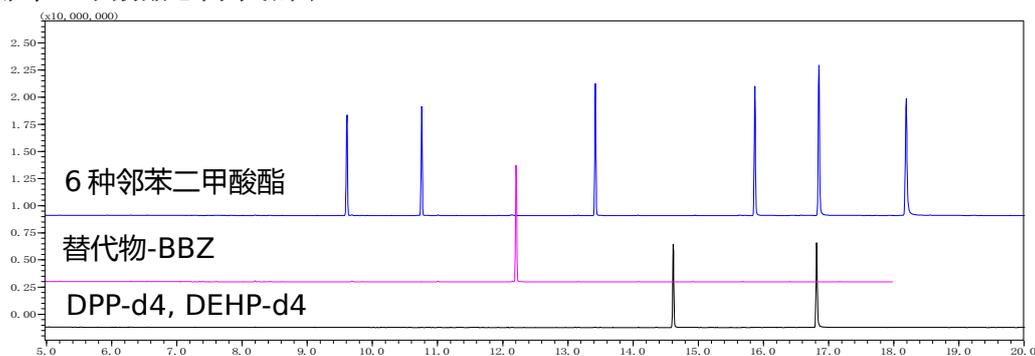
各化合物 SIM 参数见下表

No.	化合物名称	英文缩写	定量离子	定性离子
1	邻苯二甲酸二甲酯	DMP	163	77, 133
2	邻苯二甲酸二乙酯	DEP	149	177, 150
3	苯甲酸苄酯	BBZ	105	91, 77
4	邻苯二甲酸二正丁酯	DBP	149	150, 223
5	邻苯二甲酸二戊酯-d4	DPP-d4	153	154, 241
6	邻苯二甲酸丁基苄酯	BBP	149	91, 206
7	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)-d4	DEHP-d4	153	171, 71
8	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)	DEHP	149	167, 57
9	邻苯二甲酸二正辛酯	DNOP	149	150, 279

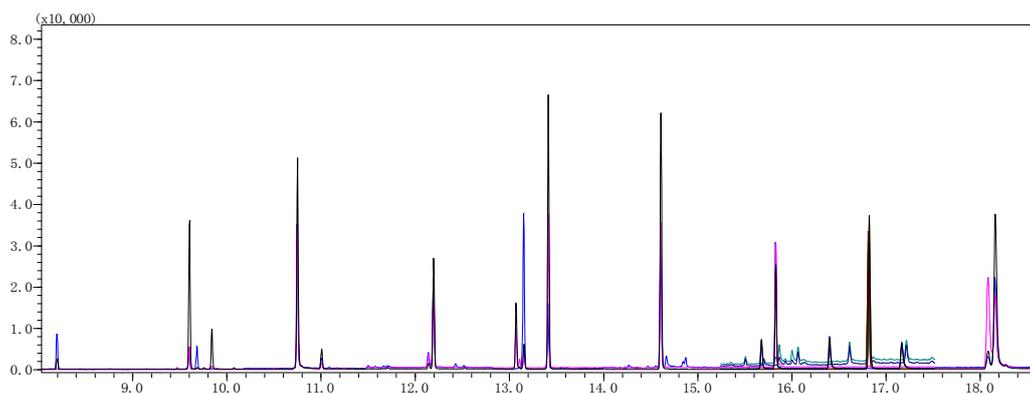
2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，总离子流图和混合标准使用溶液色谱图如下：

混合邻苯二甲酸酯总离子流图



混合标准使用液 SIM 图 (浓度: 30.0 μg/L)



重现性数据

目标物	保留时间 (min)				面积 (Area)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
DMP	9.603	9.602	9.601	0.01	40,721	40,095	41,395	1.59
DEP	10.750	10.750	10.748	0.01	58,329	59,298	59,153	0.88
DBP	13.414	13.414	13.413	0.01	71,771	71,757	68,916	2.32
BBP	15.828	15.828	15.829	0.01	30,743	31,880	30,798	2.05
DEHP	16.822	16.819	16.820	0.01	48,001	50,926	50,472	3.16
DNOP	18.160	18.159	18.158	0.01	74,205	77,926	76,222	2.44

3. 结论

本文建立了 6 种邻苯二甲酸酯类化合物测定的 GC-MS 方法。参照 HJ 1184-2021 的方法, 采用色谱柱 SH-I-5Sil MS 对 6 种邻苯二甲酸酯类化合物进行分析, 岛津 GCMS-TQ8050NX 气相色谱-质谱联用仪进行检测。结果表明, 6 种邻苯二甲酸酯类化合物峰形对称, 重现性好, 满足标准要求。本方法可为 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的测定提供参考。

土壤和沉积物 18 种多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法

SGLC-GC/MS-022

摘要：建立了土壤中 18 种多环芳烃的测定方法。采用岛津 WondaSep FL-PR 产品对土壤样品进行净化，同时采用岛津 SH-I-35Sil MS 色谱柱进行分离，岛津气相色谱-质谱联用仪 GCMS-TQ8050 检测分析。对空白样品 10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，结果显示，10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标浓度的加标回收率为 77.72%-97.34%，RSD 为 5.75%-12.65%，回收率高，重现性好。该方法适用于土壤中多环芳烃的测定。

关键词：WondaSep FL-PR 多环芳烃 土壤 GCMS-TQ8050

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

仪器配置：岛津 GCMS-TQ8050 气相色谱-质谱联用仪；

色谱柱：SH-I-35Sil MS (30 m* 0.25 mm *0.25 μm ；P/N：227-36051-02)；

固相萃取小柱：WondaSep FL-PR 1g/6 mL (P/N：5010-81125)；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N：380-00341-05)；

GC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N：227-34002-01)；

SHIMSEN 混标：18 种多环芳烃混标 (P/N：380-03646)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N：380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N：380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N：380-00751-06)。

1.2 分析条件

1.2.1 色谱条件：

毛细管柱：SH-I-35Sil MS 毛细管柱 (30m* 0.25mm *0.25 μm)

程序升温：初始温度 50 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2 min，以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温到 200 $^{\circ}\text{C}$ ，再以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温到 310 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 10 min；

进样口温度：300 $^{\circ}\text{C}$

进样量：1 μL

进样方式：不分流进样

恒线速度：36.3 cm/sec

高压进样：250 kPa (1 min)

1.2.2 质谱条件：

电离模式：电子轰击电离 (EI)；

离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$

接口温度：300 $^{\circ}\text{C}$

溶剂延迟：3 min

数据采集模式：SIM

检测器电压：调谐电压+0.3 kv

18 种多环芳烃化合物信息如下：

No.	化合物名称	定量离子	定性离子
1	萘	128	127, 128, 129
2	蒽烯	152	151, 152, 150
3	蒽	153	152, 153, 154
4	芴	166	165, 166, 164
5	菲	178	176, 178, 179
6	葱	178	176, 178, 179
7	荧葱	202	200, 202, 201
8	芘	202	200, 202, 201
9	苯并[a]葱	228	226, 228, 229
10	蒾	228	226, 228, 229
11	苯并[b]荧葱	252	250, 252, 253
12	苯并[k]荧葱	252	250, 252, 253
13	苯并[j]荧葱	252	250, 252, 253
14	苯并[e]芘	252	250, 252, 253
15	苯并[a]芘	252	126, 252, 250
16	茚并[1,2,3-cd]芘	276	138, 276, 277
17	二苯并[a,h]葱	278	139, 278, 279
18	苯并[g,h,i]花	276	137, 276, 274

1.3 样品前处理

1.3.1 样品提取

称取 10g 样品（已烘干，研成细粉），加入 5g 无水硫酸钠，搅拌均匀，加入 30 mL 丙酮-正己烷（1：1）提取溶液，振摇 1min，超声提取 15 min，4500rpm 离心 5 min，取出上清液，下层继续加入 30 mL

丙酮-正己烷（1：1）提取溶液，按上述方法重复提取 2 次，合并 3 次上清液，35℃减压蒸至大约 1mL，加 5 mL 正己烷并浓缩至约 1 mL，重复此浓缩过程 2 次，将溶剂完全转化为正己烷，再浓缩至约 1 mL，待净化。

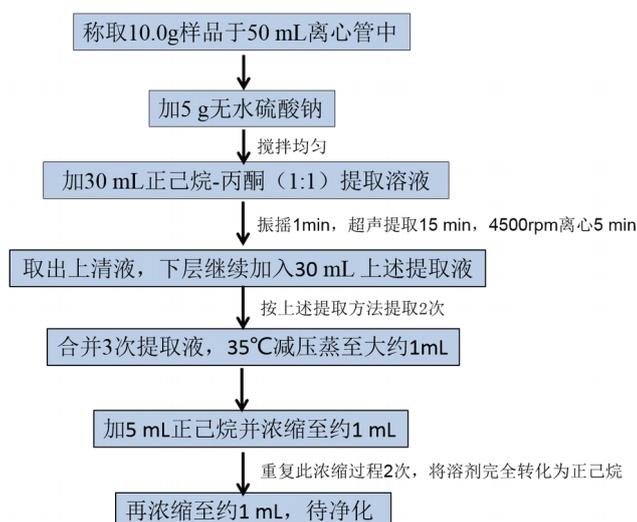


图 1 样品提取流程

1.3.2 样品净化

WondaSep FL-PR 1g/6 mL

先 4 mL 二氯甲烷，再 10 mL 正己烷活化，待柱充满后关闭流速控制阀浸润 5 min，打开控制阀，弃去流出液；待净化液上样，收集流出液；3 mL 正己烷分 3 次洗涤浓缩瓶，洗液全部移入柱内，收集流出液；10 mL 二氯甲烷-正己烷（1：1）洗脱，待洗脱液浸满净化柱后关闭流速控制阀，浸润 5 min，再打开控制阀，收集流出液；将收集的收集液于 35°C 下减压蒸至约 0.5 mL，加入正己烷定容至 1 mL，过 0.22μm 有机滤膜，供 GC-MS 分析。

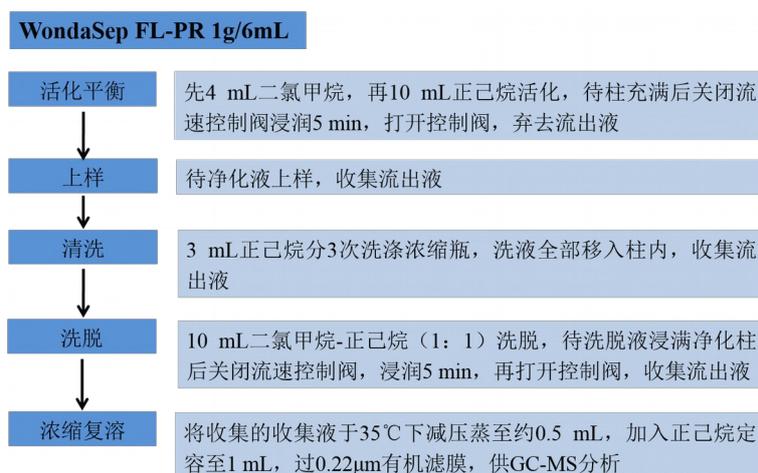
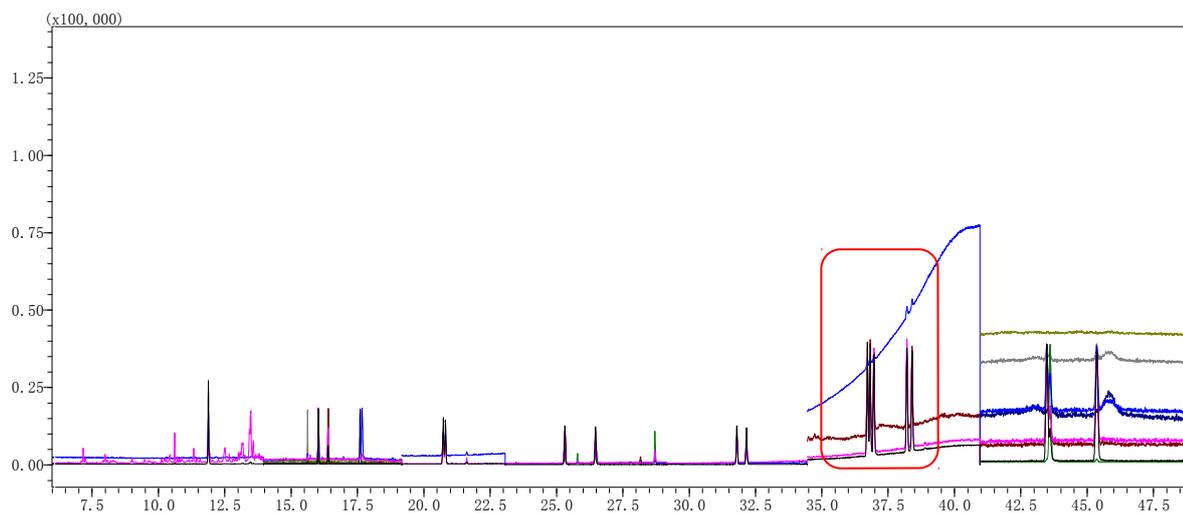


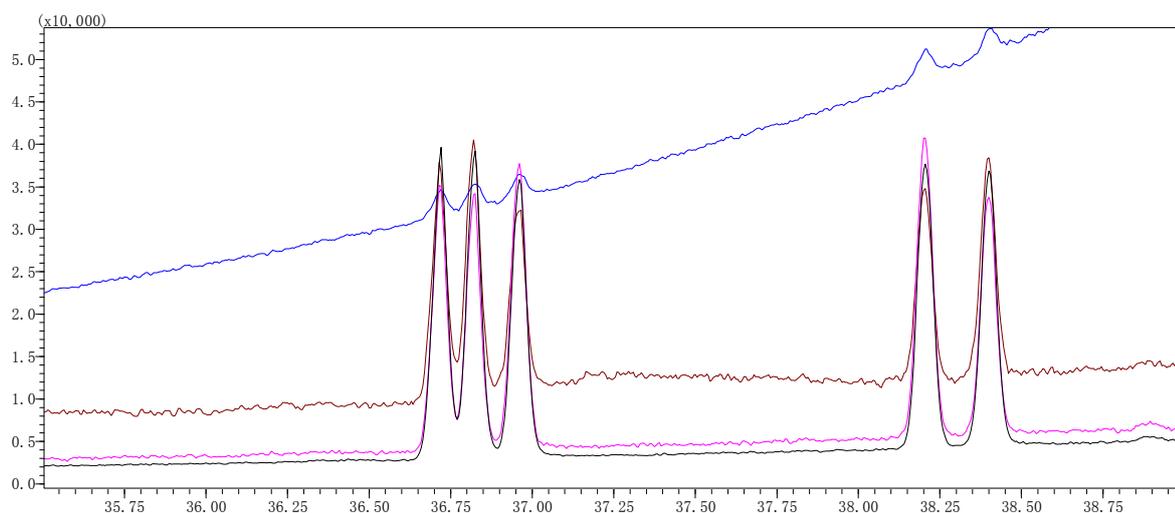
图 2 样品净化流程

2. 结果及讨论

2.1 标准品的 SIM 色谱图



18种多环芳烃标准品溶液（0.01 μg/mL）SIM 谱图



18种多环芳烃标样 SIM 谱图局部放大图（35.5~39.0 min）

2.2 土壤中 18 种多环芳烃的 GC-MS 检测添加回收结果

将土壤空白样品进行 10.0 μg/kg 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，具体结果如下：10.0 μg/kg 加标浓度的加标回收率为 77.72%-97.34%，RSD 为 5.75%-12.65%，回收率高，重现性好。

序号	化合物	添加水平（10.0 μg/kg）
----	-----	------------------

		回收率 (%)	RSD(%)
1	萘	96.30	12.65
2	蒎烯	78.43	8.91
3	蒎	86.60	11.46
4	芴	88.98	10.81
5	菲	95.05	10.82
6	蒽	79.65	7.66
7	荧蒽	97.34	7.40
8	芘	94.68	6.75
9	苯并[a]蒽	88.10	7.29
10	蒉	93.91	6.89
11	苯并[b]荧蒽	93.33	6.17
12	苯并[k]荧蒽	84.64	7.44
13	苯并[j]荧蒽	86.39	7.54
14	苯并[e]芘	93.04	5.41
15	苯并[a]芘	89.20	7.14
16	茚并[1,2,3-cd]芘	87.89	7.01
17	二苯并[a,h]蒽	77.72	9.75
18	苯并[g,h,i]芘	90.19	5.75

3. 结论

综上，采用岛津 WondaSep FL-PR 产品对土壤样品进行净化，同时采用岛津 SH-I-35Sil MS 色谱柱进行分离，岛津气相色谱-质谱联用仪 GCMS-TQ8050 检测分析。对空白样品 10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，结果显示，10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标浓度的加标回收率为 77.72%-97.34%，RSD 为 5.75%-12.65%，回收率高，重现性好。该方法适用于土壤中多环芳烃的测定。

土壤和沉积物 7 种苯氧羧酸类农药的测定 高效液相色谱法

SGLC-LC-333

摘要：本文建立了土壤和沉积物中 3,6-二氯-2-甲氧基苯甲酸（麦草畏）、2,4-二氯苯氧乙酸（2,4-D）、2-甲基-4-氯苯氧乙酸（MCPA）、2-(2,4-二氯苯氧基)-丙酸（2,4-DP）、2,4,5-三氯苯氧乙酸（2,4,5-T）、4-(2,4-二氯苯氧基)-丁酸（2,4-DB）和 2-(2,4,5-三氯苯氧基)-丙酸（2,4,5-TP）等 7 种苯氧羧酸类农药的 HPLC 测定方法。参照 HJ 1022-2019 方法，采用色谱柱 Shim-pack GIST C8 或 Shim-pack Scepter C8-120 分析上述苯氧羧酸类农药，结果显示，7 个化合物色谱峰峰形对称，相邻峰基线分离，满足标准要求。此方法可为土壤和沉积物中 7 种苯氧羧酸类农药的检测提供参考。

关键词：苯氧羧酸类农药 Shim-pack GIST C8 Shim-pack Scepter C8-120 HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-40AD 高效液相色谱仪；

色谱柱：Shim-pack GIST C8（5 μ m，4.6 \times 250 mm；P/N：227-30173-09）；

Shim-pack Scepter C8-120（5 μ m，4.6 \times 150 mm；P/N：227-31041-05）；

纯水机：PR-FP-0120 α -MT1（+ 60L 水箱 + 取水器）；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器（P/N：380-00341-05）；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial（P/N：227-34001-01）；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10（P/N：380-00751-02）；

SHIMSEN Pipet PMII-100（P/N：380-00751-04）；

SHIMSEN Pipet PMII-1000（P/N：380-00751-06）。

1.2 系统适用性溶液的制备

取适量苯氧羧酸类农药混标，用 40% 甲醇水稀释至 10 mg/L，作为系统适用性溶液，备用。

1.3 分析条件

柱温：25 $^{\circ}$ C

检测波长：230 nm

流速：1.0 mL/min

进样量：8 μ L

流动相：A：磷酸水溶液（用磷酸调 pH 至 2.0）；B：甲醇

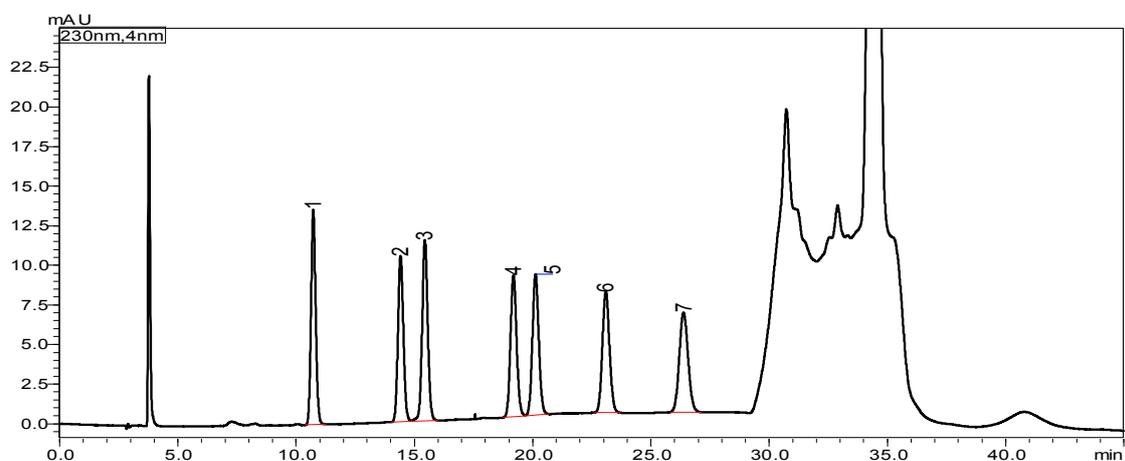
梯度条件：

时间 (min)	0	1	18	26	27	32	33	45
A (%)	45	45	35	35	10	10	45	45
B (%)	55	55	65	65	90	90	55	55

2. 实验结果

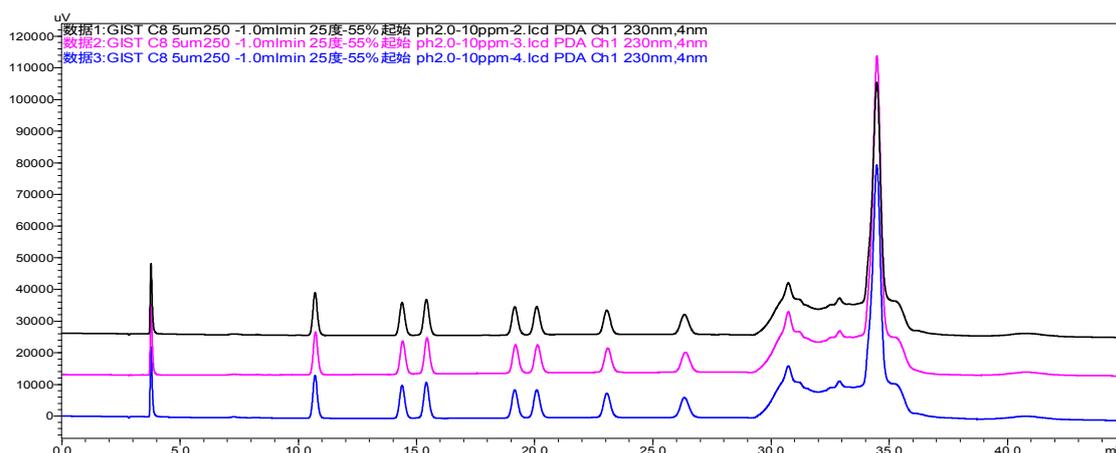
按照上述色谱条件 (1.3) 进行采集, 系统适用性溶液色谱图如下:

2.1 色谱柱: Shim-pack GIST C8 (5 μ m, 4.6 \times 250 mm; P/N: 227-31041-05)



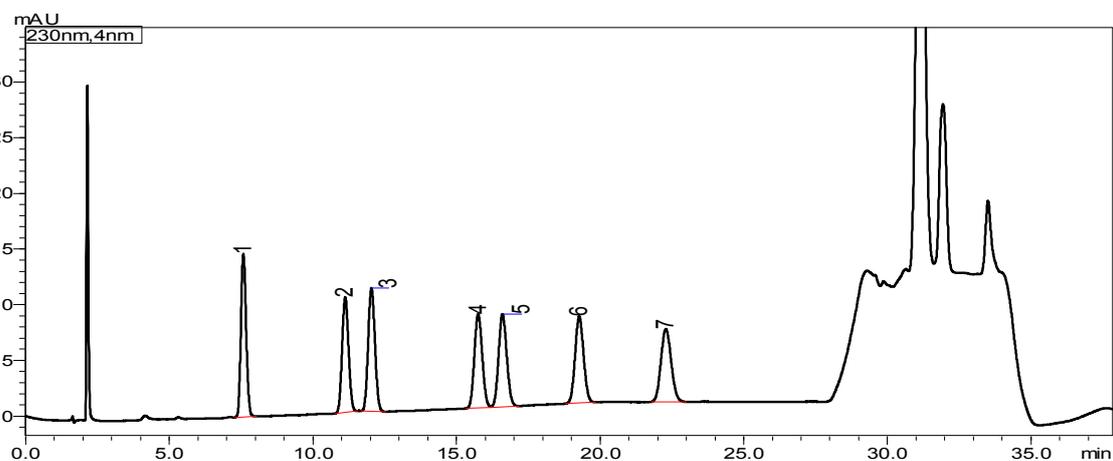
序号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	麦草畏	10.723	183647	13548	14394	1.082	--
2	2,4-D	14.414	165389	10473	19103	1.076	9.530
3	MCPA	15.443	187490	11406	20806	1.066	2.434
4	2,4-DP	19.188	162115	8951	25739	1.067	8.261
5	2,4,5-T	20.120	166409	8881	26401	1.063	1.914
6	2,4-DB	23.094	159229	7652	27994	1.071	5.679
7	2,4,5-TP	26.381	162331	6298	23968	1.062	5.329

重现性



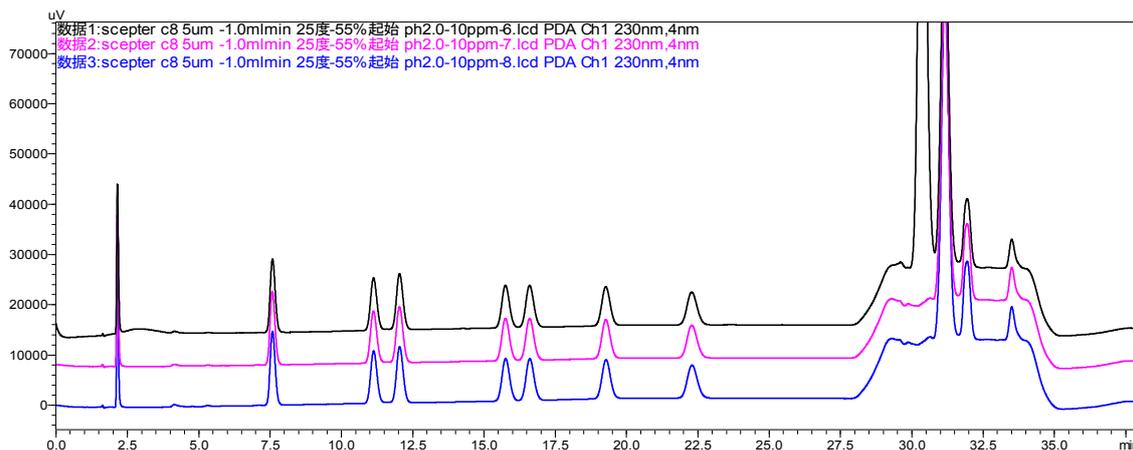
目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
麦草畏	10.723	10.705	10.732	0.13	183647	183822	184732	0.32
2,4-D	14.414	14.389	14.301	0.41	165389	164175	166725	0.77
MCPA	15.443	15.415	15.411	0.11	187490	185556	183276	1.14
2,4-DP	19.188	19.155	19.201	0.12	162115	161305	162725	0.44
2,4,5-T	20.120	20.087	20.11	0.08	166409	165769	165469	0.29
2,4-DB	23.094	23.052	23.102	0.12	159229	159282	156722	0.92
2,4,5-TP	26.381	26.336	26.336	0.10	162331	161534	163424	0.58

2.2 色谱柱: Shim-pack Scepter C8-120 (5 μm, 4.6×150 mm; P/N: 227-31041-05)



序号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	麦草畏	7.580	182933	14625	8306	1.105	--
2	2,4-D	11.124	161856	10320	11202	1.071	9.412
3	MCPA	12.036	181350	11056	12057	1.081	2.125
4	2,4-DP	15.753	160349	8423	15415	1.068	7.858
5	2,4,5-T	16.601	165479	8321	15811	1.080	1.637
6	2,4-DB	19.272	160016	7752	19611	1.062	4.953
7	2,4,5-TP	22.288	161798	6542	18277	1.083	4.986

重现性



目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
麦草畏	7.580	7.584	7.586	0.04	182933	183069	182990	0.04
2,4-D	11.124	11.131	11.128	0.03	161856	161807	162069	0.09
MCPA	12.036	12.044	12.040	0.03	181350	181278	181220	0.04
2,4-DP	15.753	15.759	15.753	0.02	160349	160520	160467	0.05
2,4,5-T	16.601	16.607	16.600	0.02	165479	165000	165499	0.17
2,4-DB	19.272	19.279	19.272	0.02	160016	159827	160006	0.07
2,4,5-TP	22.288	22.293	22.283	0.02	161798	161862	161294	0.19

3. 结论

本文建立了土壤和沉积物中 3,6-二氯-2-甲氧基苯甲酸（麦草畏）、2,4-二氯苯氧乙酸（2,4-D）、2-甲基-4-氯苯氧乙酸（MCPA）、2-(2,4-二氯苯氧基)-丙酸（2,4-DP）、2,4,5-三氯苯氧乙酸（2,4,5-T）、4-(2,4-二氯苯氧基)-丁酸（2,4-DB）和 2-(2,4,5-三氯苯氧基)-丙酸（2,4,5-TP）等 7 种苯氧羧酸类农药的 HPLC 测定方法。参照 HJ 1022-2019 方法，采用色谱柱 Shim-pack GIST C8 或 Shim-pack Scepter C8-120 分析上述苯氧羧酸类农药，结果显示，7 个化合物色谱峰峰形对称，相邻峰基线分离，满足标准要求。此方法可为土壤和沉积物中 7 种苯氧羧酸类农药的检测提供参考。

土壤和沉积物 13 种苯胺类和 2 种联苯胺类化合物的测定 液相色谱-三重四级杆质谱法

SGLC-LC/MS-064

摘要： 本文建立了 13 种苯胺类和 2 种联苯胺类化合物的测定方法。参考 HJ 1210-2021 的色谱条件并进行优化，采用色谱柱 Shim-pack Scepter C18-120 色谱柱进行分离，岛津液相色谱-质谱联用仪 LCMS-8060NX 进行检测。结果表明，13 种苯胺类和 2 种联苯胺类化合物峰形对称，重现性好。此方法可为 13 种苯胺类和 2 种联苯胺类化合物的测定提供参考。

关键词： 土壤和沉积物 苯胺类 联苯胺类 Shim-pack Scepter C18-120 LC-MSMS

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-40B X3 与 LCMS-8060NX 联用系统；

色谱柱：Shim-pack Scepter C18-120（1.9 μm ，2.1 \times 100 mm；P/N：227-31012-05，S/N：117HB00090）；

纯水机：PR-FP-0120 α -MT1（+ 60L 水箱 + 取水器）；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器（P/N：380-00341-05）；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial（P/N：227-34001-01）；

SHIMSEN 混标：15 种苯胺类化合物混标（P/N：380-03788-M）；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10（P/N：380-00751-02）；

SHIMSEN Pipet PMII-100（P/N：380-00751-04）；

SHIMSEN Pipet PMII-1000（P/N：380-00751-06）。

1.2 混合标准使用液的制备

移取适量的市售苯胺类和联苯胺类化合物混合标准品溶液，用甲醇稀释，配制 3-硝基苯胺的浓度为 10.0 mg/L，其余苯胺类为 5.0 mg/L 的混合标准使用液 1；移取适量的苯胺类和联苯胺类化合物混合标准使用液 1，用水稀释，配制成 3-硝基苯胺的浓度为 1.0 $\mu\text{g/L}$ ，其余苯胺类和联苯胺类为 0.5 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准使用液 2。

1.3 分析条件

UHPLC 条件

色谱柱：Shim-pack Scepter C18-120（1.9 μm ，2.1 \times 100 mm；P/N：227-31012-05，S/N：117HB00090）

流速：0.2 mL/min；

进样量：10 μ L

柱温：40 $^{\circ}$ C

流动相：A：0.01%甲酸水溶液； B：0.01%甲酸甲醇

梯度洗脱程序如下：

时间(Min)	0	5	7	7.1	14
A (%)	65	5	5	65	65
B (%)	35	95	95	35	35

质谱条件

离子化模式：ESI，正离子扫描

扫描模式：多反应监测（MRM）

碰撞气：氩气

加热气：干燥空气 10 L/min

雾化气：氮气 3 L/min

干燥气：氮气 10 L/min

接口温度：300 $^{\circ}$ C

DL 温度：250 $^{\circ}$ C

加热模块温度：400 $^{\circ}$ C

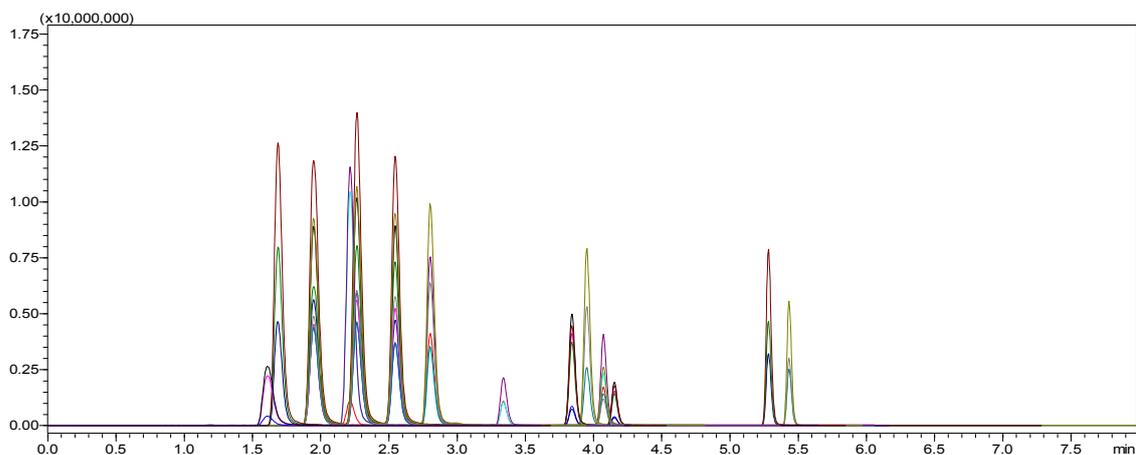
各化合物 MRM 参数见下表

No.	中文名	前体离子	定量离子	Q1 Pre (V)	CE	Q3 Pre (V)	定性离子	Q1 Pre (V)	CE	Q3 Pre (V)
1	联苯胺	185.00	167.10	-10	-27	-21	141.20	-14	-25	-28
2	苯胺	93.90	77.00	-11	-20	-17	51.10	-11	-31	-22
3	4-甲基苯胺	108.10	91.10	-13	-20	-21	65.10	-13	-26	-28
4	2-甲氧基苯胺	124.10	109.10	-14	-19	-24	92.10	-14	-20	-22
5	3-甲基苯胺	108.10	91.10	-13	-21	-21	65.10	-12	-28	-15
6	2-甲基苯胺	108.20	91.10	-12	-21	-21	65.10	-12	-28	-15
7	2, 4-二甲基苯胺	122.10	107.20	-10	-20	-25	79.10	-14	-22	-18
8	4-硝基苯胺	139.10	122.10	-16	-18	-26	92.10	-17	-21	-20
9	3-硝基苯胺	139.20	93.10	-17	-19	-21	76.10	-11	-31	-17
10	4-氯苯胺	127.90	93.20	-15	-20	-21	111.10	-15	-23	-14
11	2-萘胺	144.10	127.10	-17	-24	-27	77.00	-17	-36	-18
12	2, 6-二甲基苯胺	122.00	105.30	-14	-20	-24	79.00	-15	-22	-28
13	3-氯苯胺	128.00	93.10	-10	-19	-21	111.00	-15	-26	-14
14	3, 3'-二氯联苯胺	253.10	217.20	-18	-20	-19	182.00	-29	-30	-15
15	N-亚硝基二苯胺	199.10	169.00	-11	-16	-19	66.10	-11	-36	-25

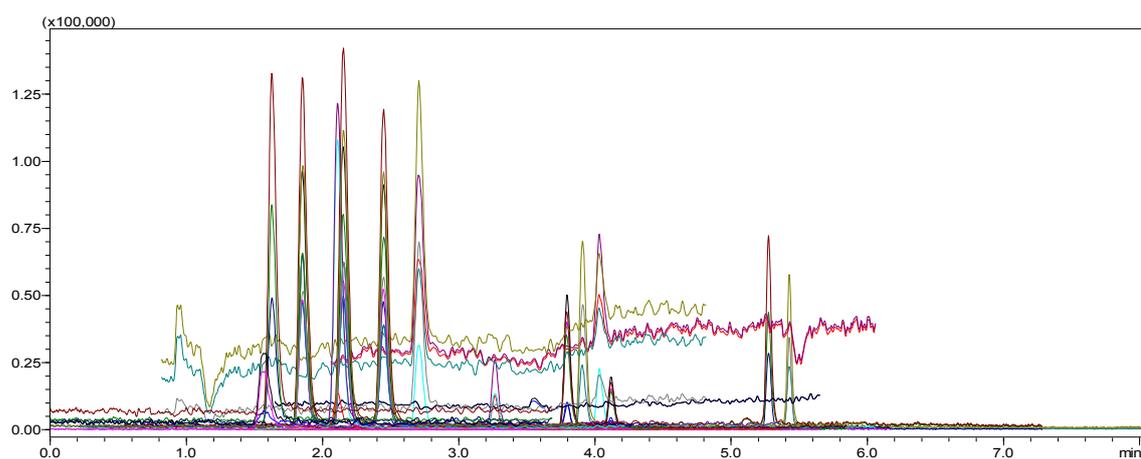
2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，13种苯胺类和2种联苯胺类化合物混合标准使用液的MRM色谱图如下：

混合标准使用液1（浓度：以联苯胺计50.0 μ g/L）



混合标准品溶液 2 (浓度: 以联苯胺计 0.5 μg/L)



重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
联苯胺	1.583	1.571	1.562	0.65	118255	120783	119034	1.08
苯胺	1.633	1.628	1.626	0.22	290115	299302	307315	2.87
4-甲基苯胺	1.861	1.858	1.856	0.13	213189	211925	220786	2.22
2-甲氧基苯胺	2.119	2.109	2.110	0.26	459730	480629	458914	2.63
3-甲基苯胺	2.158	2.151	2.151	0.18	223147	233227	225507	2.31
2-甲基苯胺	2.454	2.448	2.451	0.12	300952	306836	290923	2.68
2, 4-二甲基苯胺	2.710	2.705	2.708	0.08	233474	244057	232559	2.69

4-硝基苯胺	3.270	3.264	3.267	0.08	42911	44409	43700	1.71
3-硝基苯胺	3.562	3.560	3.564	0.06	5515	5553	5431	1.13
4-氯苯胺	3.797	3.791	3.792	0.08	113801	108915	110161	2.28
2-萘胺	3.908	3.908	3.912	0.05	154,049	151,698	157,322	1.82
2, 6-二甲基苯胺	4.030	4.033	4.033	0.05	68945	71364	70213	1.72
3-氯苯胺	4.117	4.118	4.120	0.03	41905	43258	44196	2.67
3, 3'-二氯联苯胺	5.275	5.274	5.274	0.01	94618	97182	99526	2.52
N-亚硝基二苯胺	5.427	5.425	5.427	0.02	68289	71859	68356	2.93

3. 结论

本文建立了 13 种苯胺类和 2 种联苯胺类化合物的测定方法。参考 HJ 1210-2021 的色谱条件并进行优化，采用色谱柱 Shim-pack Scepter C18-120 色谱柱进行分离，岛津液相色谱-质谱联用仪 LCMS-8060NX 进行检测。结果表明，13 种苯胺类和 2 种联苯胺类化合物峰形对称，重现性好。此方法可为 13 种苯胺类和 2 种联苯胺类化合物的测定提供参考。

岛津配套消耗品推荐

前处理产品:

SHIMSEN Styra C18 (P/N: 380-00872-02)	SHIMSEN Styra HLB Glass (P/N: 380-00873-01)
SHIMSEN Styra FL-PR (P/N: 380-00862-07)	SHIMSEN Styra DNPH S (P/N: 380-00878-01)

气相色谱柱:

SH-1 (P/N: R221-75719-30)	SH-5 (P/N: R221-75701-30)
SH-I-1HT (P/N: R227-36087-01)	SH-I-5HT (P/N: R221-75934-30)
SH-I-1MS (P/N: R221-75923-30)	SH-I-5Sil MS (P/N: 221-75954-30)
SH-I-35Sil MS (P/N: 227-36051-02)	SK-5MS (P/N: 380-07051-02)
SH-624 (P/N: R221-75864-30)	SH-I-624Sil MS (P/N: R227-36077-01)
SH-VMS (P/N: R227-36269-01)	SH-VRX (P/N: R227-36331-01)
SH-Wax (P/N: 221-75893-30)	SH-PolarWax (P/N: 227-36305-02)
SH-PolarD (P/N: 221-75981-30)	SK-FFAP (P/N: 380-07210-01)
SH-Q-BOND (P/N: R221-75765-30)	ULBON HR-Thermon-HG (P/N: 301-143)

液相色谱柱:

ShimNex CS C18 (P/N: 380-01230-01)	Shim-pack Scepter C18-120 (P/N: 227-31012-05)
Shim-pack GIST C18 (P/N: 227-30001-04)	Shim-pack GIST C18-AQ (Metal free column) (P/N: 227-30940-04)
Shim-pack Velox C18 (P/N: 227-32011-04)	Shim-pack Velox Biphenyl (P/N: 227-32017-04)

标准品产品:

SHIMSEN 混标: 6种邻苯二甲酸酯混标	(P/N: 380-03699)
SHIMSEN 混标: 9种烷基酚类化合物混标	(P/N: 380-03856)
SHIMSEN 混标: 16种多环芳烃混标	(P/N: 380-03374)
SHIMSEN 混标: 18种多环芳烃混标	(P/N: 380-03646)
SHIMSEN 混标: 15种苯胺类化合物混标	(P/N: 380-03788-M)
Shimadzu 标准品: 13种醛酮 DNPH 类混标溶液	(P/N: 380-03349)
Shimadzu 标准品: 离子色谱 水中七种阴离子标准物质	(P/N: 208-09615)

通用消耗品:

GC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34002-01)	LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)
岛津 20 mL 螺口顶空瓶 (P/N: 227-34155-01)	SHIMSEN Arc Vial 系列样品瓶 (P/N: 380-00451-11)
SHIMSEN Arc Disc Hydrophilic HPTFE 针式滤器 (P/N: 380-00341-05)	SHIMSEN Arc Disc Nylon 针式滤器 (P/N: 380-00321-05)
SHIMSEN Pipet PMII-10 移液器 (P/N: 380-00751-02)	SHIMSEN Pipet PMII-100 移液器 (P/N: 380-00751-04)

采样产品:

SHIMSEN TD Tenax TA 热脱附管	石英管 (P/N: 380-00254-01)
	不锈钢管 (P/N: 380-00251-01)
SHIMSEN TD Tenax GR/Carbopack B 热脱附管	石英管 (P/N: 380-00254-02)
	不锈钢管 (P/N: 380-00251-02)
SHIMSEN TD CarbopackB/Carboxen1000 热脱附管	石英管 (P/N: 380-00254-03)
	不锈钢管 (P/N: 380-00251-03)
SHIMSEN TD CarbopackC/CarbopackB/Carboxen1000 热脱附管	石英管 (P/N: 380-00254-04)
	不锈钢管 (P/N: 380-00251-04)
SHIMSEN TD Tenax GR/AC Carbon 热脱附管	石英管 (P/N: 380-00254-05)
	不锈钢管 (P/N: 380-00251-05)
SHIMSEN Bag, PVF 采样袋	推荐货号: 1L: (P/N: 380-00201-01)
SHIMSEN Bag, Multi-Layer Foil 采样袋	推荐货号: 1L: (P/N: 380-00204-02)
SHIMSEN Bag, PET 采样袋	推荐货号: 1L: (P/N: 380-00202-01)

周边仪器:

PR-FP-0120 α -MT1 超纯水仪器	P/N: 160000113
Minipump MP-W5P 采样泵	P/N: SBT090860-50602



www.shimadzumall.com

E-mail:contact@sglc.shimadzu.com.cn

本产品资料所宣传的内容，以本版本为准，资料中的试验数据除注明外均为本公司的试验数据。本资料所有信息仅供参考，如有变动恕不另行通知。

岛津(上海)实验器材有限公司

Shimadzu (Shanghai) Global Laboratory Consumables Co.,Ltd.

客户服务热线：800-820-7730 400-920-7730

上海总公司

地址：上海市徐汇区宜州路华鑫慧享城B2栋2F
电话：021-6280-0202

北京分公司

地址：北京市朝阳区东三环北路2号南银大厦22层2212室
电话：010-8447-1667

成都分公司

地址：成都市锦江区三色路38号博瑞·创意成都B座19楼04单元
电话：028-8595-3678

广州分公司

地址：广州市流花路109号之达宝广场1009
电话：020-3631-5399

苏州分公司

地址：苏州市高新区泰山路183号
电话：0512-8886-8660



官方微信



电子书



官方抖音



在线商城

株式会社 岛津制作所

604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1
电话：81(75)823-1111 传真：81(75)811-3188
URL：http://www.shimadzu.com

本书中所记载的公司名称、产品服务名称及商标均为株式会社岛津制作所的注册商标或商标。本书中有未标明 TM 标志和 © 标志之处。
本书中所使用的其他公司的商号、商标的所有权非株式会社岛津制作所所有。