

## 利用电子捕获检测器对含氯环境污染物进行分析

### 前言

本指导书讨论了在各种基质包括水、固体（土壤和植物材料）和生物（鱼和动物组织）中，监测含氯污染物的分析方法。化合物的类别，例如含氯农药、多氯联苯（PCBs）、含氯除草剂、消毒副产物以及熏蒸剂都是这里所提到的污染物。气相色谱仪与电子捕获检测器（ECD）联用是分析这些化合物的通用技术。ECD 对带负电的化合物有很高的灵敏度，因而具有极低的检测限。为了确保准确的鉴定结果，通过使用带有两个 ECD 的仪器和用于确认分析的具有不同选择性的两根色谱柱可以同时分析所有的样品。

极低的检测限与来样品基质的干扰结合在一起，成为实验室在含氯农药和除草剂分析上的一个挑战。样品常常会被非目标化合物例如脂类和烃类严重污染，而这个分析方法需要采取严格的质量控制方案。另外，有一些化合物在分析过程中会被破坏或者被吸收，导致分析结果不准确。

本指导书提供了在提取、除杂以及对来自各种样品基质中的含氯农药、PCBs、消毒副产物和熏蒸剂的 GC 分析上的信息。还包括一些可以简化这些化合物分析的产品的列表。

## 液体、固体和生物样品的准备方法

为了保证目标分析物从样品基质中数量转移的重现性，必须进行适当的提取步骤。然而，当提纯样品时，很多样品基质与通常在环境样品中出现的化合物的极低检测限结合在一起，因而变成分析上的一个挑战。这里展示的是一些液体、固体和生物样品的最常用技术的基本说明。有时候，为了保证目标化合物能被从样品基质中提取出来，需要调节样品的 PH 值。关于溶剂的类型和 PH 调节的一些相关细节可以参考指定方法，例如本文所说的美国 EPA 方法。

### 液体样品

分液漏斗分离（EPA 方法 3510）或着自动液液萃取分离（EPA 方法 3520）是最常用的液体样品分离技术。使用分液漏斗分离是最省时和最经济的，但是不适用于会与分离溶剂形成乳浊液的样品。自动化的液液萃取机不需要太多复杂的人工操作，可以对会形成乳浊液的样品进行萃取，但是它的安装费用较高，而且清洗比较困难。固定相萃取（EPA 方法 3535）可以用于从具有低微粒水平和最小基质干扰的含水样品中萃取农药化合物，例如饮用水样品中提取出农药成分。

### 1、分液漏斗分离

萃取分离，其水样体积一般为 1 升，分液漏斗体积为 2 升。首先要测定和调节样品的 PH 值，使之符合方法要求（Figure 1）。然后将方法推荐的溶剂的指定体积加入到样品中，震荡 2 分钟。在震荡过程中要不时给分液漏斗放气，避免里面气压过大。还有很关键的一点是，要用相同的方式震荡所有样品，以将萃取分离率的差异性最小化。保证一致性最好的方法是使用机械分液漏斗震荡器。用现配的溶剂重复操作以上步骤至少两次，从而获得所有分析物的定量回收。最后将从这三种离析物中萃取出来的萃取物排到收集容器中。

### 2、连续液-液萃取

连续液液萃取分离系统便于进行无人提取操作，对于易于形成乳浊液的样品分离具有明显的优势。但是，由于有机化合物与玻璃表面的接触时间延长，很可能导致玻璃器皿表面被污染，从而引起反应物质的破坏，所以必须对玻璃器皿进行适当的冲洗。可用的液液萃取剂有两种：传统型和促进型。促进型促进剂

Figure 1: Separatory funnel.



采用疏水膜分离水和有机相，与传统萃取剂相比，萃取时间可以减少 1/3 到 1/4。注意溶剂的体积是基于萃取剂的设置。

### 3、固相萃取（SPE）

SPE 可以用于从水样中萃取含氯农药和 PCBs（EPA 方法 3535 和 508.1）。它可以加快萃取进程，明显减少溶剂的使用量。将水样通过含有 C18 填料的固相萃取柱，水样中的农药和 PCBs 将会被 C18 填料所吸附。加入少量体积的乙酸乙酯和二氯甲烷后，分析物将从固相萃取柱中流出。在使用 SPE 时，按照方法说明相当重要。用于萃取这些化合物的典型介质 C18 固相萃取柱和膜盘（Figure 2）的生产商有好几家，萃取步骤也会根据生产商和萃取介质的不同而有所改变。由于膜盘流速比管柱更快，可以缩短萃取时间，所以它们更常用于大体积水样的萃取。SPE 两个最大的问题是含有盘状物或者悬浮固体的管柱的堵塞以及目标化合物的流失。使用预虑器可以减少萃取介质的堵塞。而目标化合物的流出是由于样品中的有机物含量过高，超出了吸附剂的承载量。因此，含有高浓度的悬浮固体和或含有高含量的有机成分样品不应采用 SPE 技术进行萃取。

#### 固体和生物样品

对于固体和生物样品，索式萃取法或声波降解法是以往最常用的方法。在最近几年，新的萃取技术例如加压流体萃取和微波萃取，由于可以减少溶剂的使用量，而且不需要过多的人工操作，变得更加盛行。

#### 1、索式萃取和声波降解

采用索式萃取法或声波降解法可以很好地从固体基质和生物材料中将含氯污染物萃取出来（Figure 3）。索式萃取很耗时间，而且需要大量的萃取溶剂。声波降解法（例如 超声波萃取）是一种更快的萃取技术，但是需要操作者全程监控。这两种方法都存在一些问题例如污染问题，受污染的试剂，

Figure 2: SPE cartridges and disks commonly used for extracting chlorinated pesticides and PCBs from aqueous samples.



**Globetech**

Figure 3: Soxhlet extractor.



## 深圳市高比科技有限公司

特别是硫酸钠；或者转移样品萃取物时的实验操作不规范。样品通常需要与硫酸钠混合，使之在添加溶剂之前其性质保持一致性。由于一些农药会吸附到粉末物质上，所以一般推荐使用硫酸钠颗粒。

## 2、加压流体萃取/微波萃取/超临界流体萃取

一些自动化萃取方法已经发展应用于固体和生物样品。加压流体萃取（EPA 方法 3545）是无人操作的，使用的溶剂量比索式或声波降解法要少。Dionex ASE 系统（Figure 4）和应用分离 PSE 系统是两种应用于商业上的加压流体萃取法。这两种系统都可以自动萃取多种样品。超声波萃取（EPA 方法 3546）同样可以自动萃取。微波萃取可以同时萃取多种样品。用于商业上的微波萃取是由 Milestone Scientific 和 CEM 公司生产的。超临界流体萃取（EPA 方法 3560）作为一种环境样品无溶剂萃取技术，已经推出好几年了。但是它的应用受到限制，因为严格的基质相关的变化导致需要根据土壤类型、水的成分、样品规格和分析物的类型来更改超临界流体萃取（SFE）的条件。这个需要在试剂的萃取之前进行额外的样品预处理。这些要求都限制了它作为一种在很多环境应用的萃取技术的使用。

### 萃取溶剂的选择

所有样品的萃取，要先使用农药残留等级溶剂并确认它们的纯度，然后再用空白溶剂进行分析。这保证了样品不会被溶剂中的杂质干扰。为了进行一个溶剂实验，需要将 300-400ml 的溶剂量减少到最后的 1ml，并且转化成 GC-ECD 分析用的己烷。由于土壤和生物样品基本上是含水分的粒子，丙酮和二氯甲烷通常是以 1:1 的比例混合作为萃取溶剂。丙酮需要完全地渗透入土壤粒子中，使得粒子中包含的化合物能被萃取出来。一些其他的溶剂系统可以用于独特的萃取，但是一般来说这个溶剂系统大部分情况下都适用。

在使用二氯甲烷作为萃取溶剂时，要特别注意它可以在无稳定剂下自发地产生盐酸。稳定剂有两种：一种可以防止盐酸的生成，另一种是从结构上消除盐酸。甲醇通常被用于防止盐酸的形成。一般不建议使用甲醇稳定的二氯甲烷来萃取亲水样品或含水的土壤样品。因为甲醇会将水分隔出来，导致萃取不稳定。盐酸在不稳定的二氯甲烷中的快速形成和酸性溶剂的注射进样会导致衬层和色谱柱的活化。第二种稳定剂，戊烯，通常被用于减少盐酸的生成。由于它的沸点低，不会干扰早期馏出的目标化合物，所以一般建议使用经戊烯稳定的二氯甲烷作为萃取剂。

Figure 4: Dionex ASE® system.



## 萃取物干燥

萃取完成后，将萃取物通过无水硫酸钠干燥。用无水硫酸钠将二氯甲烷中的水分除去是萃取物被浓缩成最终体积前的关键的一步。每 100ml 溶剂中，二氯甲烷可以保持大概 1ml 体积的水。如果水仍然保留在萃取物中，当体积减少时，它会与萃取物分层。如果发生这种情况的话，二氯甲烷会先挥发掉，最后在收集容器里只剩下水，或者会形成两层萃取物。无论是哪种情况，所得到的萃取物都会比预想的少，而且水的存在会干扰 GC 分析。除去水分最好的方法是用漏斗过滤，将萃取物通过装有硫酸钠颗粒并且使用高质量的滤纸（Whatman 541）或者玻璃纤维的漏斗（Figure 5）。对于大部分样品而言，30g 左右的硫酸钠就已经足够了。注意这个步骤是不能省略的。干燥样品后，冲洗硫酸钠，保证样品全部被转移到收集容器中。避免使用硫酸钠粉末，因为一些化合物会被吸附到更小的颗粒上。使用只有 10-60 目的硫酸钠颗粒效果最理想。另外很重要的一点是，这种物质要不受有机污染物的影响。使用农药残留级硫酸钠，并把它贮存在玻璃容器中。散装的硫酸钠是用塑料袋包装的，如果买到这种，需要将它置于马弗炉中烘干。在放入马弗炉要先将硫酸钠倒在 Pyrex 类型的玻璃器皿中，摊开至不足 1 英寸厚，然后把最低温度控制在 400 摄氏度下，恒温 2 个小时。然后，把这些高温硫酸钠倒入玻璃容器中，密封保存，以防止吸收空气中的水分。

Figure 5:  
Drying the  
sample extract  
with sodium  
sulfate.

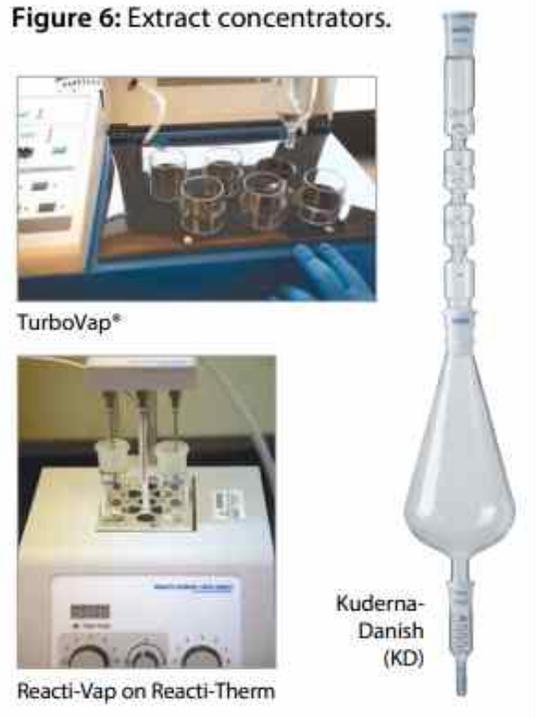


## 萃取物浓缩

干燥样品萃取物后，在分析之前需要缩减萃取剂的体积以浓缩分析物。Kuderna-Danish (KD) 类型浓缩仪是最常用的浓缩仪器。另外，自动浓缩仪例如 TurboVap 或 RapidVap 浓缩仪，都可以用于浓缩溶剂体积（Figure 6）。如果二氯甲烷是其中唯一的萃取剂，那么在浓缩过程中，必须将它转化成己烷或者异辛烷。因为哪怕是非常少量的二氯甲烷都会超出 ECD 的检测限。在蒸发之前，先往样品萃取物中加入 1 至 2ml 的己烷或者异辛烷。由于二氯甲烷的挥发性比己烷或者异辛烷更强，它会先挥发掉，剩下浓缩样品和无氯的亚甲基溶液。

萃取物在浓缩步骤是不允许被完全干燥的，因为它可能会导致更多挥发性成分的流失。

Figure 6: Extract concentrators.



### 含氯农药和 PCBs 的萃取纯化

样品的萃取纯化很可能是长期维护仪器和柱效最重要的一步。一般来说，当仪器和色谱柱出现问题时，往往是由进样口和色谱柱暴露在样品混合物的不挥发性化合物中而引起的。环境样品中常常含有高分子量烃类、硫酸化合物和邻苯二甲酸酯类。植物和生物样品含有色素和脂类。当这种非挥发性物质不能被完全消除时，可以将一些干扰降低到进样口和分析柱不受影响的水平。固定相萃取是清除这些干扰化合物最常用的技术。是否需要萃取纯化取决于干扰化合物的类型和浓度以及所检测的分析物。虽然这些清除纯化程序有可能会增加成本和延长操作时间，但是它提高了仪器的稳定性，降低了仪器和色谱柱的维护频率，而且检测限的潜在提高会减少分析的总时间和成本。

用于含氯农药分析最常用的两种固定相萃取清洗物质是硅酸镁吸附剂和碳吸附剂。这些材料可以用于预填充柱或批量用于打算自己填充膜层的实验室。硅酸镁型吸附剂是一种硅酸镁，它在清除样品中的极性污染物很有用。它在保持一些可能会干扰 GC 对农药分析的共萃取物上同样很有用，例如酚类。硅酸镁型吸附剂在使用前必须经过适当的清洗和活化。活化，需要在烘箱里加热至 130 摄氏度，恒温 16 小时才能完成。检查每一批的硅酸镁性吸附剂在保证最小背景值以及确保填料处于最大活性程度以保证预期的保留性能上显得很重要。Resprep 预填充硅酸镁型 SPE 柱是经过方法实验验证的，适用于大部分的应用。对于超微量的分析，需要使用带有聚四氟乙烯 (FTFE) 烧结的玻璃固相柱，以消除任何可能从柱中过滤出的微量干扰 (Figure 7)。

层析级的石墨化碳是一种通用的、非多孔性吸附剂，已经被成功地应用于从农药萃取中清除高分子量非极性干扰物。它可以用于商业上的预填充柱。一般来说，碳先馏出极性化合物，然后再馏出非极性化合物。基于这一点，碳产生了一种可以从样品萃取物中移除非极性基质干扰物的极好的吸附剂。由于石墨化

Figure 7: Glass SPE cartridge for extract cleanup.



碳可保留或萃取各种化合物，因此萃取系统可以被调整来保留和馏出脂类、芳香化合物、极性和非极性化合物。为了达到最优的回收，有利的化合物应该用于弱溶剂或分析物的溶解度低的溶剂中，然后可以随着强溶剂而馏出。含有二氯甲烷的混合溶剂系统往往是萃取效率最高的。对于 ECD 分析，在分析之前要将馏出样品转化成不含氯的溶剂。注意，由于石墨化碳的多样性和高容量，对每一批材料的所有分离和馏出体积都应该进行验证。另外，在使用石墨化碳清理 PCB 同系物分析的萃取干扰物时要特别留意，因为共面多氯联苯同系物 BZ#77,81,126 和 169 具有很强的保留性，当使用这些溶剂时，目标化合物无法馏出。使用 1: 1 的乙酸乙酯和甲苯混合液时，可以使这些同系物馏出。其他的纯化技术，例如使用活化铜脱硫，必要的时候可能需要使用凝胶渗透色谱法（GPC）。

## 卤代污染物分析

当测试环境样品中的卤代污染物时，选择最合适的分析柱和进样技术是获得最优结果的关键。许多各种不同的毛细管都被建议用于不同卤代污染物的分离，这也导致了色谱柱的频繁更换和 GC 系统的重新校准。由于这些柱已经发展成为可以分离各种不同卤代污染物的色谱柱，所以使用这种适用多种分析方法的 Rtx-CLPesticides 柱套装是一种更优方法。这对柱的使用可以减少分析时间，提高分离度和增加样品的生产力。由于 ECD 对含卤污染物具有高度的敏感性，它成为最常用的含卤污染物的检测仪器。GC-MS 同样也用于分析卤代污染物分析，尤其现在的仪器敏感度更高。合适仪器的安装和优化是准确和一致分析的关键。很多这些重要的考虑因素这里都会提到。

## 色谱柱的选择

很多各种不同的色谱柱都已经应用于卤代农药和除草剂的分析。这种分析的理想柱可以完全分离有益化合物，表现出极好的惰性，可以使化合物的分解和吸收最小化，且在馏出目标化合物和高分子量基质干扰物时所需的高温条件下表现出低流失。由于经常需要对某些化合物进行确认，所以通常会用到配备两根不同选择性的双柱系统。主柱和辅助柱（确认柱）在选择性上必须完全不同，这一点很重要，因为这样才能获得馏出顺序和保留时间的改变以验证分析结果。另外，两根柱长度和内直径都应该相同，才能保证样品在每根柱中的流量一致。

Rtx-CLPesticides 和 Rtx-CLPesticides2 柱被开发用于各种卤代污染物的分析。这两根柱在选择性有明显的不同，可以被用于很多卤代污染物的精确报告上，而且当用不同方法分析样品时，不需要更换色谱柱。这两种柱都具有极好的惰性，低流失和高热稳性。Rtx-CLPesticides 套柱的强惰性保证了异狄氏剂，DDT 和甲氧滴滴涕等活性化合物的分解和吸收最小化。Rtx-CLPesticides 和

Rtx-CLPesticides2 的最高温度是 340°，允许分析物使用高温处理以除去高沸点污染物。此外，当采用不同的馏出模式，在进行同时确认分析时，这些柱可以在同一温度程序控制条件下操作。每种柱的可用规格为：内径 0.18mm，0.25mm，0.32mm 和 0.53mm，每一个尺寸的相比都已经被优化以获得最大分离和减少分离时间。

虽然 Rtx-CLPesticides 柱所有通用内直径尺寸都可用，但最常用的还是内径 0.32mm 的。这个尺寸的柱能达到样品承载量和分析时间的良好平衡。如果你的样品萃取物被污染了，你会发现内径 0.53mm 的柱的校准持续时间因为它的较大容量而更长。内径 0.18mm 和 0.25mm 柱的分离度更好，但是对于被污染或高浓度的样品，它的样品容量不够。在大部分情况下，内径 0.32mm 是农药和杀虫剂分析柱常用的尺寸。

## 进样技术

可以用于分析卤代污染物的进样技术有几种：不分流进样、直接进样和柱头进样。不分流进样需要精心的优化以得到一致和准确的结果。直接进样是由不分流进样变化而来，在分析在系统中会与活性键反应的化合物上具有一些优势。冷却柱头进样也已经被用于分析这些化合物。以上每一种技术以及它们的优势、劣势都将在下面进行讨论：

### 1、不分流进样

不分流进样是一种加热挥发技术，需要一个不分流进样系统。使用注射器把样品导入到加热进

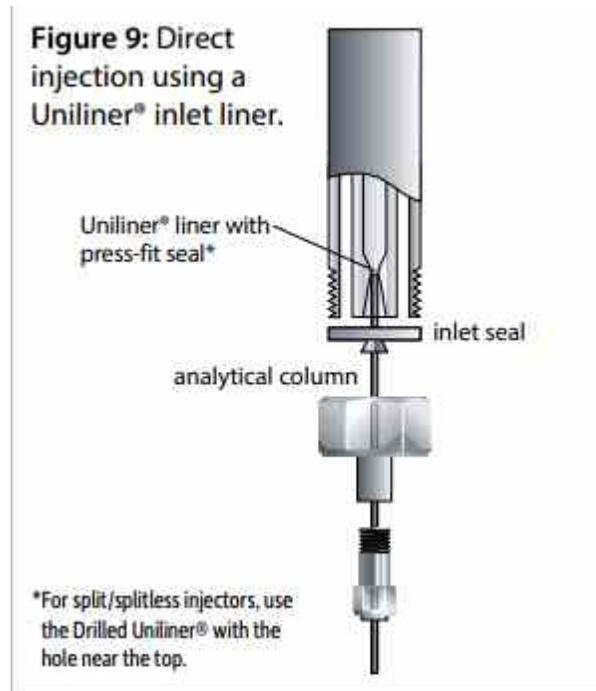
样口里的玻璃管内。这会引发样品的蒸发，但是，进样口温度必须足够高才能使溶剂和分析物完全蒸发。在不分流进样过程中，分流阀是关闭的，使得所有的载气流和注射样品直接流进色谱柱中。在尽可能多的蒸发样品被从进样口转移到色谱中之后，分流阀仍要关闭片刻，大概 30 秒到 2 分钟。当不分流阀持续关闭 30s-2mins 后，打开清洗阀，剩下的溶剂和残留样品会被清理出进样口。由于 ECD 不是破坏性的检测器，清洗阀应该连接一个碳阱 (Figure 8)，用于防止任何有机化合物被排放到实验室里。清洗时间必须优化，以保证最小量的溶剂和最大量的分析物被转移到色谱柱中。一般来说，清洗时间是由最后一种馏出分析物的面积计算最大决定的。这种技术可以允许当过量的溶剂和污染物被从系统中清除出来时，最大量的样品被转移到色谱柱中，

Figure 8: Carbon trap installed on GC split vent.



从而获得更低的检出限。

由于异狄氏剂、DDT 等分析物在进样口的保留时间长，而且暴露在进样系统的活性表面中，很容易导致不分流进样出现惰性方面的问题。进样管道必须经过适当的去活处理以防止吸收或分析物被破坏，还应该对管道进行清理或频繁更换进样管，维护其适当的惰性。没有被蒸发掉的样品基质中的非挥发性和高沸点化合物将会被留在进样系统中。这些物质最终将会污染进样管道，引起活性物质的吸收和反应减弱。另外一个惰性问题产生于汽化了的样品溢出到进样管道外面，将活性分析物暴露在进样器内的金属表面。进样口中最普遍的活性区域是底部。当使用安捷伦的进样口时，汽化样品可以流过柱，与进样管道下面的金属圆盘（入口密封件）接触。安装镀金的入口密封件将会增强惰性。由于入口密封件也会被非挥发性的残留样品污染，所以在日常的维护中，要将这些入口密封件连同管道一起更换掉。



## 2、直接进样

直接进样也是一种加热汽化技术。它与不分流进样的主要区别在于色谱柱与进样系统的连接方式不一样。

在传统的分流进样中，管道会在底部开口，当打开分流阀时，样品和溶剂就从进样器中流出。而在直接进样中，分析柱被密封成一个在衬垫的底部使用一个锥形的压合连接特别设计的单一进样衬管。这允许全部样品进入柱和 GC 系统中，避免分析物与衬垫下面的活性金属表面接触（Figure 9）。使用这种进样方式的一个额外的好处是减少进样口的歧视，从而提高较高沸点化合物的反应。在使用单一进样管时，应该将分流阀设置为关闭模式，使用比平常更高的流速，使样品的挥发蒸汽全部保留在管内。

## 3、冷却柱头进样

在冷却柱头进样中，针头会直接插入柱中，样品萃取物会沉淀下来。与其他进样技术相比，典型的柱头进样的峰型最窄，重现性最好。虽然这种进样方式用于相关的清洁样品的进样效果很好，然而一般不推荐用于含有不挥发性残留物质的样品进样。柱头进样最适合用于一些分析物浓度水平很低，不挥发性物质相对少的饮用水样品萃取。传统的柱头进样通常少于 1ul，需要使用内径 0.53mm 的分析柱或者安装在进样口，并且与一个直径更小的分析柱相连的内径为 0.53mm 的保护柱。

## 4、双柱分析

当对卤代污染物进行确认分析时，通常要用到两根具有不同选择性的色谱柱。这要求 GC

系统具备电子捕获检测器。将两根色谱柱安装到同一个进样系统中的两种最常用的技术是“Y”型连接

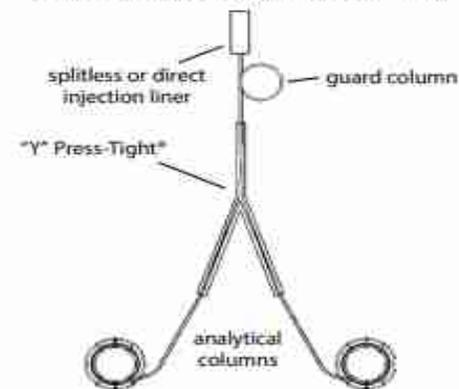
器或双孔压环 (Figure 10)。以下是使用“Y”型连接器和保护柱的一些优势,也是这个配置受到推荐的原因。首先,这个设备允许进行分流、直接或柱头进样。其次,保护柱通常用于保护分析柱免于非挥发性样品污染物的污染,延长色谱柱的寿命。保护柱是经过过去活处理,但是没有镀涂层,具有一定长度的熔融石英管,它连接到分析柱前面,对分析柱起到保护作用。通常,保护柱的一个5米长部分用于连接Y型连接器的单脚端和进样器。两根分析柱被安装到Y型连接器的另外一头的两端和分离检测器。有3种类型的Y型连接器。较常用的是使用同心压力形成一个在操作常压下防漏的Y型连接器。SeCure Y型配置同样具有这种额外的稳定性。MXT“Y”型连接器是一种使用聚酰亚胺压环的金属连接器。另一种比较少用到的方法是使用一个双孔压环,将两根柱安装到同一个进样器中,但是这需要分别使用两根保护柱分别与对应的分析柱连接。样品在这两根分析柱中的分流将由它们的长度和内径大小决定。如果两根柱的长度和内径都相同,它们之间的分流将会大概相等。这个装置不能用于柱头进样,因为注射针头只能进入一根色谱柱。同样它也不能用于直接进样,因为管道上只能安装一根色谱柱。

### 5、电子捕获检测器系统

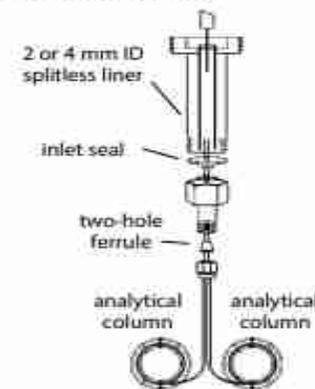
ECD 其中一个好处是它对含氯化合物的敏感性,使之对很多这样的化合物具有极低的检测限。另外一个好处是,它对带负电化合物的敏感性,可以避免样品基质中的一些干扰。要正常运作,ECD需要氮气或者含有5%的甲烷的氩气作为其修饰气体。ECDs在16倍到100倍浓度范围的线性足以超越了大部分方法校准的要求。ECDs的线性会严重受到修饰气体流速的影响。为了在ECD上获得对含氯农药的线性反应,一开始应该根据厂家的建议设定好修饰气体的流速,并且绘制a-BHC和甲氧滴滴涕的校准曲线。利用这些反应因子计算每一种化合物的相关标准偏差。调整修饰气体的流速使得这两种化合物的标准偏差大致相等。提高修饰气体的流速可以提高a-BHC的线性,然而会减弱甲氧滴滴涕的线性。一旦修饰气体被设置好,使a-BHC和甲氧滴滴涕得到很好的线性时,剩下的杀虫剂将会呈现出直线。

Figure 10: Dual column setups for different injection techniques.

A. Using a “Y” Press-Tight® connector for splitless or direct injection is recommended.



B. Alternatively, two-hole ferrules can be used for splitless injection.



## 分析方法

### 1、含氯杀虫剂和 PCBs

一些分析含氯杀虫剂和 PCBs 的方法已经发展起来。Rtx-CLPesticides 和 Rtx-CLPesticides2 色谱柱联用可以分析绝大部分的含氯杀虫剂，并且可以用于分析 PCB (Table I)。PCBs 经常作为多成分技术混合物被成为多氯联苯而被分析。多氯联苯混合物是根据能指示氯化作用水平的编号系统来进行区分的。(例如: Aroclor 1242 是含有重量占 42%的氯)。含氯水平的提高会产生混合物，这些混合物带有一些氯原子越来越多的成分。这会使得每一种多氯联苯混合物都形成独特的峰型。多氯联苯分析关键的一方面是模型识别，它用于辨别样品中存在的一些独特的多氯联苯。但是由于天气或生物降解作用，它的实现可能比较困难。另外，一些样品可能含有多于一种多氯联苯，这样会大大干扰模型的识别。

**Table I: Target analyte lists for chlorinated pesticides and PCBs in EPA methods.**

Compound	CAS Registry Number	Method 508.1	Method 608	Method 8081B	Method 8081B Add'l Compounds	Method 8082A
Alachlor	15972-60-8	✓			✓	
Aldrin	309-00-2	✓	✓	✓		
Aroclor 1016*	12674-11-2	✓	✓			✓
Aroclor 1221*	11104-28-2	✓	✓			✓
Aroclor 1232*	11141-16-5	✓	✓			✓
Aroclor 1242*	53469-21-9	✓	✓			✓
Aroclor 1248*	12672-29-6	✓	✓			✓
Aroclor 1254*	11097-69-1	✓	✓			✓
Aroclor 1260*	11096-82-5	✓	✓			✓
Atarazine	1912-24-9	✓				
Butachlor	23184-66-9	✓				
α-BHC (α-HCH)	319-84-6	✓	✓	✓		
β-BHC (β-HCH)	319-85-7	✓	✓	✓		
δ-BHC (δ-HCH)	319-86-8	✓	✓	✓		
γ-BHC (γ-HCH, Lindane)	58-89-9	✓	✓	✓		
Captan	2425-06-1				✓	
Carbophenothion	786-19-6				✓	
cis-Chlordane	5103-71-9	✓		✓		
trans-Chlordane	5103-74-2	✓		✓		
Chlorneb	2675-77-6	✓			✓	
Chlorobenzilate	510-15-6	✓		✓		
Chloropropylate	5836-10-2				✓	
Chlorothalonil	1897-45-6	✓			✓	
Cyanazine	21725-46-2	✓				
DBCP	96-12-8			✓		
DCPA (Dacthal)	1861-32-1	✓			✓	
4,4'-DDD	72-54-8	✓	✓	✓		
4,4'-DDE	72-55-9	✓	✓	✓		

4,4'-DDT	50-29-3	√	√	√		
Diallate	2303-16-4			√		
Dichlone	117-80-6				√	
Dichloran	99-30-9				√	
Dicofol	115-32-2				√	
Dieldrin	60-57-1	√	√	√		
Endosulfan I	959-98-8	√	√	√		
Endosulfan II	33213-65-9	√	√	√		
Endosulfan sulfate	3031-07-8	√	√	√		
Endrin	72-20-8	√	√	√		
Endrin aldehyde	7421-93-4	√	√	√		
Endrin ketone	53494-70-5		√	√		
Etridiazole	2593-15-9	√				√
Halowax-1000	58718-66-4					√
Halowax-1001	58718-67-5					√
Halowax-1013	12616-35-2					√
Halowax-1014	12616-36-3					√
Halowax-1051	2234-13-1					√
Halowax-1099	39450-05-0					√
Heptachlor	76-44-8	√	√	√		
Heptachlor epoxide	1024-57-3	√	√	√		
Hexachlorobenzene	118-74-1	√		√		
Hexachlorocyclopentadiene	77-47-4	√		√		
Isodrin	465-73-6			√		
Methoxychlor	72-43-5	√		√		
Metoachlor	51218-45-2	√				
Metribuzin	21087-64-9	√				
Mirex	2385-85-5					√
Nitrofen	1836-75-5					√
trans-Nonachlor	39765-80-5					√
PCNB	82-68-8					√
Permethrin (cis & trans)	52645-53-1					√
cis-Permethrin	61949-76-6	√				
trans-Permethrin	61949-77-7	√				
Perthane	72-56-0					√
Propachlor	1918-16-7	√				√
Simazine	122-34-9	√				
Strobane	8001-50-1					√
Technical chlordane*	57-74-9		√	√		
Toxaphene*	8001-35-2	√	√	√		
Trifluralin	1582-09-8	√				√

## 2、建立和维护方法的性能

用于含氯杀虫剂和 PCBs 分析的仪器在进行量化分析之前必须先校准。校准必须在 16-100 倍浓度范围以上呈现线性。3 至 5 个点的校准包括分析一个低标准以满足所要求的报告限度，一个高标准满足最小化稀释的需要。线性的检查应该包括所有被记录的农药。在使用苯基相或者氰丙基相柱时，并非所有的分析物都被分离出来。因此，必须分别使用两种杀虫剂混合物，保证准确的校准。这使为所有的含氯农药校准的时间延长一倍。由于 Rtx-CLPesticides 和 Rtx-CLPesticides2 色谱柱没有共馏问题的产生，校准可以只用一种混合物来完成，从而减少校准所需的总体时间。验证所有目标化合物的线性很重要，因为不同类型的农药的进样口歧视不同，色谱图峰型和检测器的线性上会不一样。有一些农药，例如技术氯丹，毒杀芬，都是多成分混合物。由于它们的复杂性，很难得到准确的校准结果。通常，一些多成分分析物中的显著峰被用来建立反应因子。PCB 校准也需要进行同样的操作。更好的是五个峰都被用来进行每一种多氯联苯的确认。最初，要使用 Aroclor 1016 和 Aroclor 1260 的五点校准。中间浓度范围的单独点用来分析剩下的多氯联苯化合物。

### 保证最优系统性能的提示：

从进样口开始：进样口的活性部位会引起分析物的降解和减少恢复，我们建议使用去活的 Sky 进样管和镀金的入口密封聚酰亚胺双环以使惰性最大化和防止异狄氏剂、滴滴涕和 2, 4-二硝基酚等活性物质的损失。

使用去活保护柱和连接器：保护柱可以保护你的分析柱不受挥发性残留物质的污染，用于分析物的集中。选择一个去活保护柱和一个 Press-Tight 连接器连在仪器可以创建一个惰性样品通道，防止目标化合物的流失。

防漏连接器切口要干净、平整：Restek 切割器使色谱柱的切割更快、更容易。只需要在熔融石英柱表面画一条光滑的边界线，轻拍色谱柱管，然后检查切口是否不平整，平整切口保证其与连接器形成防漏密封。

防止污染物进入系统：载气和检测器输气管道中的氧气、水和烃类污染物

会破坏 GC 柱，引起噪声基线。使用 Restek 超级干净气体过滤器去净化进来的气体和保护 GC 系统。

检查所有连接口的渗漏：渗漏会让氧气和水分进入 GC 系统，引起对色谱柱和一些检测器的永久破坏。使用电子检漏检测器可以识别和解决这样的问题。

进样口是在含氯农药分析中很多分析问题产生的地方。异狄氏剂和 4, 4-滴滴涕的分解一般不容易分解，通常意味着其在进样口发生了化学反应。它们的分解可能会由活性玻璃毛、一根受污染或非去活的衬管，进样系统的活性金属表面、衬垫颗粒或载气中的杂质引起的。4, 4-滴滴涕的分解通常暗示着游离的或脏样品萃取物分析引起的进样口污染。凝胶渗透色谱法（GPC）或碳柱清理在移除一些引起 4, 4-滴滴涕的分解的基质干扰上很有用。进样管的经常更换和进样密封可能对于保持异狄氏剂和 4, 4-滴滴涕的低水平分解很有必

要。将分析柱或保护柱的前 6-12 英尺截掉同样可能也很有必要。对分析柱或保护柱进行剪边以移除色谱柱中的任何不挥发性残留化合物的滞留。使用保护柱会延长分析柱的寿命，使由于分析柱剪边引起的分离的损失最小化。

最佳的试验和 EPA 方法表明色谱系统的惰性可以在常规基础上进行确认。这个可以通过含有异狄氏剂和 4, 4-滴滴涕的混合物的系统评估分析得到。异狄氏剂分解成异狄氏剂醛和异狄氏剂酮，4, 4-滴滴涕分解成 4, 4-DDD 和 4, 4-DDE。需要对分解率进行计算，而且两种化合物的含量必须低于 15%。如果分解率超过 15%，必须对仪器进行维护。Restek 为含氯农药和 PCBs 提供一个系列完整的系统评估测试混合物、替代标准和校准标准。

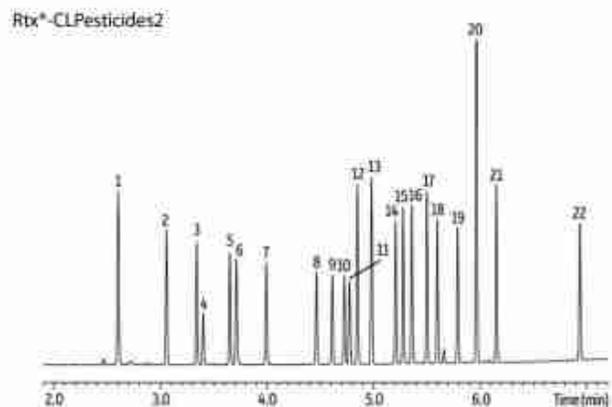
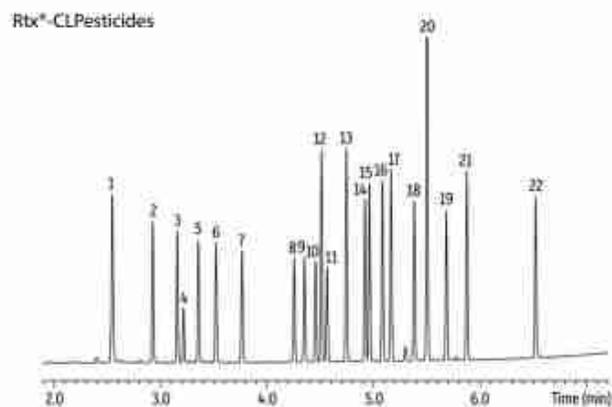
如果更换进样衬管和修剪分析柱的前端不能减少分解，这可能有必要对其进行额外的进样维护。当样品被注射进高温进样管时，汽化了的萃取物会形成逆冲，离开进样管的顶部和底部，引起分析物与金属表面接触。这样会使不挥发性残留物残留在进样管内的金属表面，制造活性位点。要保持进样管的干净就需要频繁地冲洗或者更换进口密封件。如果其他的维护措施不能减少异狄氏剂和 4, 4-滴滴涕的分解，可能要用溶剂周期性地冲洗进样管内壁。还可能需冲洗接入进样器内的载气管以清除反冲进这些管道的污染物。用溶剂冲洗时，溶剂不能流过致动器阀或橡胶部件，确保在冲洗之前进样管处于室温下。

有些实验室会选择清洁和可重新利用的进样管，此时关键的一点是采取适当的去活步骤以使异狄氏剂的分解最小化。管道去活有两种方法：自己去活或者寄回厂家去活。把进样管寄回给像 Restek 这样的公司进行管道的清洗和去活的费用很低，可以节省分析人员的时间，提高效率。清洗管道以及去活有一个标准的程序步骤。

衬垫粒子是引起异狄氏剂分解的另一个主要原因。经过一段时间，隔膜胶垫中心会磨穿，隔膜粒子会粘在玻璃毛塞上面或者进样管底部。频繁更换衬垫和使用高质量的衬垫可以减少磨穿和粒子的产生。确保注射针头没有毛边同样可以减少这种问题的产生。Merlin 微密封衬垫可以避免颗粒在管内聚集。

载气污染是异狄氏剂分解的另一个潜在因素。异狄氏剂可以和被载气携带进进样管内的污染物反应。载气使用嵌入式的气体净化器有助于清除污染物，使得它们不会被带进分析系统中。图 11 至图 16 展示了在设定的优化分析条件下；利用 Rtx-CLPesticides 色谱柱分析含氯农药和 PCBs 的样品色谱图。

**Figure 11:** For commonly analyzed chlorinated pesticides, 0.32 mm ID columns provide the best balance of capacity and resolution.



**Columns** Rtx®-CLPesticides 30 m, 0.32 mm ID, 0.32 µm (cat.# 1) and Rtx®-CLPesticides2 30 m, 0.32 mm ID, 0.25 µm (cat.# 11334) using Rtx® guard column 5 m, 0.32 mm ID (cat.# 10039) with deactivated universal "Y" Press-Tight® connector (cat.# 20405-261)

**Sample** Organochlorine pesticide mix AB #2 (cat.# 32252) Pesticide surrogate mix, EPA 8080, B081 (cat.# 32000)

**Injection** Inj. Vol.: 1 µL splitless (hold 0.3 min) Liner: Solitless taper (4 mm) (cat.# 20729) Inj. Temp.: 250 °C

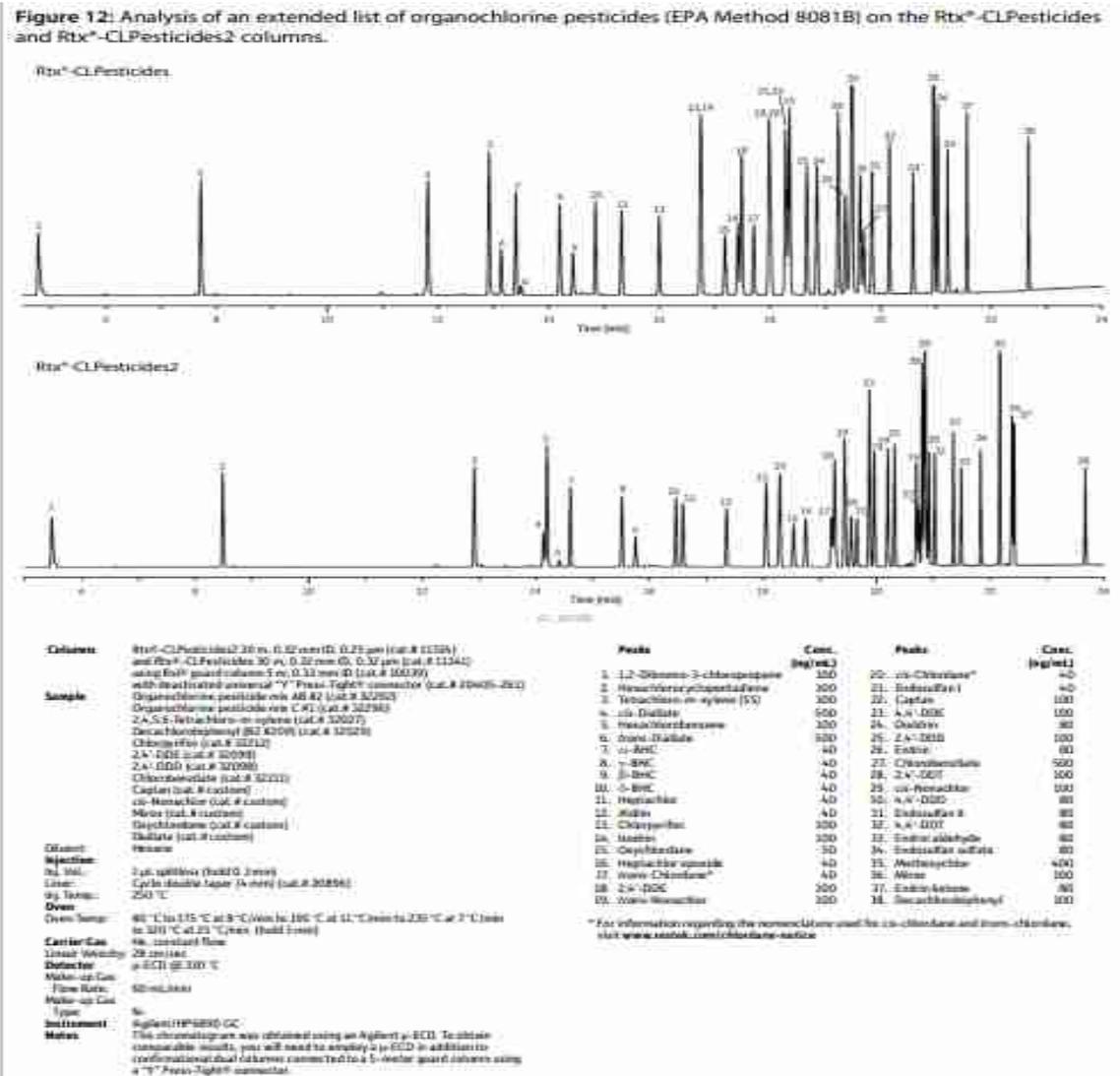
**Oven** Oven Temp: 120 °C to 200 °C at 45 °C/min to 230 °C at 15 °C/min to 330 °C at 30 °C/min (hold 2 min)

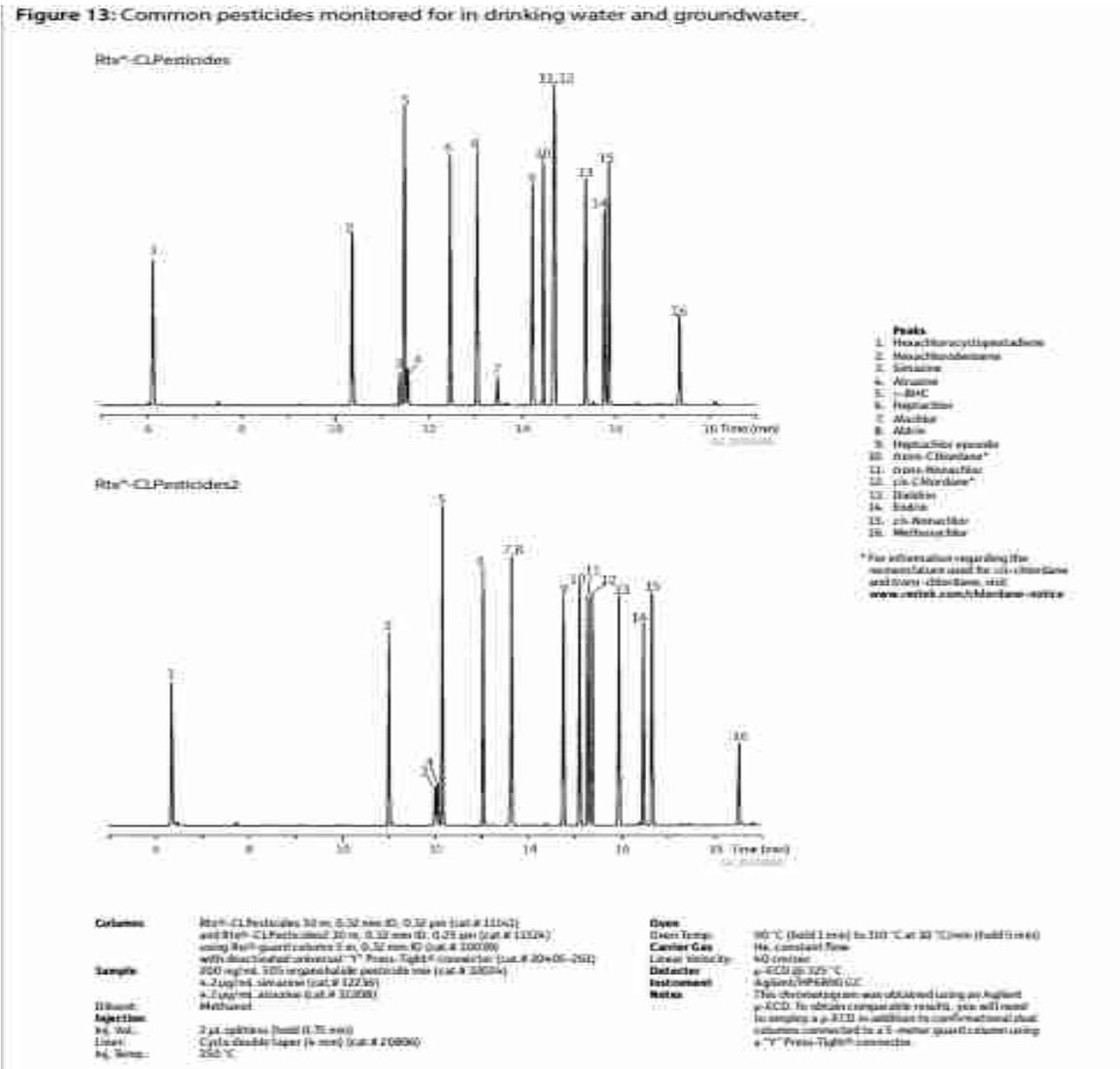
**Carrier Gas** He

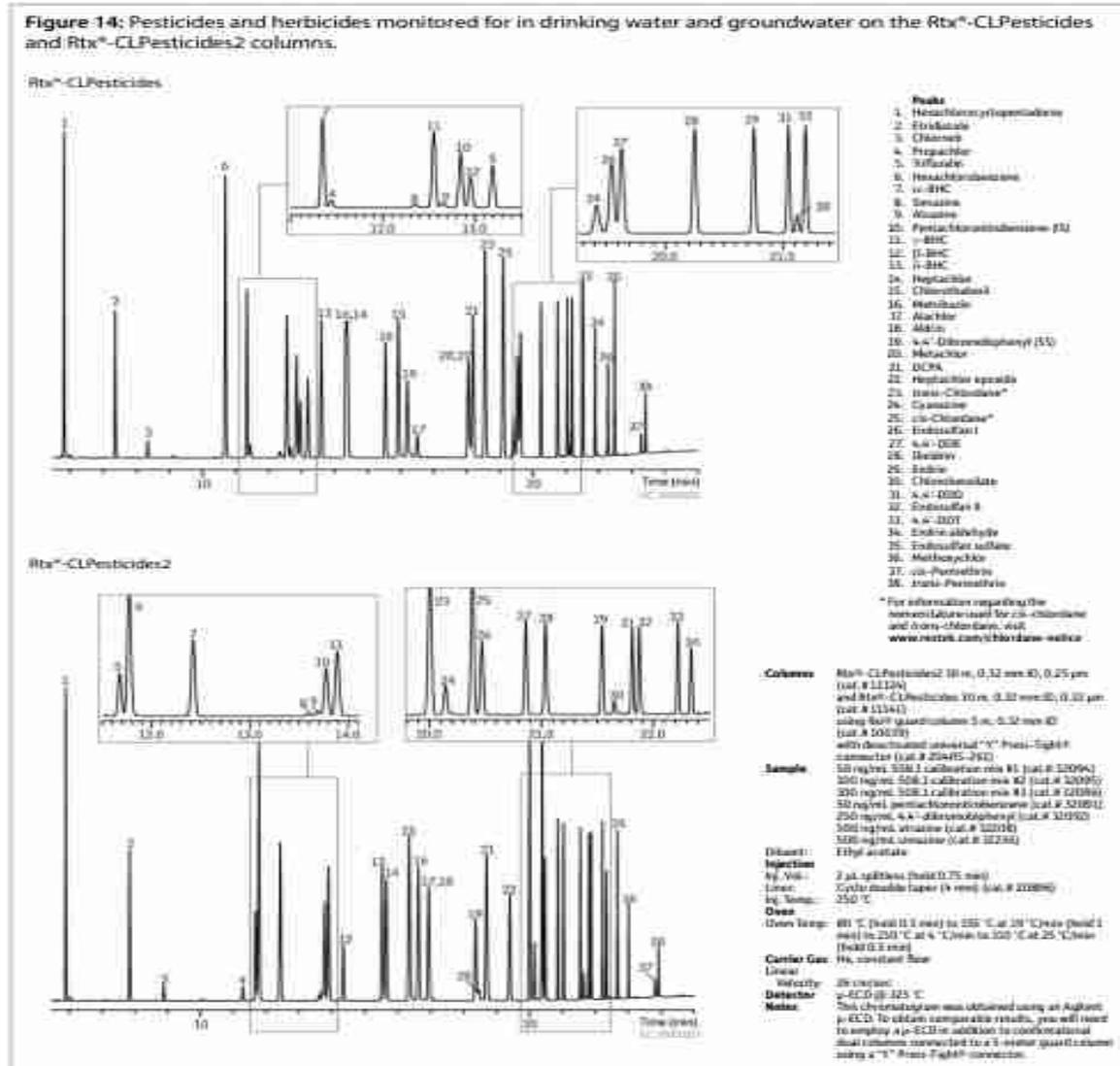
**Detector** µ-ECD @ 330 °C

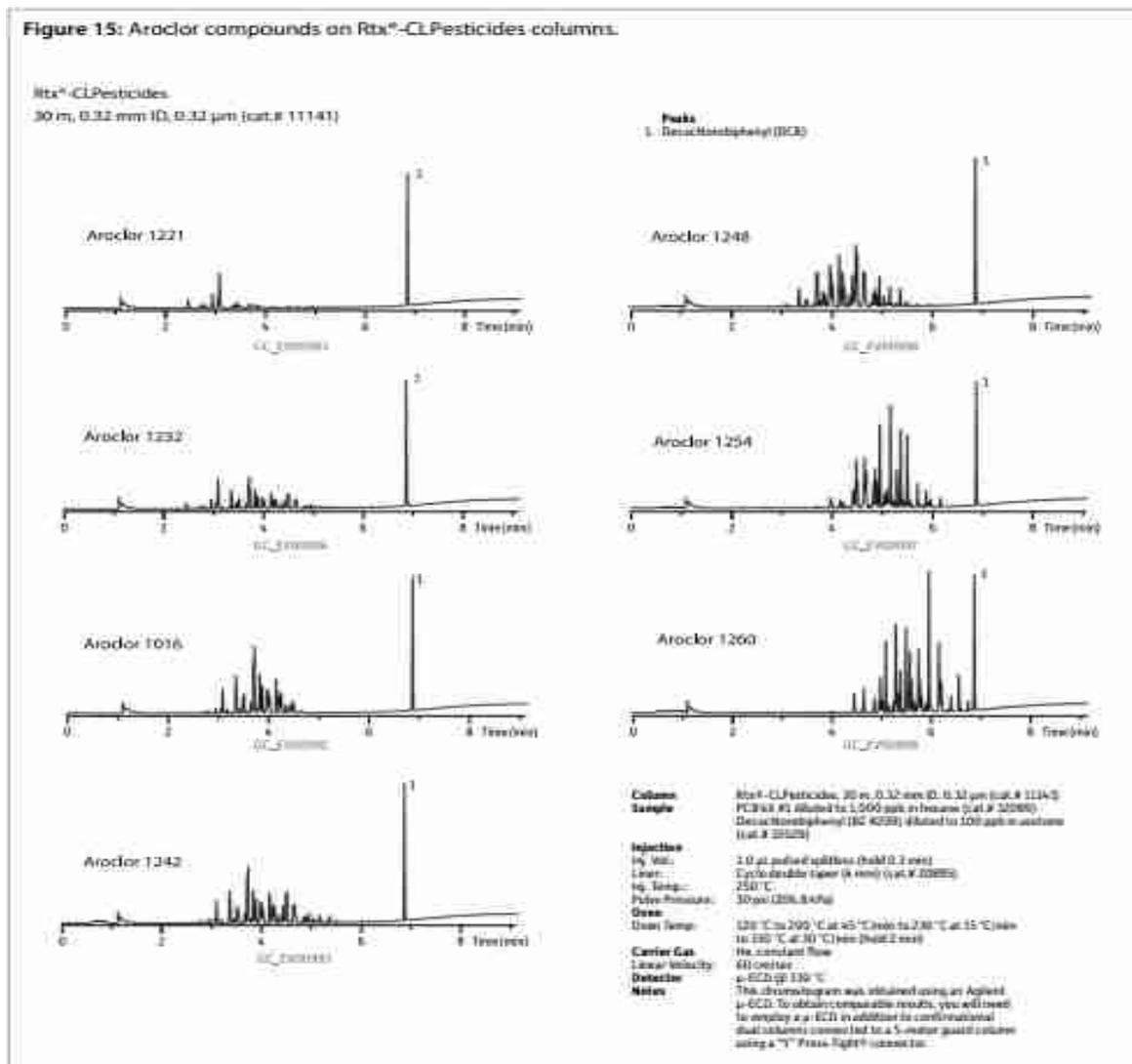
**Notes** Instrument was operated in constant flow mode. Linear velocity: 60 cm/sec @ 120 °C.

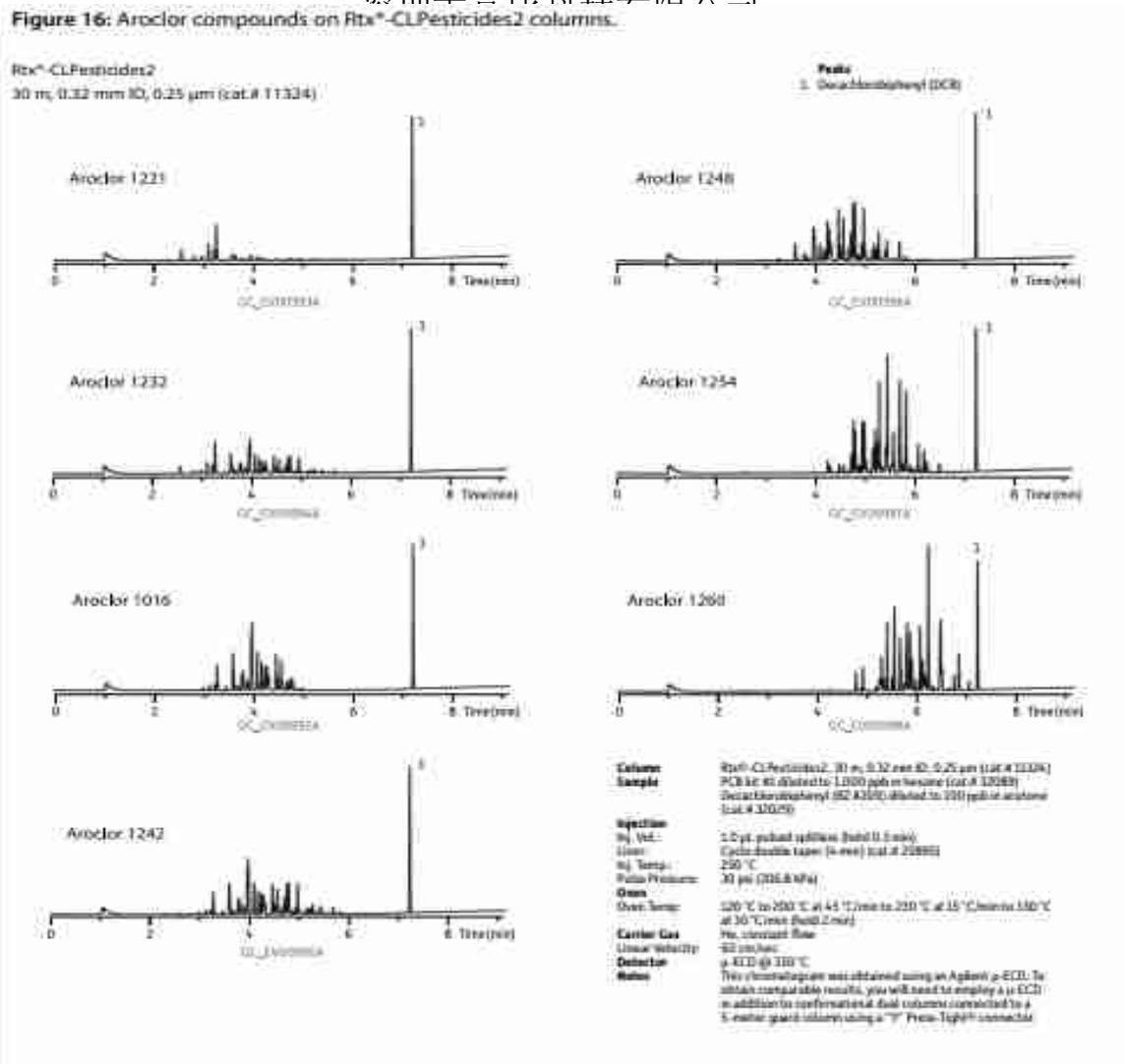
This chromatogram was obtained using an Agilent µ-ECD. To obtain comparable results, you will need to employ a µ-ECD in addition to confirmational dual columns connected to a 5-meter guard column using a "Y" Press-Tight® connector.











### 含氯除草剂

一些含氯除草剂的分析已经发展起来，包括 Table II 里所罗列的方法。由于这些化合物被使用时处于不同形态（自由酸、盐类和酯类），这需要进行一个水解步骤将所有化合物转化成自由酸的形式。然而，自由酸形式是不适宜用于气相色谱仪的，在 GC 分析之前必须经过过去活处理转化成甲酯形式。利用重氮甲烷可以完成脂化作用。重氮甲烷是一种高毒的、活性的潜在爆炸性的物质，只能用于这个步骤的分析。五氟苄基溴同样已被用于含氯酸性农药的去活，但是来自苯酚和含氯苯酚的干扰会影响去活试剂的反应。由于水解酸很容易与碱的表面反应，所有用酸冲洗所有用于样品萃取和转移的玻璃器皿很关键。建议用酸冲洗用于萃取物干燥的硫酸钠。Table II 一旦发生脂化，含氯农药就可以用 GC 分析，Rtx-CLPesticides 和 Rtx-CLPesticides2 可以用来分离这些去活化合物。内部和替代标准都指定这些方法，保证准确的定量化结果。Restek 为含氯农药和自由酸以及甲酯提供了一套完整的内部标准、替代标准和校准标准。图 17 展示了在设定的优化分析条件下；利用 Rtx-CLPesticides 色谱柱分析含氯农药样品的色谱图。

Table II: Target analyte lists for chlorinated herbicides by EPA method.

Compound	CAS #	Method 515.1	Method 615	Method 8151
Acifluorfen	50594-66-6	✓		
Bentazon	25057-89-0	✓		
Chloramben	133-90-4	✓		
2,4-D	94-75-7	✓	✓	✓
Dalapon	75-99-0	✓	✓	✓
2,4-DB	94-82-6	✓	✓	✓
DCPA acid metabolites	-	✓		
Dicamba	1918-00-9	✓	✓	✓
3,5-Dichlorobenzoic acid	51-36-5	✓		
Dichlorprop	120-36-5	✓	✓	✓
Dinoseb	88-85-7	✓	✓	✓
5-Hydroxydicamba	7600-50-2	✓		
MCPA	94-74-6		✓	✓
MCPP	7085-19-0		✓	✓
4-Nitrophenol	100-02-7	✓		✓
Pentachlorophenol (PCP)	87-86-5	✓		✓
Picloram	1918-02-1	✓		
2,4,5-T	93-76-5	✓	✓	✓
2,4,5-TP	93-72-1	✓	✓	✓

Table III: Target analyte lists for haloacetic acids (EPA Method 552.2).

Compound	CAS #
Bromochloroacetic acid (BCAA)	5589-96-8
Bromodichloroacetic acid (BDCAA)	7113-314-7
Chlorodibromoacetic acid (CDBAA)	5278-95-5
Dalapon	75-99-0
Dibromoacetic acid (DBAA)	631-64-1
Dichloroacetic acid (DCAA)	79-43-6
Monobromoacetic acid (MBAA)	79-08-3
Monochloroacetic acid (MCAA)	79-11-8
Tribromoacetic acid (TBAA)	75-96-7
Trichloroacetic acid (TCAA)	76-03-9

### 卤代乙酸

卤代乙酸是饮用水被氯化时产生的副产物。分析方法（例如 EPA552.2）被建立用于分析饮用水中的卤代乙酸。表格 III 展示了这个方法包括的目标化合物的列表。将一个 100ml 水样的 PH 值调节为 11.5，然后用甲基叔丁基醚(MTBE)萃取以除去样品中的碱性和中性化合物。此时样品被酸化至 PH 值为 0.5，卤代乙酸就会被萃取进 MTBE 中。然后使用重氮甲烷将酸转化为甲酯，用带有 ECD 检测器的 GC 毛细管分析。重氮甲烷是一种高毒的、活性的潜在爆炸性的物质，只能用于这个步骤的分析。注意使用酸性甲烷并加热同样可以实现去活。

Figure 17: Analysis of chlorinated herbicides on the Rtx®-CLPesticides column set.

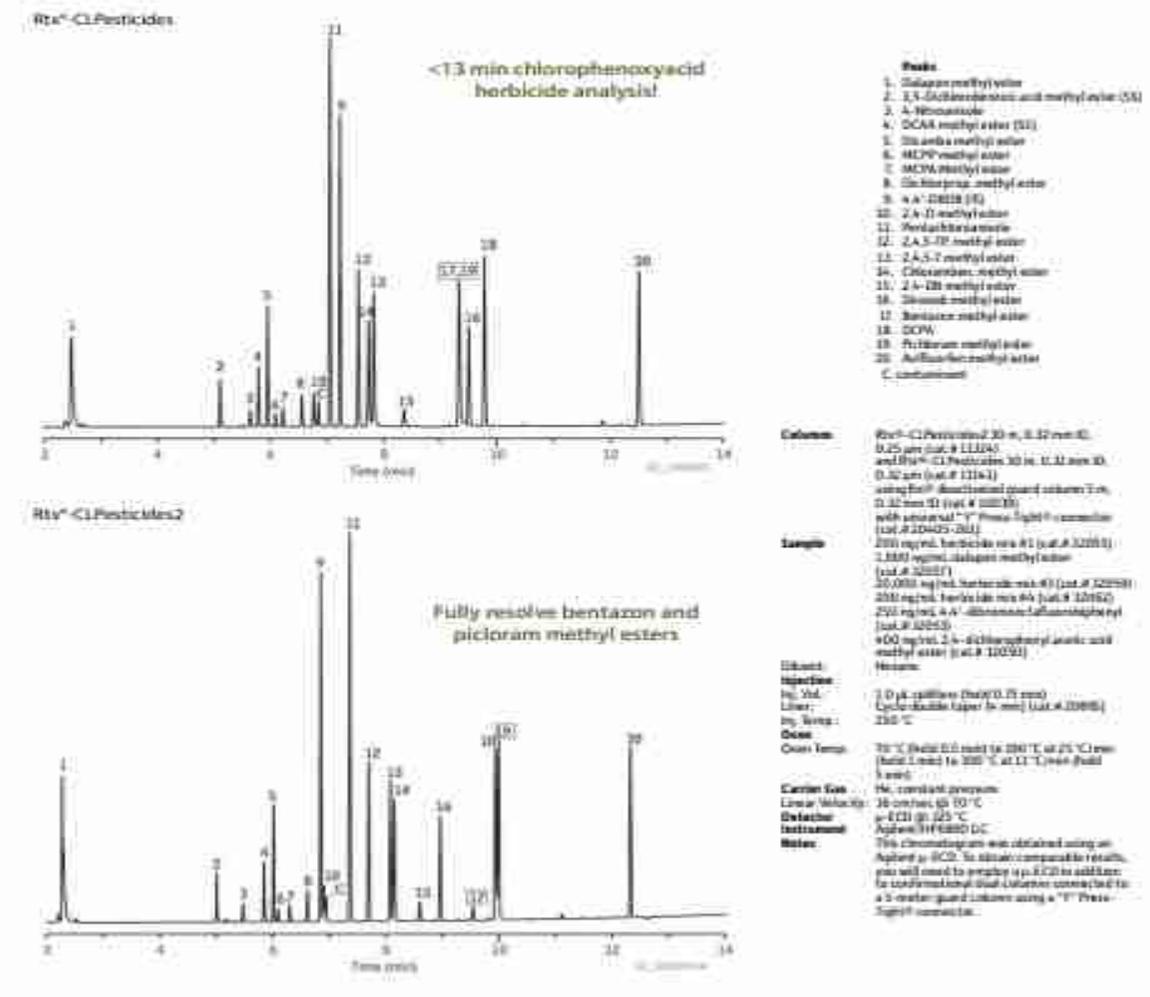
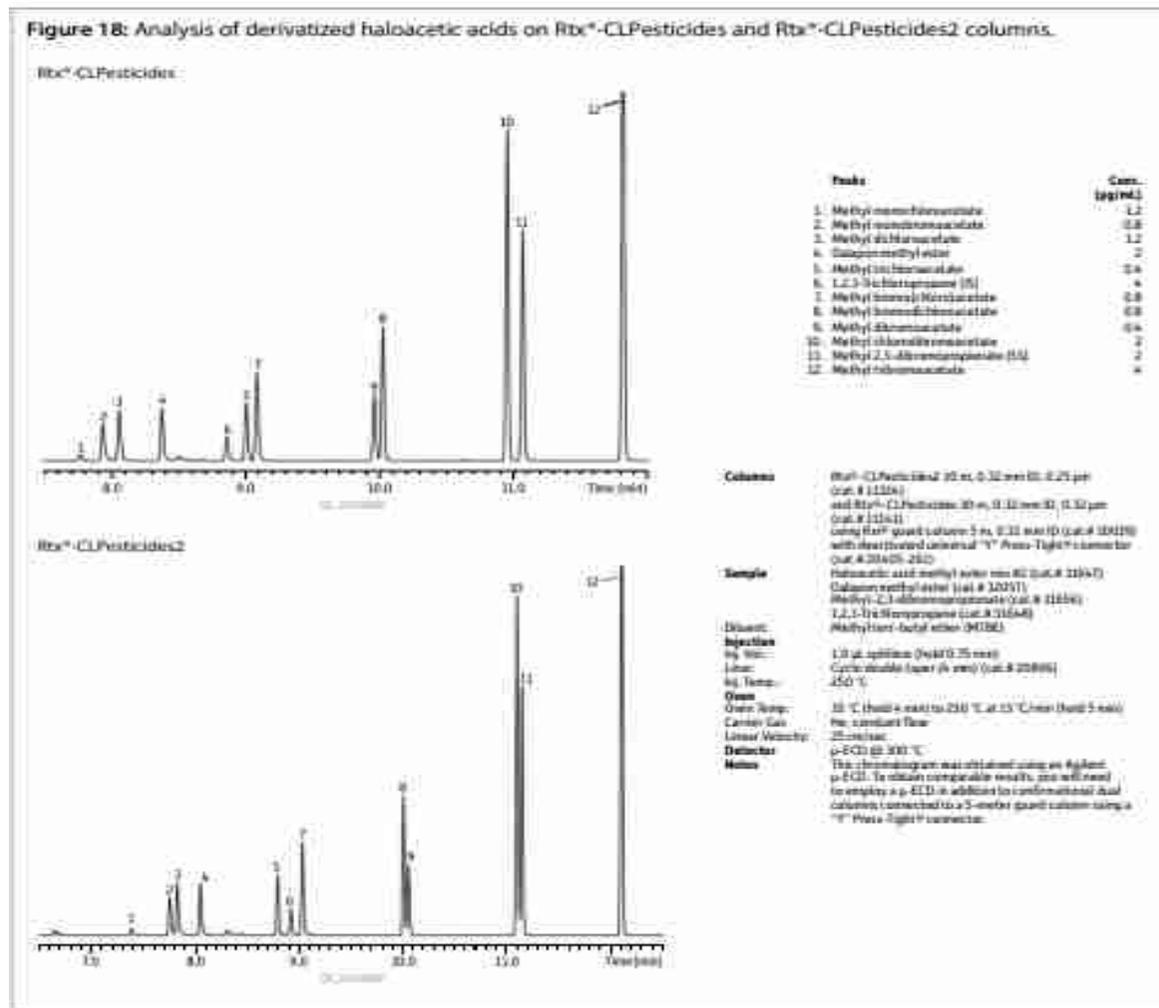
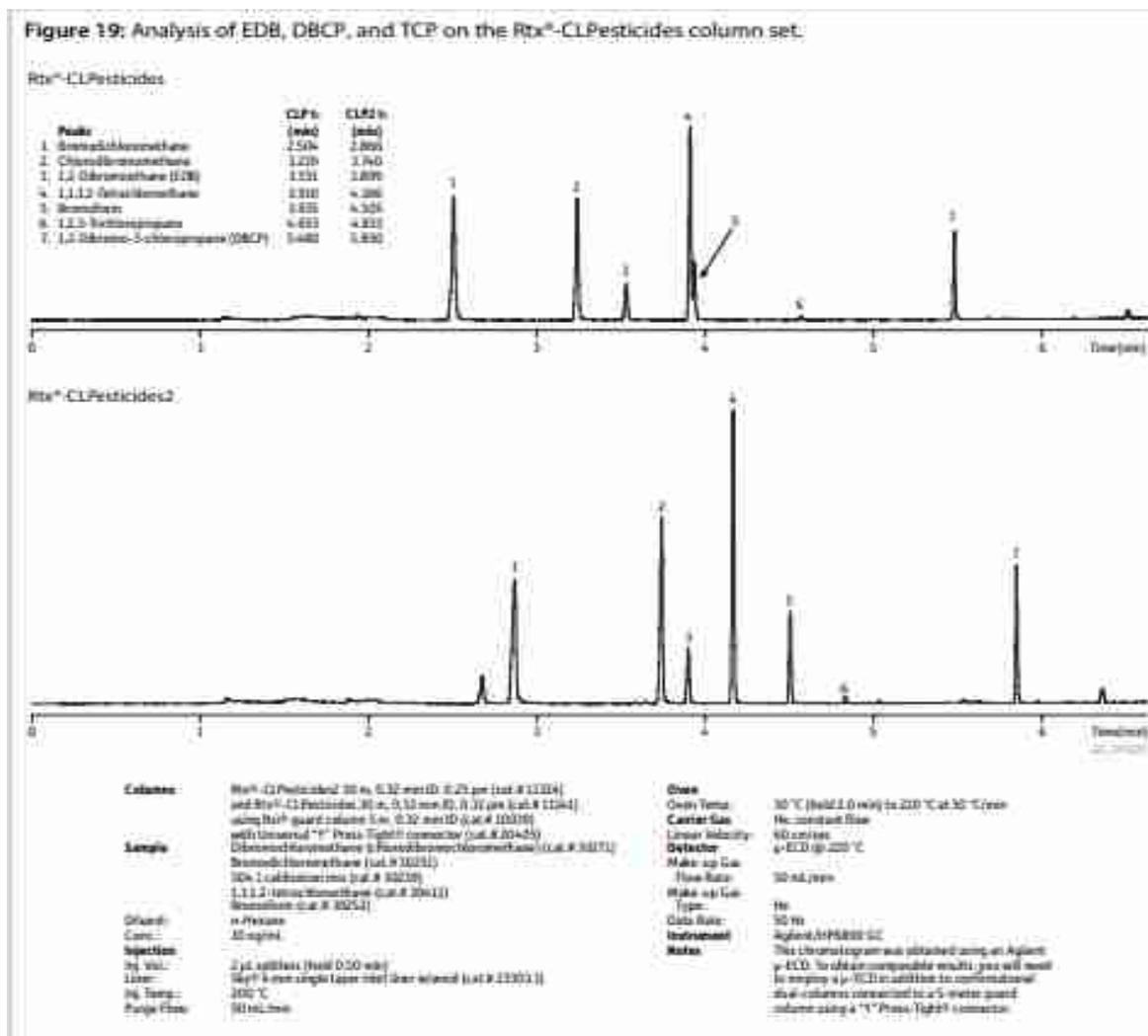


图 18 展示了在设定的优化分析条件下；利用 Rtx-CLPesticides 色谱柱分析去活卤化乙酸样品的色谱图。这个方法指定内部和替代标准，

保证准确的定量化结果。Restek 为卤代乙酸和自由酸以及甲酯提供了一套完整的内部标准、替代标准和校准标准。





**EDB, DBCP 和 TCP**

1, 2-重氮甲烷 (EBD), 1, 2-二溴-3-氯丙烷 (DBCP) 和 1, 2, 3-三氯丙烷 (TCP) 是饮用水氯化时产生的最常见的副产物。EPA 方法 504.1 和 8011 被建立用于分析饮用水中的 EDB, DBCP 和 TCP。一个 35ml 饮用水样品可以被 2ml 己烷萃取, 使用 ECD 检测的毛细气相色谱仪分析。图 19 展示了在设定的优化分析条件下; 利用 Rtx-CLPesticides 色谱柱分析这些化合物的色谱图。Restek 为这些化合物提供了一套完整的校准标准。

**总结**

虽然含氯农药和除草剂的分析一直以来都是环境检测实验室较困难的实验之一, 但是使用 Restek 的 Rtx-CLPesticides 柱套装和本指导所推荐的方法和建​​议会让你的分析更容易, 而且允许你使用同一套色谱柱和 GC 设备进行其他的环境检测, 例如 PCB 分析。样品的细心准备、萃取样品的纯化、适当的进样技术和合适的分析柱以及标准将会提高分析结果和实验室的生产量。

当有问题存在时, 使用恰当的检测和维修技术可以快速地恢复系统的完整性。当在农药或除草剂分析中遇到问题时, 记住绝大部分问题都是产生于样品准备和清洗环节或者 GC 进样管。如果在按照本说明书以下步骤操作后, 问题仍然没有解决, 请联系 Restek 的技术服务: [support@restek.com](mailto:support@restek.com); 1-800-356-1688, 转 4 或者 1-814-353-1300, 转 4。我们很乐意为您解决任何问题。

**样品准备**

**玻璃器皿**

**索氏提取仪器**

索氏提取法用于固体基质中提取有机分析物的连续溶剂萃取。所有的零部件都是用 ST 接头连接以减少污染的危险。所有的烧瓶接头都是 ST24/40 接头。

Description	ID	Volume	Taper Size	qty.	cat.#
Extraction Apparatus	30 mm	125 mL	34/45	kit	23342
Extraction Apparatus	40 mm	250 mL	45/50	kit	23343
Extraction Apparatus	50 mm	300 mL	55/50	kit	23344

### 分液漏斗，带聚氟乙烯活塞的 Squibb Type

Description	Volume	Stopcock	qty.	cat.#
Separatory Funnel, Squibb Type	30 mL	2 PTFE	kit	23381
Separatory Funnel, Squibb Type	60 mL	2 PTFE	kit	23382
Separatory Funnel, Squibb Type	125 mL	2 PTFE	kit	23383
Separatory Funnel, Squibb Type	250 mL	4 PTFE	kit	23384
Separatory Funnel, Squibb Type	500 mL	4 PTFE	kit	23385
Separatory Funnel, Squibb Type	1 L	4 PTFE	kit	23386
Separatory Funnel, Squibb Type	2 L	6 PTFE	kit	23387

### K.D.浓缩装置

这个装置用于从挥发性溶剂中浓缩分析物。包括一个三球 Snyder 蒸馏柱和浓缩管。这个烧瓶和收集器是被 ST 接头连在一起的，包括一个聚乙烯连接夹钳。浓缩管是分级的。

Description	Volume	Receiver Capacity	qty.	cat.#
Kuderna-Danish Evaporator	250 mL	10 mL	kit	23339
Kuderna-Danish Evaporator	500 mL	15 mL	kit	23340

### Concentrator Tube

Description	Volume	Taper Size	qty.	cat.#
Graduated Concentrator Tube	10 mL	19/22	ea.	23341

### 固定相萃取

**Resprep 固定相萃取柱**

亲水性（极性）溶剂过去常常用于将亲水分析物从非极性基质，例如有机溶剂（样品萃取中的极性污染物）中萃取出来。

	3 mL/500 mg (50-pk.)	6 mL/500 mg (30-pk.)	6 mL/1,000 mg (30-pk.)	15 mL/2 g (15-pk.)
<b>Florisil</b> (EPA SW 846 methods and CLP protocols)	24031 24032*	26086**	24034 26085**	26228

\*PTFE frits \*\*Glass tubes with PTFE frits

**Resprep CarboPrep 固定相萃取柱**



**Excellent for Pesticide  
Residue Cleanup!**

与 C18 和 C8 萃取柱相比，提高了磺酰胺类除草剂、酚类、磺酰胺类除草剂和三嗪类除草剂的回收率；  
对分析物和它们的代谢物或降解物的选择范围广；  
样品流速快，回收率不打折扣；  
污染物清除量最大化；  
控制生产提高清洁度，保证性能的重现性。

SPE Cartridge	Tube Volume, Bed Weight	qty.	cat. #
CarboPrep 90	3 mL, 250 mg	50-pk.	26091
CarboPrep 90	6 mL, 500 mg	30-pk.	26092



Resprep<sup>®</sup> disks & flow filters extract analytes of interest at high flow rates and significantly reduce clogging.

**Resprep C18 固定相萃取膜盘**

玻璃纤维盘嵌入 C18 键联硅；  
可以萃取半挥发性有机化合物；  
深气孔设计减少阻塞，允许更快流速；

满足 EPA 方法 525.1, 506, 550.1 和 549.1 的要求;  
比聚四氟乙烯盘成本低。

Description	qty.	cat.#
Granulated Activated Copper, 30 mesh	1 kg	26136



**Resprep 固定相流体过滤装置**

为提高过滤油和油脂类样品的流速而专门设计的;  
和膜盘萃取仪 (Resprep-Diskcover-47) 或者任何 47mm 的玻璃样品容器一起使用。

Description	qty.	cat.#
Resprep SPE Flow Filters	20-pk.	26024



**硫酸钠 (散装吸附剂)**

样品萃取物脱水的理想化合物;  
在使用前加热至 400 摄氏度, 并恒温 4 小时可以使其活化;  
包装在可以重复盖紧的的桶中, 每桶 5kg。  
无水硫酸钠是从样品萃取物中脱水的最常用的干燥剂。我们将颗粒大小为 60 目的硫酸钠包装在桶里。

Description	qty.	cat.#
Sodium Sulfate	5 kg	26204



**Florisil (硅酸镁载体) PR (散装吸附剂)** 弗罗里硅固相萃取柱

农药残留级;  
包装在玻璃容器。

佛罗里硅固相萃取柱经常用于清除农药残留中的极性干扰。这种散装的材料是实验室自己填充农药残留萃取柱的理想材料。

Description	qty.	cat.#
Florisil PR, 60/100 mesh	500 g	26135



**活化铜颗粒（散装吸附剂）**

便于清除环境萃取物中的硫；  
已经过酸化和活化，可以现用。

活化铜可以高效除去环境萃取物中的硫元素。我们的酸洗和活物质可以散用。30 目颗粒材料避免了在过滤萃取时铜颗粒流失的潜在可能性。

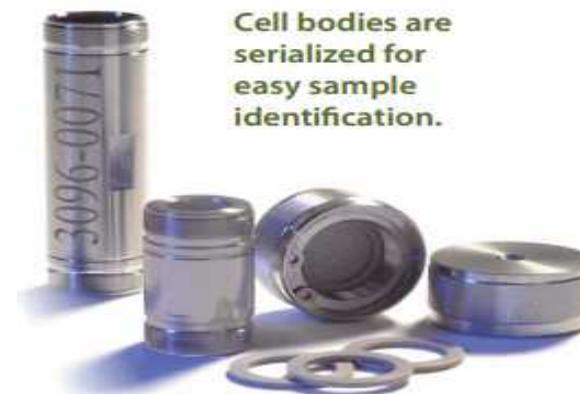
Description	qty.	cat.#
Granulated Activated Copper, 30 mesh	1 kg	26136

**加速溶剂萃取**

ASE 200 系统的萃取单元体

单元体内表面经过光滑处理更容易清理。

Extraction Cell Body	Similar to Dionex part #	Stainless Steel	
		qty.	cat.#
1 mL for ASE 200	054973	ea.	26110
5 mL for ASE 200	054974	ea.	26112
11 mL for ASE 200	048820	ea.	26114
22 mL for ASE 200	048821	ea.	26098
33 mL for ASE 200	048822	ea.	26116



**ASE200 系统萃取单元系统和替换零件**

内表面经过光滑处理更容易清理;

系统 (caps) 包括玻璃料, 聚四氟乙烯 (PTFE), 洗涤器, O 型环和螺纹插入物。

Description	Similar to	Stainless Steel	
	Dionex part #	qty.	cat.#
Replacement Extraction Cell End Caps for ASE 200	049450	2-pk.	26096
Cap Inserts for ASE 200		2-pk.	26166
Replacement Frits for ASE 200	049453	10-pk.	26100
Replacement Frits for ASE 200	049453	100-pk.	25959

Description	Similar to	qty.	cat.#
	Dionex part #		
Snap Rings for Caps for ASE 200	049456	10-pk.	26184
Funnel for ASE 200	056958	ea.	26180
PTFE O-Rings for ASE 200 & ASE 300 Caps	049457	100-pk.	26187
Viton O-Rings for ASE 200 & ASE 300 Caps	056325	50-pk.	26188

**标准品**

有机氯农药混标 AB#1 (20 成分)

**Organochlorine Pesticide Mix AB #1 (20 components)**

aldrin	<i>cis</i> -chlordane	dieldrin	endrin aldehyde
$\alpha$ -BHC	<i>trans</i> -chlordane	endosulfan I	endrin ketone
$\beta$ -BHC	4,4'-DDD	endosulfan II	heptachlor
$\delta$ -BHC	4,4'-DDE	endosulfan sulfate	heptachlor epoxide (isomer B)
$\gamma$ -BHC (lindane)	4,4'-DDT	endrin	methoxychlor
200 $\mu$ g/mL each in hexane:toluene (1:1), 1 mL/ampul			cat.# 32291

有机氯农药混标 AB#2 (20 成分)

**Organochlorine Pesticide Mix AB #2** (20 components)

aldrin	8 µg/mL	<i>cis</i> -chlordane	8	dieldrin	16	endrin aldehyde	16
$\alpha$ -BHC	8	<i>trans</i> -chlordane	8	endosulfan I	8	endrin ketone	16
$\beta$ -BHC	8	4,4'-DDD	16	endosulfan II	16	heptachlor	8
$\delta$ -BHC	8	4,4'-DDE	16	endosulfan sulfate	16	heptachlor epoxide (isomer B)	8
$\gamma$ -BHC (lindane)	8	4,4'-DDT	16	endrin	16	methoxychlor	80
In hexane:toluene (1:1), 1 mL/ampul						cat.# 32292	

农药替代混标 (20 成分)

**Pesticide Surrogate Mix** (2 components)

decachlorobiphenyl	2,4,5,6-tetrachloro- <i>m</i> -xylene	
200 µg/mL each in acetone, 1 mL/ampul		cat.# 32000
200 µg/mL each in acetone, 5 mL/ampul		cat.# 32457

有机氯农药系统评价混标 (2 成分)

为日常系统效果评估而设计;

揭示进样管和或 GC 柱中的活性位点;

MTBE 的预准备-低扩展体积有助于使回闪最小化。

4,4'-DDT	200 µg/mL	endrin	100 µg/mL
In methyl <i>tert</i> -butyl ether, 1 mL/ampul			cat.# 32417

仪器供应

**保护柱和连接器:**

**Rxi 保护柱或保留柱 (熔融石英)**

延长柱寿命;

极好的惰性——获得活性化合物较低检出限;

优化保留间距技术使色谱峰更尖;

最高温度: 360° C。

Nominal ID	Nominal OD	5-Meter cat.#	5-Meter/6-pk. cat.#	10-Meter cat.#	10-Meter/6-pk. cat.#
0.25 mm	0.37 ± 0.04 mm	10029	10029-600	10059	10059-600
0.32 mm	0.45 ± 0.04 mm	10039	10039-600	10064	10064-600
0.53 mm	0.69 ± 0.05 mm	10054	10054-600	10073	10073-600



**Deactivated guard columns minimize breakdown and improve recovery of analytes!**

**中极性去活保护/保留柱或转移管 (熔融石英)**

用一个全面的测试混合液测试以保证高惰性;

适用范围广;

可以和绝大部分溶剂兼容;

最高温度: 325° C。

Nominal ID	Nominal OD	5-Meter	5-Meter/6-pk.
0.53 mm	0.69 ± 0.05 mm	10045	10045-600

**压紧连接器**

去活的压紧连接器保持了 GC 流通道的完整惰性;

适合外径为 0.33-0.74mm 的色谱柱 (restek 内径 0.1-0.53mm)

**Y 型角度通用压紧连接器**

使用单独进样进行确认分析；  
入口和出口端与柱的曲度匹配——减轻柱端连接产生的张力。

Description	ea.	3-pk.
Universal Angled "Y" Press-Tight Connector	20403	20404
Universal Angled "Y" Press-Tight Connector, Deactivated	20403-261	20404-261



**色谱柱和套装**

**Rtx-CLPesticieds/ Rtx-CLPesticieds2**

有机氯农药和除草剂的指定应用色谱柱；  
低流失——GC-ECD/GC-MS 分析的理想柱；  
340° C 下稳定；  
短时间内就可以实现 EPA 方法 8081B, 8082A, 8051A, 504.1, 515, 508.1 和 552.2 化合物的分析，且不需要更换色谱柱。



**Rtx-CLPesticieds 柱**（熔融石英）  
（专有交联键合相）

ID	df	temp. limits	15-Meter	20-Meter	30-Meter	60-Meter
0.18 mm	0.18 μm	-60 to 320/340 °C		42102		
0.25 mm	0.25 μm	-60 to 320/340 °C	11120		11123	11126
0.32 mm	0.32 μm	-60 to 320/340 °C			11141	
	0.50 μm	-60 to 320/340 °C	11136		11139	
0.53 mm	0.50 μm	-60 to 300/320 °C	11137		11140	

**Rtx-CLPesticides2 柱（熔融石英）**  
（专有交联键合相）

ID	df	temp. limits	10-Meter	15-Meter	20-Meter	30-Meter	60-Meter
0.18 mm	0.14 μm	-60 to 320/330 °C	42301		42302		
0.25 mm	0.20 μm	-60 to 320/340 °C				11323	11326
0.32 mm	0.25 μm	-60 to 320/340 °C		11321		11324	
	0.50 μm	-60 to 320/340 °C				11325	
0.53 mm	0.42 μm	-60 to 300/320 °C		11337		11340	



**进样器供应和配件**

**Restek 超干净气体过滤器套装和替代品**

- 1、高纯度输出保证 99.999%纯度气体（在最大流失流速为 2L/min 下）；
- 2、快速连接装置使得防漏圆盘的更换更容易；
- 3、管内的玻璃可以避免进样歧视；管外壁的碳聚合物可以起到保护作用；
- 4、所有离子阱的尺寸是 10<sup>5</sup>/<sub>8</sub>" X 1<sup>3</sup>/<sub>4</sub>" (27 X 4.4cm)；
- 5、每个碱性金属板单元尺寸是 4" X 4" X 1<sup>7</sup>/<sub>8</sub>" (10.2 X 10.2 X 4.8cm)。

Description	qty.	cat.#
Carrier Gas Cleaning Kit Includes: mounting base plate, 3/8" inlet/outlet fittings, and oxygen/moisture/hydrocarbon triple gas filter	kit	22019
Replacement Triple Gas Filter (removes oxygen, moisture, and hydrocarbons)	ea.	22020
Helium-Specific Carrier Gas Cleaning Kit Includes: mounting base plate, 3/8" inlet/outlet fittings, and oxygen/moisture/hydrocarbon helium-specific filter	kit	21983
Replacement Helium-Specific Gas Filter (removes oxygen, moisture, and hydrocarbons)	ea.	21982

双 VespelRing 进样密封环（安捷伦 GC 的无需洗涤器的防漏的密封环）

- 1、不需要单独的洗涤器；
- 2、需要太大力就可以密封；
- 3、在经过几次升温循环后不需要重新扭紧螺纹；
- 4、通过保护色谱柱不受氧化可以延长柱寿命；
- 5、与带有洗涤器的常规进样器价格相同。



**Extend column lifetime!**

0.8 mm ID Dual Vespel Ring Inlet Seal	2-pk.	10-pk.	50-pk.
Gold-Plated	21240	21241	23418

**Sky® Inlet Liners for Agilent GCs**

Splitless Liners for Agilent GCs	ID OD x Length	Similar to Agilent part #	ea.	cat.# 5-pk.	25-pk.
 4 mm Single Taper	4.0 mm 6.5 mm x 78.5 mm	5181-3316 (ea.) 5183-4695 (5-pk.) 5183-4696 (25-pk.)	23302.1	23302.5	23302.25
 4 mm Single Taper w/Wool	4.0 mm 6.5 mm x 78.5 mm	5062-3587 (ea.) 5183-4693 (5-pk.) 5183-4694 (25-pk.)	23303.1	23303.5	23303.25
 4 mm Double Taper	4.0 mm 6.5 mm x 78.5 mm	5181-3315 (ea.) 5183-4705 (5-pk.) 5183-4706 (25-pk.)	23308.1	23308.5	23308.25
 4 mm Cyclo Double Taper	4.0 mm 6.5 mm x 78.5 mm		23310.1	23310.5	23310.25
Direct Injection Liners for Agilent GCs (for 0.25/0.32/0.53mm ID Columns)	ID OD x Length	Similar to Agilent part #	ea.	cat.# 5-pk.	25-pk.
 Drilled Uniliner (hole near top)	4.0 mm 6.3 mm x 78.5 mm		23311.1	23311.5	23311.25

Patent pending

**Restek 电渗检漏器**

不要让一个小的渗漏转化成一次昂贵的维修——使用 restek 检漏器保护你的分析柱

特征和好处包括:

- 1、声音信号指示渗漏的严重程度;
- 2、重新设计的电路使之在每次充电之后可使用 12 小时;
- 3、可以检测很多气体; EX rated 与烃和其他爆炸性气体一起使用;

- 4、人机功能学，有手柄的设计；
- 5、崎岖不平的边缘增强其韧性；
- 6、方便的探针储存便利又可保持探针的干净；
- 7、电池持续时间长；最多可达 12 个小时的持续使用；
- 8、自动关机；
- 9、有便利而牢固的把柄和储存盒；
- 10、易于清洁的探针装备；
- 11、通用的充电套装（包括美规、欧规和澳规插头）。
- 12、在一年保修期的支持下，restek 检漏器成为手握式检漏器在效果和性价比上的行业标准。



22657

Optional soft-side storage case is ideal for storing your leak detector or flowmeter in smaller spaces, such as your toolbox.

**Leak Detector Specifications**

Detectable Gases:	Helium, nitrogen, argon, carbon dioxide, hydrogen
Battery:	Rechargeable lithium ion internal battery pack (12 hours normal operation)
Operating Temperature Range:	32-120 °F (0-48 °C)
Humidity Range:	0-97%
Warranty:	One year
Certifications:	CE, Ex, Japan
Compliance:	WEEE, RoHS

**Limits of Detection**

These gases can be detected with the Restek electronic leak detector at the following leak rates:

**Minimum Detectable Gas Limits and Indicating LED Color:**

- Helium,  $1.0 \times 10^{-5}$ , red LED
- Hydrogen\*,  $1.0 \times 10^{-5}$ , red LED
- Nitrogen,  $1.4 \times 10^{-7}$ , yellow LED
- Argon,  $1.0 \times 10^{-6}$ , yellow LED
- Carbon dioxide,  $1.0 \times 10^{-6}$ , yellow LED

Gas detection limits measured in atm cc/sec.

Description	qty.	cat.#
Leak Detector With Hard-Sided Carrying Case and Universal Charger Set (U.S., UK, European, Australian)	ea.	22655
Small Probe Adaptor for Leak Detector	ea.	22658
Dynamic Duo Combo Pack (Restek Leak Detector and ProFLOW 6000 Flowmeter)	kit	22654
Soft-Sided Storage Case for Leak Detector or ProFLOW 6000 Flowmeter	ea.	22657



Verify hard-to-reach leaks using  
the small probe adaptor  
(sold separately).

避免在 GC 上使用液体检漏器！液体会渗进系统和检漏器中。

注意：restek 电渗检漏器是设计用于检测不易燃的环境中的痕量烃类。而不是用于检测易燃环境中渗漏。易燃气体检测器应该用于在任何环境下检测易燃气体的渗漏。在使用它检测烃，restek 检漏器可能只能用于检测 GC 环境中的痕量。