

禁止洋垃圾入境，推进固废管理

安捷伦固体废物解决方案



固体废物管理刻不容缓

背景

国务院办公厅印发《禁止洋垃圾入境推进固体废物进口管理制度改革实施方案》；生态环境部印发《关于坚决遏制固体废物非法转移和倾倒 进一步加强危险废物全过程监管的通知》，会同商务部、发展改革委、海关总署、原质检总局调整进口废物管理目录，修订进口固体废物环境保护控制标准等文件。

中国固体废物进口管理制度改革的号角吹响后，涉及 960 家企业的 500 万吨进口废物许可证被依法依规撤销或注销。打击进口废物加工利用行业环境违法行为专项行动也已开展，各地对 1057 家违法企业实施处罚，占总数的 59%，形成极大震慑。联合发展改革委、工业和信息化部、商务部、原工商总局等部门开展固体废物集散地专项整治行动，各省（区、市）关停取缔不合法的废塑料等再生利用企业 8800 余家。各省、地方开展固体废物排查防治清理工作：《深入开展长江经济带固体废物大排查行动实施方案》、《广东省环境保护厅关于固体废物污染防治三年行动计划（2018 年 2020 年）》，固体废物、危险废物防治治理工作已经刻不容缓。

依循法规

- 《中华人民共和国环境保护法 (2014)》
- 《固体废物污染环境防治法》(2016 年 11 月修改)
- 《放射性污染环境防治法》
- 《海关法》
- 《进出口商品检验法》
- 《GB34330-2017 固体废物鉴别标准 通则》
- 《GB16487.x-2017 进口可用作原料的固体废物环境保护控制标准》(环保部 2017 年第 88 号公告)
 - 冶炼渣 (2)
 - 废电线电缆 (9)
 - 废电机 (8)
 - 木/木制品废料 (3)
 - 废五金电器 (10)
 - 废纸或纸板 (4)
 - 供拆卸的船舶及其他浮动结构体 (11)
 - 废钢铁 (6)
 - 废塑料 (12)
 - 废有色金属 (7)
 - 废汽车压件 (13)
- 《进口废物管理目录》(环保部 2017 年第 39 号公告)
- 《禁止进口固体废物目录》更新 (生态环境部 2018 年第 6 号公告)
- 《固体废物进口管理办法》(12 号令)
 - 禁止转让固体废物进口相关许可证
 - 禁止固体废物进境倾倒、堆放、处置
 - 禁止固体废物转口贸易
 - 禁止进口危险废物，包括过境转移危险废物
 - 禁止以热能回收为目的的废物
 - 禁止进口不能用作原料或者不能以无害化方式利用的固体废物
 - 禁止进口境内产生量或者堆存量且尚未得到充分利用的废物
 - 禁止进口尚无环保标准或相关技术规范等强制性要求的废物
 - 禁止以凭指示交货 (TO ORDER) 方式承运固体废物入境
 - 禁止进口列入禁止进口目录的固体废物

固体废物与危险废物

固体废物

根据《固体废物污染环境防治法》，是指在生产、生活和其他活动中产生的丧失原有利用价值或者虽未丧失利用价值但被抛弃或者放弃的固态、半固态和置于容器中的气态的物品、物质以及法律和行政法规规定纳入固体废物管理的物品、物质。

固体废物的分类方法有多种：

- 按化学性质可分为有机物和无机物；
- 按形状可分为固态和半固态及密封气态；
- 按危害状况可分为危险废物（有害废物）和一般废物；
- 按来源可分为工业固体废物、矿业固体废物、农业固体废物、城市生活垃圾、危险固体废物（包括医疗废物）、放射性废物、非常规来源固体废物。

其中，工业固体废物按行业主要可分为：冶金工业固体废物、能源工业固体废物、石油化学工业固体废物、矿业固体废物、轻工业固体废物和其它工业固体废物。

2016年，全国限制进口类固体废物实际进口量前四位的品种依次为废纸 2849.8 万吨 (61.2%)、废塑料 734.7 万吨 (15.8%)、废五金 534.2 万吨 (11.5%)、氧化皮 205.6 万吨 (4.4%)，合计占固体废物实际进口总量的 92.9%。

固体废物监测内容

固体废物鉴别技术依据

- 固体废物定义
- 《GB34330-2017 固体废物鉴别标准通则》
- 环境质量控制标准和检验规程：
《GB16487.x-2017 进口可用作原料的固体废物环境保护控制标准》
- 进口废物管理目录
- 海关政策（归类公告、商品注释、商品编码）
- 国外辅助依据：欧盟标准、EPA

固体废物鉴别难点

- 产品（非废物材料）判断
初级产物判断难：NdFeB、SmCo、黄铜灰渣泥、聚乙烯蜡、粗制氢氧化镍钴、铜铈、副产品氧化锌、铁矿、再生塑料粒子
- 来源分析难，三个节点要搞清楚：原始物料是什么、生产工艺是什么、非废物是什么
EAFD 锌灰、竹子纤维
- 产品（原材料）标准如何把握
物质属性要符合国家标准或行业标准，技术监督局备案的企业标准慎用，PTA（酸值、对羧基苯甲醛 4-CBA、对甲基苯甲酸、灰分）

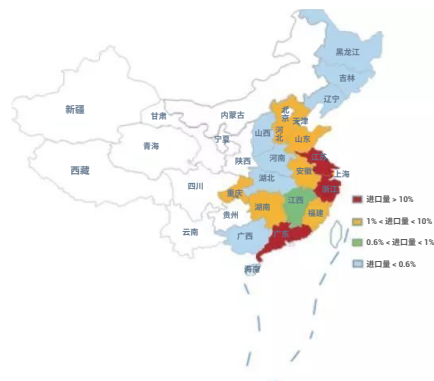


图 1. 2016 年各省（区、市）限制进口类固体废物实际进口量分布

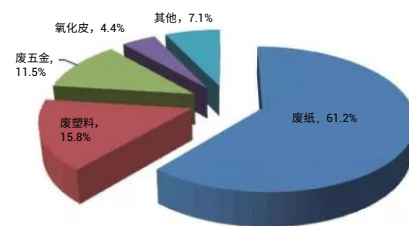


图 2. 2016 年全国限制进口类固体废物实际进口类别分布

表 1. 固体废物处理和处置（减量化、资源化、无害化）

综合利用和资源化	常规监测
	焚烧技术的废气污染 粒状污染物：飞灰、硫酸盐微粒、碳颗粒、煤烟。
焚烧处置技术	酸性气体：包括 SO ₂ 、HCl 与 HF 等。 氮氧化物：热氮氧化物、燃料氮氧化物。 重金属：元素态重金属、氧化物及氯化物等。 一氧化碳与有机氯化物等。多氯代二苯并-对-二噁英和多氯代二苯并呋喃等。
填埋处置技术	大气污染物控制：TSP、氨、硫化氢、甲硫醇等。

危险废物

列入《国家危险废物名录》或根据国家规定的危险废物鉴别标准和鉴别方法认定的具有危险特性的废物。本质含义是直接暴露（接触、摄入、吸收等）对人体健康及生态环境造成危害性影响，是不恰当处置对人体健康及生态环境造成危害性影响。

《国家危险废物名录》中对危险废物的定义：

- 具有易燃性 (I)
- 腐蚀性 (C)
- 反应性 (R)
- 感染性 (In)
- 毒性 (T)：浸出毒性、毒性物质含量

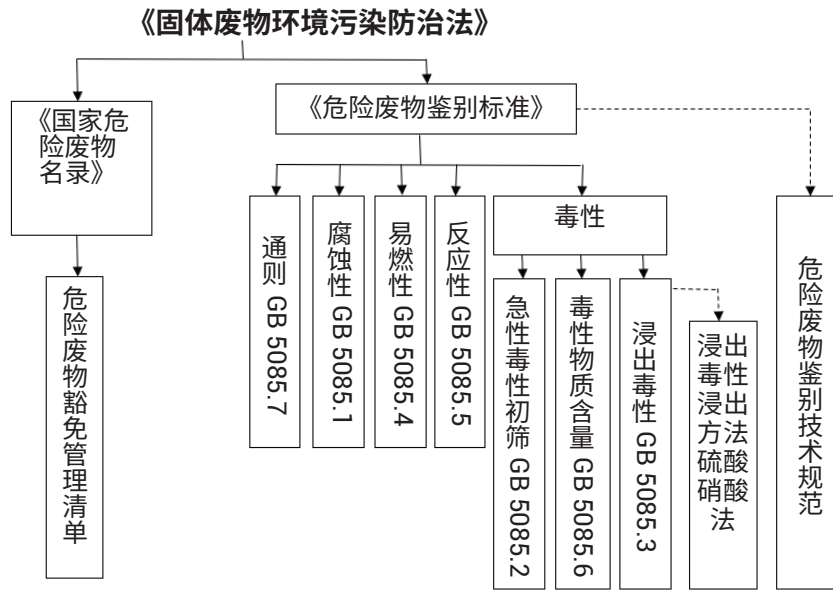


图 3. 我国危险废物鉴别技术体系

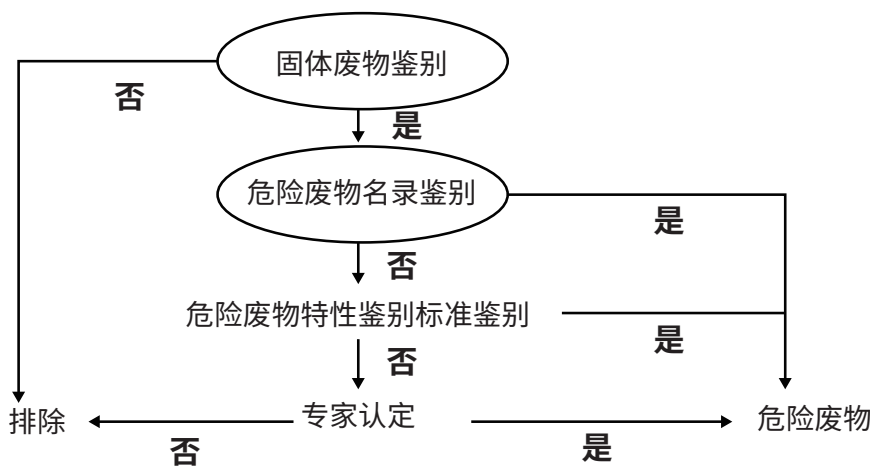


图 4. 危险废物鉴别程序 — 依据危险废物鉴别标准通则 (GB 5085.7)

重要固体废弃物标准汇总 — 《GB5085.7 危险废物鉴别标准通则》、《GB34330 固体废物鉴别导则》

表 1. 固体废物处理和处置（减量化、资源化、无害化）

农药
固体废物 有机磷农药的测定 气相色谱法 (HJ 768-2015)
固体废物 有机氯农药的测定 气相色谱-质谱法 (HJ912-2017)
固体废物 氨基甲酸酯类农药的测定 柱后衍生-液相色谱法 (征求意见稿)
固体废物 氨基甲酸酯类农药的测定 液相色谱-串联质谱法 (征求意见稿)
固体废物 有机磷农药和菊酯类农药的测定 气相色谱-质谱法 (征求意见稿)
固体废物 硝基芳烃和硝基胺的测定 高效液相色谱法
重金属
固体废物 六价铬的测定碱消解 火焰原子吸收分光光度法 (HJ 687-2014)
固体废物 金属元素的测定 电感耦合等离子体质谱法 (HJ 766-2015)
固体废物 钡的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 (HJ767-2015)
固体废物 铍镍铜和铅的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 (HJ 752-2015)
固体废物 镍和铜的测定 原子吸收分光光度法 (HJ 751-2015)
固体废物 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法 (HJ 749-2015)
固体废物 总铬的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 (HJ 750-2015)
固体废物 22 种金属元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法 (HJ 781-2016)
固体废物 铅和镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 (HJ 787-2016)
固体废物 铅、锌和镉的测定 火焰原子吸收分光光度法 (HJ 786-2016)
有机物
固体废物 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法 (HJ 77.3-2008)
固体废物 挥发性有机物的测定 顶空气相色谱-质谱法 (HJ 643-2013)
固体废物 酚类化合物的测定 气相色谱法 (HJ 711-2014)
固体废物 挥发性卤代烃的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 (HJ 713-2014)
固体废物 挥发性卤代烃的测定 顶空气相色谱-质谱法 (HJ 714-2014)
固体废物 挥发性有机物的测定 顶空-气相色谱法 (HJ 760-2015)
固体废物 丙烯醛、丙烯腈和乙腈的测定 顶空-气相色谱法 (HJ 874-2017)
固体废物 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法 (HJ 891-2017)
固体废物 多环芳烃的测定 高效液相色谱法 (HJ 892-2017)
固体废物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法 (征求意见稿)
固体废物 二噁英类的测定 同位素稀释气相色谱串联质谱法-2019
固体废物 多氯联苯混合物的测定 气相色谱法-2020
固体废物 非挥发性化合物的测定 高效液相色谱/热喷雾/质谱或紫外法
丙烯醛、丙烯腈和乙腈的测定 顶空-气相色谱法

表 3. 分析测试方法解析 — 农药残留

标准号	化合物种类	采样方式	前处理技术	仪器配置	色谱柱 (推荐安捷伦产品)
HJ 768-2015	有机磷农药	HJ/T20	索氏提取 加压流体萃取	GC/FPD	DB-1701P 30 m × 0.32 mm × 0.25 μm (部件号 123-7732)
HJ 912-2017	有机氯农药	HJ/T20	索氏提取 凝胶色谱	GC/MS	DB-5ms UI 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm (部件号 122-5532UI)
征求意见稿	氨基甲酸酯类农药	-	-	LC	-
征求意见稿	氨基甲酸酯类农药	-	-	LC/MS/MS	-
征求意见稿	有机磷农药和菊酯类农药	HJ/T20	索氏提取 加压流体萃取 固相萃取柱净化	GC/MS	DB-1701P 30 m × 0.32 mm × 0.25 μm (部件号 123-7732)
GB	硝基芳烃和硝基胺	-	-	HPLC	-

表 4. 分析测试方法解析 — 重金属

标准号	元素种类	采样方式	样品制备	前处理技术
HJ 687-2014	Cr ⁶⁺	HJ/T20	风干冷冻干燥, 过筛研磨	碱法消解
HJ 749-2015	Cr	HJ/T20	风干冷冻干燥, 过筛研磨	湿法消解 微波消解 AAS
HJ 750-2015	Cr	HJ/T20	风干冷冻干燥, 过筛研磨	湿法消解 微波消解 AAS
HJ 751-2015	Ni Cu	HJ/T20	风干冷冻干燥, 过筛研磨	湿法消解 微波消解 AAS
HJ 752-2015	Be Ni Cu Mo	HJ/T20	风干冷冻干燥, 过筛研磨	湿法消解 微波消解 FAAS
HJ 766-2015	Ag Al As Ba Be Cd Co Cr Cu Hg Mn Mo Ni Pb Sb Se Th Tl V Zn 17 种元素	HJ577	风干冷冻干燥, 过筛研磨	湿法消解微波消解 ICP-MS
HJ 767-2015	Ba	HJ/T20	风干冷冻干燥, 过筛研磨	湿法消解 微波消解 AAS
HJ 781-2016	Ag Al As Ba Be Ca Cd Co Cr Cu Fe K Mg Mn Na Ni Pb Sb Sr Th Tl V Zn 22 种元素	HJ577	风干冷冻干燥, 过筛研磨	湿法消解 微波消解 ICP-OES
HJ 786-2016	Pb Zn Cd	HJ/T20	风干冷冻干燥, 过筛研磨	湿法消解微波消解 AAS
HJ 787-2016	Pb Cd	HJ/T20	风干冷冻干燥, 过筛研磨	湿法消解 微波消解 FAAS

表 5. 分析测试方法解析 — 其它有机物

标准号	化合物种类	采样方式	前处理技术	仪器配置	色谱柱
HJ 77.3-2008	二噁英类		索氏提取和过柱纯化	HRGC/HRMS	DB-5 ms UI, 60 m × 0.25 mm × 0.25 μm (部件号 122-5562UI)
HJ 643-2013	挥发性有机物	HJ/T20	顶空	GC/MS	DB-624 UI, 60 m × 0.25 mm × 1.4 μm (部件号 122-1364UI)
HJ 711-2014	酚类化合物	HJ/T20	索氏提取加压流体萃取超声波	GC/FID	DB-1ms UI, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm (部件号 122-0132UI)
HJ 713-2014	挥发性卤代烃	HJ/T20	吹扫捕集	GC/MS	DB-624 UI, 30 m × 0.25 mm × 1.4 μm (部件号 122-1334UI)
HJ 714-2014	挥发性卤代烃	HJ/T20	顶空	GC/MS	DB-624 UI, 30 m × 0.25 mm × 1.4 μm (部件号 122-1334UI)
HJ 760-2015	挥发性有机物	HJ/T20	顶空	HS-GC	色谱柱 1 DB-624 UI, 60 m × 0.25 mm × 1.4 μm (部件号 122-1364UI) 色谱柱 2 DB-WAX UI, 30 m × 0.32 mm × 0.25 μm (部件号 123-7032)
HJ 874-2017	丙烯醛 丙烯腈 和乙腈	HJ/T20	震荡提取 顶空	GC/FID	色谱柱 1 DB-WAX UI, 30 m × 0.32 mm × 0.5 μm (部件号 123-7013) 色谱柱 2 DB-17 ms, 30 m × 0.32 mm × 0.25 μm (部件号 123-4732)
HJ 891-2017	多氯联苯	HJ/T20	索氏提取 加压流体萃取 GPC	GC/MS	色谱柱 1 DB-5ms UI, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm (部件号 122-5532UI) 色谱柱 2 DB-5ms UI, 60 m × 0.25 mm × 0.25 μm (部件号 122-5562UI)
HJ 892-2017	多环芳烃	HJ/T20	硅胶层析柱净化	HPLC	ZORBAX Eclipse PAH, 4.6 × 250 mm, 5 μm (部件号 959990-918) 或 ZORBAX Eclipse PAH, 4.6 × 50 mm, 1.8 μm (部件号 959941-918)
征求意见稿	半挥发性有机物	HJ/T20	索氏提取 加压流体萃取 固相萃取柱净化	GC/MS	色谱柱 1 DB-5ms UI, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm (部件号 122-5532UI)
计划 2019	二噁英类	HJ/T20	-	GC/MS/MS	-
计划 2020	多氯联苯混合物	HJ/T20	碱液提取, 液贩萃取, 浓硫酸净化, 硅胶 净化	GC/ECD	色谱柱 1 DB-1ms, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm 色谱柱 2 DB-1701, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm
GB	非挥发性化合物		-	HPLC-MS/ HPLC/UV	-

依照标准实验室典型配置

表 6. 典型实验室配置 — 农药残留

项目	固体废物标准汇总	涉及仪器	推荐型号	备注
农药	固体废物 氨基甲酸酯类农药的测定 液相色谱-串联质谱法 (征求意见稿)	LC/QQQ	1290II-6470	液相主机、质谱主机、软件、常规耗材
	固体废物 氨基甲酸酯类农药的测定 柱后衍生-液相色谱法 (征求意见稿)	LC	1260II	柱后衍生、四元泵、自动进样器、柱温箱、荧光检测器、软件、常规耗材
	固体废物 有机磷农药的测定 气相色谱法 (HJ 768-2015)	GC	7890B	主机、分流/不分流进样口、火焰光度检测器、软件、常规耗材
	固体废物 有机氯农药的测定 气相色谱-质谱法 (HJ912-2017)	GC/MS	7890B-5977B	气质主机、分流/不分流进样口、日离子源、软件、常规耗材
	固体废物 硝基芳烃和硝基胺的测定 高效液相色谱法	LC	1260II	四元泵、自动进样器、柱温箱、紫外检测器、软件、常规耗材
	固体废物 有机磷农药和菊酯类农药的测定 气相色谱-质谱法 (征求意见稿)	GC/MS	7890B-5977B	气质主机、分流/不分流进样口、EI 离子源、软件、常规耗材

表 7. 典型实验室配置 — 重金属

项目	固体废物标准汇总	涉及仪器	推荐型号	备注
重金属	固体废物 金属元素的测定 电感耦合等离子体质谱法 (HJ 766-2015)	ICP-MS	7800	主机、软件、自动进样器、冷却循环水、常规耗材
	固体废物 22 种金属元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法 (HJ 781-2016)	ICP-OES	5110	主机、软件、自动进样器、冷却循环水、常规耗材
	固体废物 总铬的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 (HJ 750-2015)	AA	240Z/240DUO	主机、软件、自动进样器、冷却循环水、常规耗材
	固体废物 六价铬的测定 碱消解 火焰原子吸收分光光度法 (HJ 687-2014)	AA	240/240FS/240DUO	主机、软件、自动进样器、冷却循环水、常规耗材
	固体废物 镉 铜和钼的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 (HJ 752-2015)	AA	240Z/240DUO	主机、软件、自动进样器、冷却循环水、常规耗材
	固体废物 镍和铜的测定 火焰原子吸收分光光度法 (HJ 751-2015)	AA	240/240FS/240DUO	主机、软件、自动进样器、冷却循环水、常规耗材
	固体废物 铅和镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 (HJ 787-2016)	AA	240Z/240DUO	主机、软件、自动进样器、冷却循环水、常规耗材
	固体废物 总铬的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 (HJ750-2015)	AA	240Z/240DUO	主机、软件、自动进样器、冷却循环水、常规耗材
	固体废物 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法 (HJ 749-2015)	AA	240/240FS/240DUO	主机、软件、自动进样器、冷却循环水、常规耗材
	固体废物 铅、锌和镉的测定 火焰原子吸收分光光度法 (HJ 786-2016)	AA	240/240FS/240DUO	主机、软件、自动进样器、冷却循环水、常规耗材

表 8. 典型实验室配置 — 其它有机物

项目	固体废物物标准汇总	涉及仪器	推荐型号	备注
有机物	固体废物 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法 (HJ 77.3-2008)	GCQQQ	7000D	串接气质主机、分流/不分流进样口、EI 离子源、软件、常规
	固体废物 丙烯醛、丙烯腈和乙腈的测定 顶空-气相色谱法 (HJ 874-2017)	HS-GC	7697-7890B-5977B	气质主机、顶空、分流/不分流进样口、EI 离子源、软件、常规耗材
	固体废物 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法 (HJ 891-2017)	GCMS	7890B-5977B	气质主机、分流/不分流进样口、EI 离子源、软件、常规耗材
	固体废物 酚类化合物的测定 气相色谱法 (HJ 711-2014)	GC	7890B	主机、分流/不分流进样口、火焰离子化检测器、软件、常规耗材
	固体废物 挥发性卤代烃的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 (HJ 713-2014)	PT-GCMS	7890B-5977B	吹扫捕集、气质主机、分流/不分流进样口、EI 离子源、软件、常规耗材
	固体废物 挥发性卤代烃的测定 顶空气相色谱-质谱法 (HJ 714-2014)	HS-GCMS	7697-7890B-5977B	
	固体废物 挥发性有机物的测定 顶空气相色谱-质谱法 (HJ 643-2013)	HS-GCMS	7697-7890B-5977B	气质主机、顶空、分流/不分流进样口、EI 离子源、软件、常规耗材
	固体废物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法 (征求意见稿)	GCMS	7890B-5977B	气质主机、分流/不分流进样口、EI 离子源、软件、常规耗材
	固体废物 非挥发性化合物的测定 高效液相色谱/热喷雾/质谱或紫外法	HPLC	126011	四元泵、自动进样器、柱温箱、紫外检测器、软件、常规耗材
	固体废物 多环芳烃的测定 高效液相色谱法 (HJ 892-2017)	HPLC	126011	四元泵、自动进样器、柱温箱、紫外检测器、荧光检测器、软件、常规耗材
	丙烯醛、丙烯腈和乙腈的测定 顶空-气相色谱法 (HJ 874-2017)	HS-GC	7697-7890B-5977B	气质主机、顶空、分流/不分流进样口、EI 离子源、软件、常规耗材

表 9. 安捷伦解决方案

项目	固体废物物标准汇总	安捷伦出版物	文章标题
重金属	固体废物 金属元素的测定 电感耦合等离子体质谱法 (HJ 766-2015)	5990-5514EN	Simple, Reliable Analysis of High Matrix Samples According to US EPA Method 6020A using the Agilent 7700x ICP-MS
	固体废物 22 种金属元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法 (HJ 781-2016)	5991-5921EN	High Throughput, Low Cost ICP-OES Analysis of Environmental Samples According to US EPA Method 6010C
农药	固体废物 有机氯农药的测定 气相色谱-质谱法 (HJ912-2017)	5991-8230CHCN	Agilent 5977B 测定土壤中有有机氯农药含量
	固体废物 硝基芳烃和硝基胺的测定 高效液相色谱法	5990-5552CHCN	硝基芳烃和硝基胺的测定
其它有机物	固体废物 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法 (HJ 77.3-2008)	合作文章	GC-QQQ 测定飞灰样品
	固体废物 挥发性有机物的测定 顶空气相色谱-质谱法 (HJ 643-2013)	5991-2108EN	Environmental Volatiles Using and Agilent 7697A Headspace Sampler, an Agilent 7890B GC, and an Agilent 5977A series GC-MSD
	固体废物 酚类化合物的测定 气相色谱法 (HJ 711-2014)	5991-8319ZHCN	Intuvo 9000 测定水中酚类化合物
	固体废物 挥发性卤代烃的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法 (HJ 713-2014)	5991-0029CHCN	吹扫捕集法分析挥发性有机化合物
	固体废物 挥发性卤代烃的测定 顶空气相色谱-质谱法 (HJ 714-2014)	5991-2787EN	7890B Gas Chromatography System and an Agilent 7697A Headspace Sampler
	固体废物 挥发性有机物的测定 顶空-气相色谱法 (HJ 760-2015)	5953-1820EN	purgeable aromatics by Headspace
	固体废物 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法 (HJ 891-2017)	5991-8208CHCN	Agilent 5977B 测定土壤中多氯联苯含量
	固体废物 多环芳烃的测定 高效液相色谱法 (HJ 892-2017)	5990-8414EN; 5990-5452EN	Analysis of PAHs in soil according to EPA 8310 method with UV and fluorescence detection Analysis of polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Soil with Agilent Bond Elut HPLC- FLD
	固体废物 半挥发性有机物的测定 气相色谱-质谱法 (征求意见稿)	5991-2153CHCN	使用 5977A 系列依据 EPA8270 方法分析半挥发性有机化合物
	固体废物 非挥发性化合物的测定 高效液相色谱/热喷雾/质谱或紫外法	5991-6357CHCN; 5990- 6855CHCN	6470 进行常规多残留农药分析; 1290UHPLC 液相色谱系统快速分离偶氮染料
	丙烯醛、丙烯腈和乙腈的测定 顶空-气相色谱法 (HJ 874-2017)	5991-8096EN; 5991-8331EN	Acrolein, Acrylonitrile, and acetonitrile by HS-GC; HS-Intuvo

基于固体废物标准的分析

依据美国 EPA6020A 方法使用 Agilent 7700x/7800 ICP-MS 对复杂介质样品进行简单可靠分析

解决方案描述:

- 应用文献: 5990-5514EN
- 配置: Agilent 7700x/7800 ICP-MS
- 样品种类: 水、土、沉积物和固体废物
- 分析的化合物: Al、Sb、As、Ba、Be、Cd、Ca、Cr、Co、Cu、Fe、Pb、Mg、Mn、Hg、Ni、K、Se、Ag、Na、Tl、V、Zn、Mo、Th、U 等
- 典型的定量范围: 低至单位数 ppt
- 参考标准: US EPA 方法 6020A、HJ766-2015、HJ767-2015、HJ752-2015、HJ751-2015、HJ749-2015、HJ750-2015、HJ787-2016、HJ786-2016

方案的优势和特征:

- 仪器的方法检测限在低 ppt 级, 远远低于 EPA 方法的要求
- 完全满足 EPA 方法要求的 LLCCV, 证明仪器具有较高的灵敏度和准确性, 以及长时间使用的稳定性
- 非常宽的定量范围, 典型值为 2 ppt-120 ppm, 有些金属甚至可以超过 1000 ppm
- 对复杂样品的分析具有快速、简单、可靠的特性, 是金属分析的首选



依据美国 EPA 6010C 方法使用安捷伦 ICP-OES 对环境样品进行高通量低成本分析

解决方案描述:

- 配置: Agilent 5100 SVDV ICP-OES
- 样品种类: 水、工业废物、土、底泥、污泥、固体废物等
- 分析的化合物: Ag、Al、As、B、Ba、Be、Ca、Cd、Ce、Co、Cr、Cu、Fe、Hg、K、Li、Mg、Mn、Mo、Na、Ni、P、Pb、Sb、Se、Sn、Sr、Ti、Tl、V、Zn 等
- 典型的定量范围: 有些元素如 Fe、Mg、Ca 和 Al 等高浓度限值可以达到 10000 mg/L, K 为 1000 ppm
- 参考标准: US EPA 方法 6010C; 5991-5932EN

方案的优势和特征:

- 完全满足 6010C 方法对 LDR、MDL、ISC 等的要求
- 具有较宽的定量范围, 所以样品分析无需稀释, 从而简化分析, 极大地提高了效率
- 方法具有极高的灵敏度、回收率和线性, 以及极大的稳定性
- 高通量分析, 低氦气消耗



使用 Agilent 5977B GC/MS 测定土壤中有机氯农药含量

解决方案描述:

- 应用文献: 5991-8230CHCN
- 配置: 快速溶剂萃取仪 (HPSE); Agilent 7890B GC/5977B (EI) 气质联用仪
- 样品种类: 土壤等
- 分析的化合物: α -六六六、六氯苯、3, β -六六六、林丹、百菌清、 δ -六六六、七氯、敌草索、艾氏剂、环氧七氯-B、环氧七氯-A、反式氯丹、*o,p'*-DDE、顺式氯丹、 β -硫丹、*p,p'*-DDE、对三联苯-d14 (替代物)、狄氏剂、*o,p'*-DDD、异狄氏剂、 α -硫丹、*p,p'*-DDD、*o,p'*-DDT、*p,p'*-DDT、甲氧滴滴涕和灭蚁灵等 26 种有机氯农药 (含替代物)
- 典型的定量范围: 20–400 $\mu\text{g/L}$
- 参考标准: HJ 912-2017、HJ783-2016

方案的优势和特征:

- 样品加标回收率、仪器最低检测限分别达到 73%–116%、0.07–0.39 $\mu\text{g/kg}$, 均满足 HJ912-2017 标准规定的 40–150%、0.08-0.36 mg/kg 的要求
- 多次平行样分析结果表明各化合物的重现性非常出色
- 7890B 气相色谱/5977B 单四极杆气质联用系统在分析过程中表现出优异的稳定性、耐污染性和高灵敏度

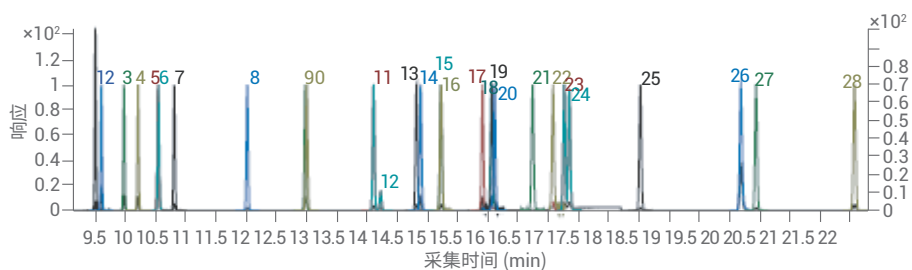
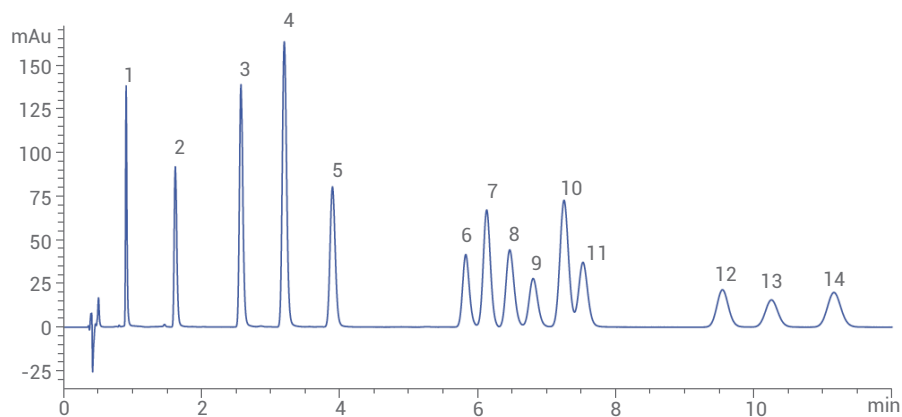


图 5. 26 种有机氯农药 (含替代物) 和 2 种内标物在 DB-5MS UI 色谱柱上的分离结果 (含内标和替代物): 1. α -六六六; 2. 六氯苯; 3. β -六六六; 4. 林丹; 5. 菲-d10 (内标); 6. 百菌清; 7. δ -六六六; 8. 七氯; 9. 敌草索; 10. 艾氏剂; 11. 环氧七氯-B; 12. 环氧七氯-A; 13. 反式-氯丹; 14. *o,p'*-DDE; 15. 顺式-氯丹; 16. β -硫丹; 17. *p,p'*-DDE; 18. 对三联苯-D14 (替代物); 19. 狄氏剂; 20. *o,p'*-DDD; 21. 异狄氏剂; 22. α -硫丹; 23. *p,p'*-DDD; 24. *o,p'*-DDT; 25. *p,p'*-DDT; 26. 屈-d12 (内标); 27. 甲氧滴滴涕; 28. 灭蚁灵

硝基芳烃和硝基胺的测定

解决方案描述:

- 应用文献: 5990-5552CHCN
- 配置: Agilent SampliQ DVB 固相萃取 (SPE); Agilent Poroshell 120 EC-C18, 3.0 mm × 100 mm, 2.7 μm; HPLC
- 样品类型: 土壤等复杂基质
- 分析化合物: 硝基芳烃类和硝基胺类
- 参考标准: EPA 8330 《固体废物硝基芳烃和硝基胺的测定 液相色谱法》
- 方案优势和特征: 使用 SampliQ DVB SPE 柱分离纯化样本, 平均回收率为 90%-105%, RSD ≤ 1.2%, 结合 Poroshell 120 色谱柱的高效分离, 是此项目的完美解决方案



图中:

1. HMX	6. Tetryl	11. 2,6-dnt
2. RDX	7. 2,4,6-tnt	12. 2-nt
3. 1,3,5-tnb	8. 2A-4,6-dnt	13. 4-nt
4. 1,3-dnb	9. 4A-,6-dnt	14. 3-nt
5. nb	10. 2,4-dnt	

图 6. 标准品代表色谱图, 5 μg/mL, 254 nm

使用 Agilent 1290 UHPLC 快速分离偶氮染料

解决方案描述:

- 应用文献: 5990-6855CHCN
- 配置: Agilent 1290 Infinity II LC, 配备 DAD 检测器
- 样品种类: 纺织品
- 分析的化合物: 1,4-苯二胺、4-氯-2-甲基苯胺、邻氨基偶氮甲苯等 26 种偶氮染料
- 参考标准: 欧盟标准

方案的优势和特征:

- 纺织品偶氮染料快速筛查, 10 min 分离 26 种偶氮染料
- 三种不同波长下 LOQ 为 0.05 μg/mL-5 μg/mL

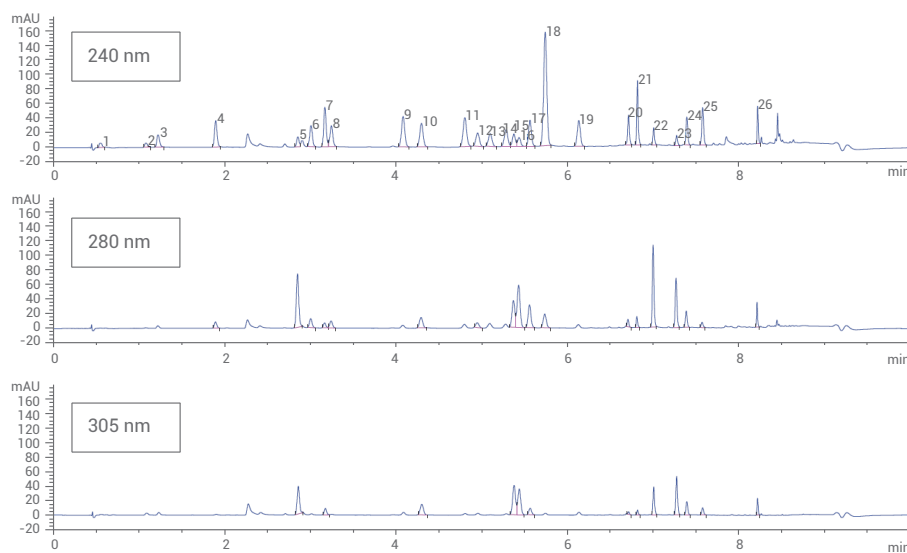


图 7. Agilent 1290 UHPLC 分离 26 种偶氮染料的色谱图

使用安捷伦 GC/MSD 结合顶空进样测定环境中的挥发性化合物

解决方案描述:

- 应用文献: 5991-2108EN
- 配置: Agilent 7697A 顶空进样器、Agilent 7890B GC/5977A GC/MSD
- 样品种类: 水等
- 分析的化合物: 60 种挥发性化合物
- 典型的定量范围: 0.05 ppb-20 ppb
- 参考标准: HJ643-2013

方案的优势和特征:

- 16 min 内可以分析 60 种挥发性化合物
- 所有化合物的 IDL 小于 0.10 ppb
- 符合 98/83/EC 指令的要求

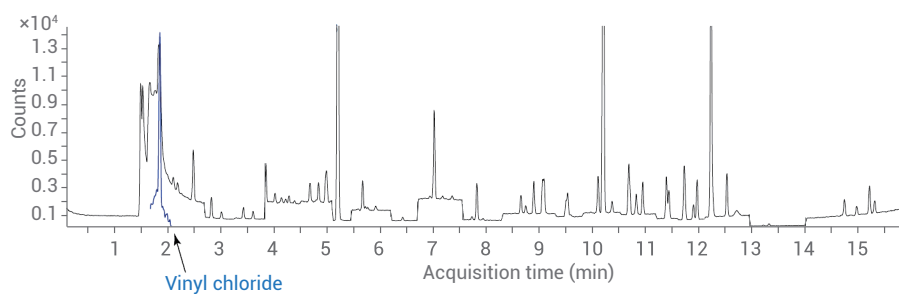


图 8. VOC 标准物质最低点 SIM-TIC 图, 54 种化合物 0.05 ppb, 三种内标 2 ppb, 六种气体 0.1 ppb

使用 Agilent Intuvo 9000 GC 测定水中酚类化合物

解决方案描述:

- 应用文献: 5991-8319ZHCN
- 配置: Agilent Intuvo 9000 GC, 配备 FID、DB-5ms UI 柱
- 样品种类: 水等
- 分析的化合物: 酚、2-氯酚、3-甲基酚、2-硝基酚、2,4-二甲酚、2,4-二氯酚、4-氯酚、4-氯-3-甲酚、2,4,6-三氯酚、2,4-二硝基酚、4-硝基酚、2-甲基-4,6-二硝基酚、5-氯酚等 13 种酚类化合物
- 参考标准: HJ676-2013、HJ711-2014

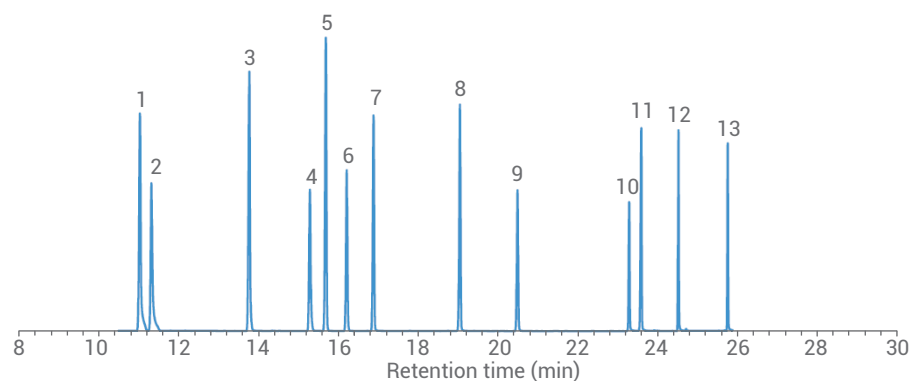


图 9. 13 种目标酚类的色谱图

使用吹扫捕集法分析挥发性有机化合物

解决方案描述：

- 应用文献：5991-0029CHCN
- 配置：吹扫捕集系统（可选）、Agilent 7890GC/5975C GC/MS、Agilent DB-624 UI 超高惰性柱
- 样品种类：水、空气采样捕集介质、地下水和地表水、污水、碱液和酸液、有机废液、含油废物、摩丝、焦油、纤维废物、聚合物乳液、滤饼、废活性炭、废催化剂、土壤和沉积物等
- 分析的化合物：US EPA 524.2 规定挥发性有机物
- 典型的定量范围：0.10–100 µg/L
- 参考标准：US EPA 524.2、US EPA 8260B

方案的优势和特征：

- 可以通过 BFB 调谐实现跨越非传统的三个数量级的校准范围，所有化合物的线性均良好，所有 RSD 均小于方法要求的 20%
- 所有的 MDL 均低于 ppt，接近 ppq 上限

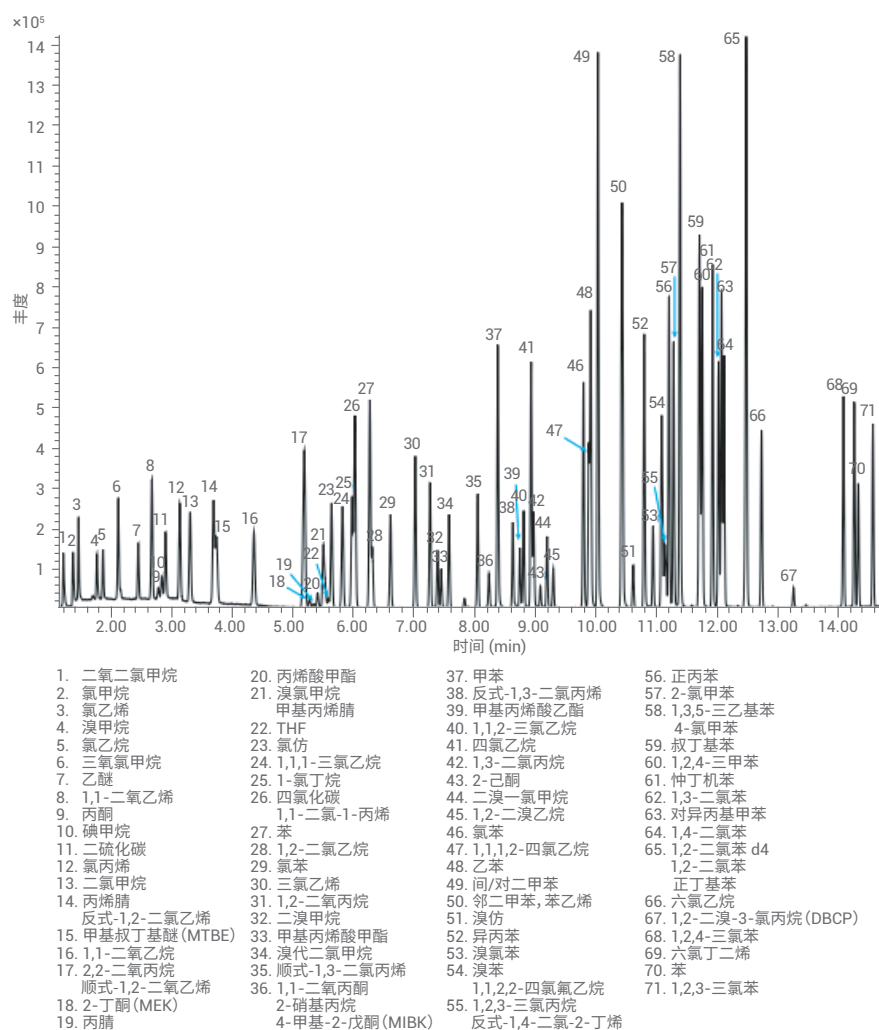


图 10. 方法 524.2 ICAL 标准品的总离子流图

使用 Agilent 7890B GC 结合 Agilent 7697A 顶空进样测定水中挥发性卤代烃、芳香烃和有机磷农药

解决方案描述:

- 应用文献: 5991-2787EN
- 配置: Agilent 7890 GC (配备 ECD、FID、FPD)、Agilent 7697A 顶空进样
- 样品种类: 水等
- 分析的化合物: 挥发性卤代烃、芳香烃和有机磷农药
- 参考标准: US EPA 614.1、HJ714-2014、HJ643-2013

方案的优势和特征:

- 有机氯和芳香烃方法的重复性较好, RSD 小于 2.0%, 回收率在 97.3%–102.7% 之间; 有机磷方法重复性的 RSD 小于 2.8%, 回收率在 90.4%–98.8%
- 使用 3 个检测器测定水中挥发性有机物, 可以同时测定水中的卤代物和芳香烃化合物, 高惰性的通路保证有机磷化合物的高响应

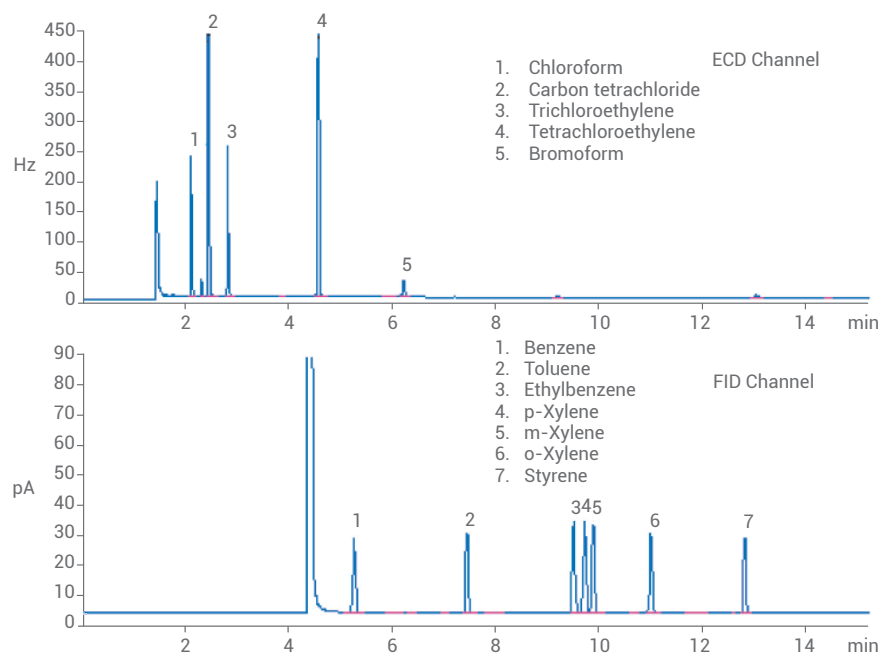


图 11. 挥发性卤素和多环芳烃同时分析色谱图

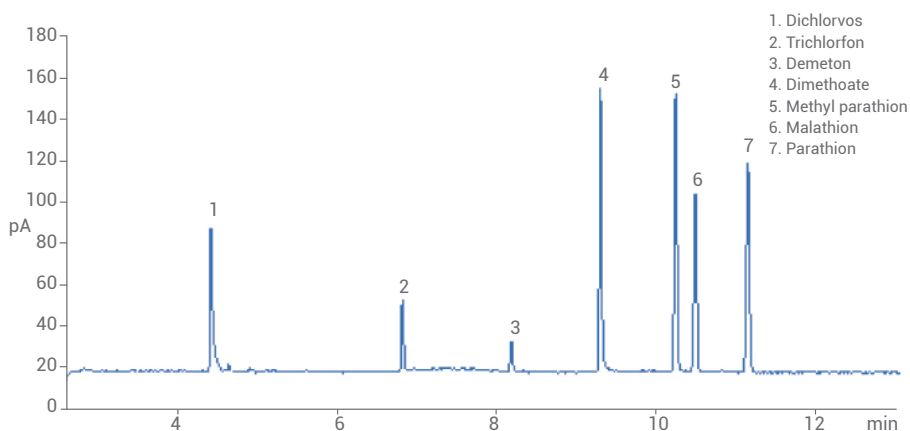
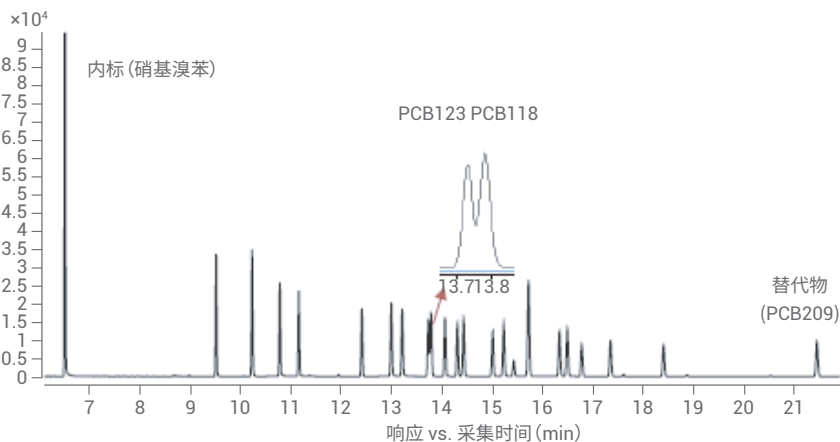


图 12. 0.05 mg/L 有机磷农药标准色谱图

使用 Agilent 5977BGC/MS 测定土壤中多氯联苯含量

解决方案描述:

- 应用文献: 5991-8208CHCN
- 配置: Agilent 7890B GC/5977B GC/MS
- 样品种类及项目: 土壤等基体中 18 种 PCB
- 参考标准: HJ 743-2015、HJ891-2017



方案的优势和特征:

- 7890B GC/5977B MS 在分析过程中表现出优异的稳定性、耐污染性和高灵敏度

图 13. 18 种 PCB 在 HP-5MS UI 毛细管柱上的分离结果 (含内标和替代物)

使用高效液相色谱法分析土壤中的多环芳烃

解决方案描述:

- 应用文献: 5990-8414EN、5990-5452EN
- 配置: Agilent 1260 Infinity II LC、Agilent 1290 Infinity II LC
- 样品种类: 土壤等复杂基质
- 分析的化合物: SS EPA 610 PAH
- 典型的定量范围: 8.8 pg/ μ L-19.3 ng/ μ L
- 参考标准: EPA 8310、EPA 3550C、HJ892-2017

方案的优势和特征:

- 1290 LC 系统检测 PAH 时, 与 1260 LC 系统相比仪器性能有很大提高
- 具有很好的灵敏度、精密度和稳定性
- 按照 EPA 3550C 进行样品前处理, 方法的回收率可以达到 85%

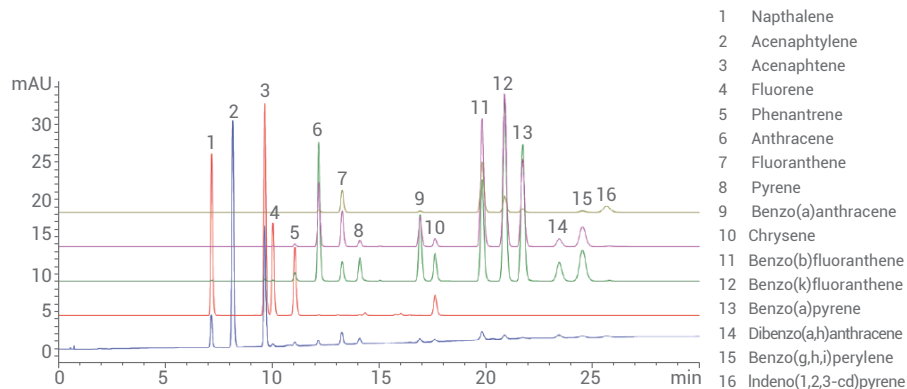


图 14. 结果色谱图

依据 EPA8270 方法使用 Agilent 5977A 系列质谱分析半挥发性有机化合物

解决方案描述:

- 应用文献: 5991-2153CHCN
- 配置: Agilent 7890GC/5975C MSD
- 样品种类: 固体、液体、气体样品
- 分析的化合物: N-亚硝基二甲胺、2-氟苯酚等 70 多种 SVOC
- 参考标准: EPA 8270、HJ892-2017
- 方案优势和特征: 所有化合物均表现出良好的线性和重现性, 10 针重复实验中, 80% 的化合物 RSD 小于 6%, 部分小于 2%, 灵敏度高

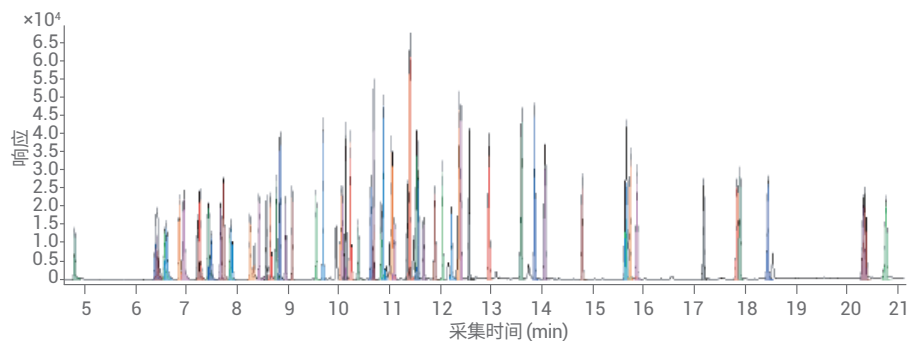


图 15. 20 ppm 标样的总化合物色谱图 (TCC)

使用安捷伦 LC/QQQ 进行常规多残留农药分析

解决方案描述:

- 应用文献: 5991-6357CHCN
- 配置: Agilent 1290 Infinity UHPLC/6470 LC/MS
- 样品种类: 环境等复杂基质
- 分析化合物: 250 种农药及农药代谢物
- 参考标准: 欧盟委员会规定的最大限量
- 方案优势和特征:
 - 6470 LC/QQQ 灵敏度高, 远超限量值, 可以更大的稀释倍数定量分析, 基体耐受能力强, 精密度和方法稳定性卓越

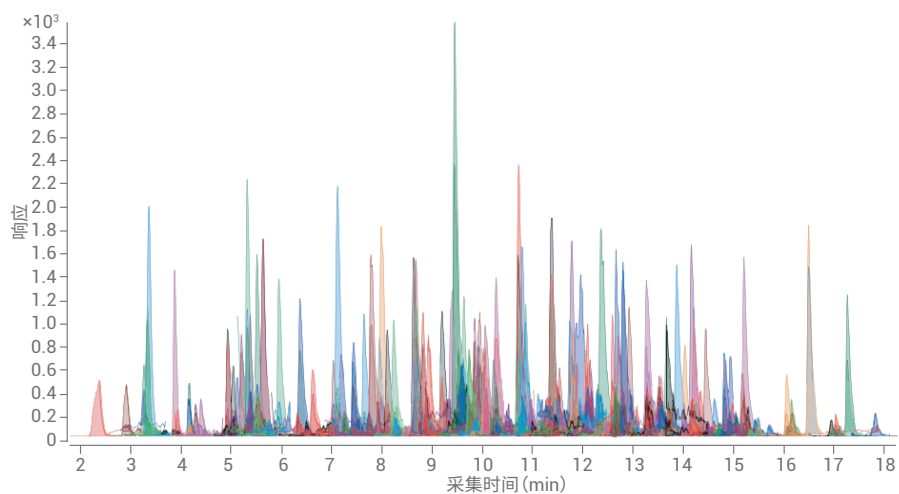


图 16. 添加浓度为 MRL (10 µg/kg) 的 250 多种农药的红茶提取物以及 1:10 的乙腈稀释样品 (对应浓度为 0.2 ng/mL) 所叠加的 MRM 色谱图

使用顶空-气相色谱法测定丙烯醛、丙烯腈和乙腈

解决方案描述：

- 应用文献：5991-8096EN、5991-8331EN
- 配置：HS-GC、HS-Intuvo
- 样品种类：土壤
- 分析的化合物：丙烯醛、丙烯腈和乙腈
- 参考标准：HJ679-2013、HJ874-2017

方案的优势和特征：

- 两种方法均符合标准的要求
- 用 Intuvo 分析，运行时间从原来的 9 min 缩短到 3 min

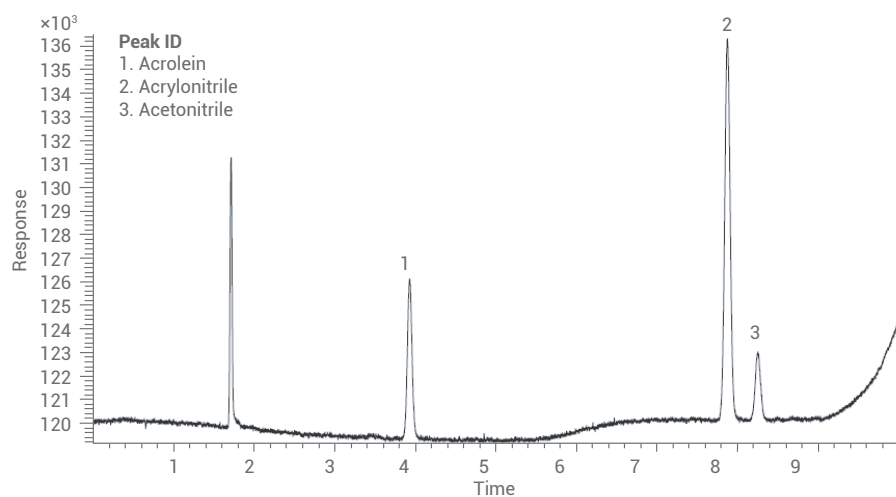


图 17. 丙烯醛丙烯腈和乙腈在 7890 GC 中的实际样品色谱图

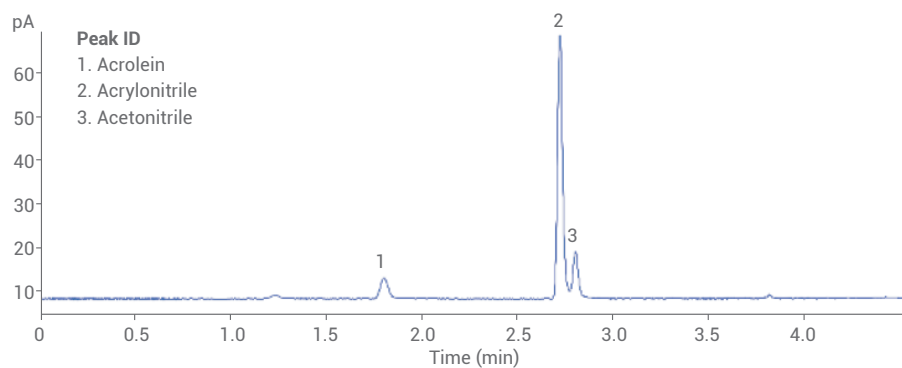


图 18. 采用 Intuvo 9000 快速检测三种化合物色谱图

特例介绍 — 二噁英的检测

二噁英

多氯代二苯-对-二噁英 (PCDD)、多氯二苯并呋喃 (PCDF) 和多氯联苯 (PCB) 为剧毒的难降解有机污染物 (POP)。因此，为保护环境和人类健康，2001 年颁布的关于 POP 的《斯德哥尔摩公约》中对其进行了管制。这些化合物中的许多种类与癌症、内分泌失调和生殖障碍有关。它们是工业过程、农药生产、焚烧过程及其他来源的副产物。这些有毒化合物在环境中非常稳定，且能通过食物链富集。

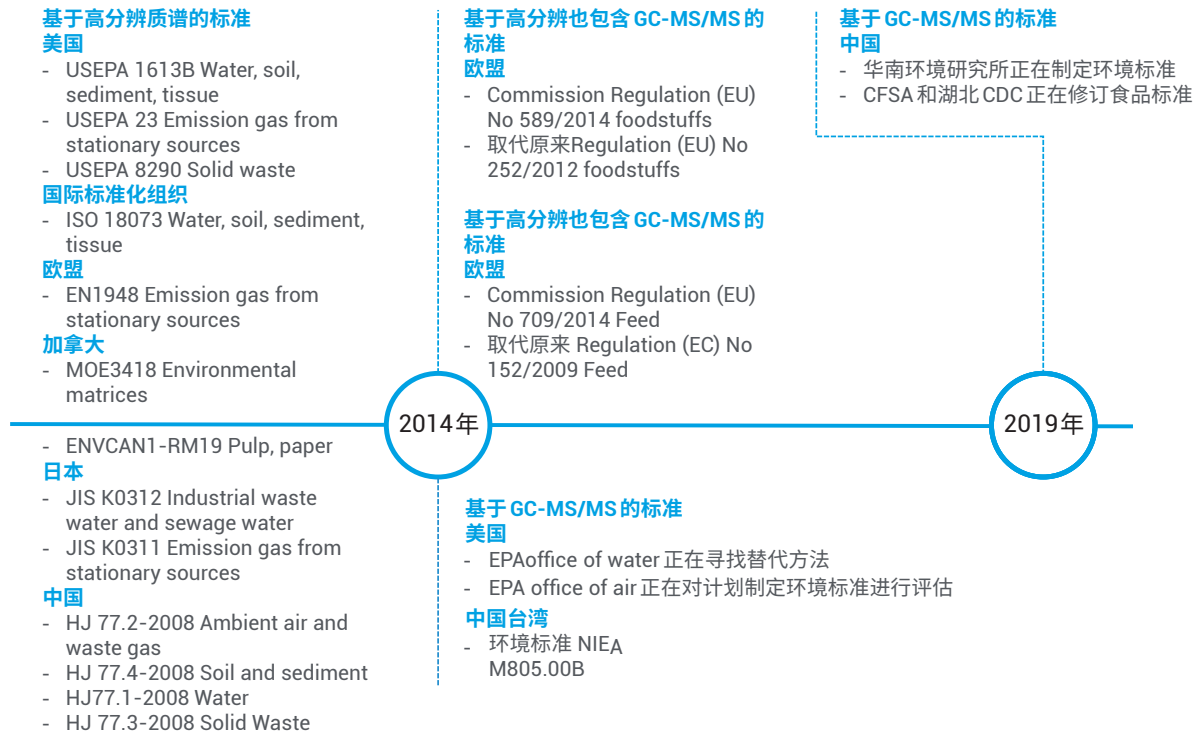


图 19. 二噁英法规的变迁



Prof. Peter Fuerst
Head, Department of Central Analytical Services
Chemical and Veterinary Analytical Institute (CVUA)
Munster, Germany
他的研究小组属于正式的欧盟食品和饲料的控制成员之一。和安捷伦合作推动法规的发展

- 全球发布安捷伦食品二噁英分析仪
- 与陶氏化学合作进行 EPA 标准的比对和评估
- 与中科院生态中心郑明辉教授合作进行分析二噁英方法的比对和评估

- 参与环境标准实验室比对
- 参与食品标准制定
- 美国安捷伦事业部开发二噁英整体解决方案（包括报告）
- 和美国 EPA 合作更改法规



Prof. Jean-François (Jef) Focant
Department of Chemistry
University of Liège, Belgium
他隶属于欧盟二噁英和多氯联苯参考实验室体系，并且作为欧盟工作组成员制定新的法规，和进行实验室比对。



- 台湾 EPA 标准公布，食品和环境部开始采购安捷伦 GC-TQ
- 组织并召开 POPs 卫星会，树立二噁英分析的市场形象
- 和瑞典 Umea 大学 Haglund 教授合作的 GC-QTOF 研究，证明 QTOF 高分辨质谱的分析优势

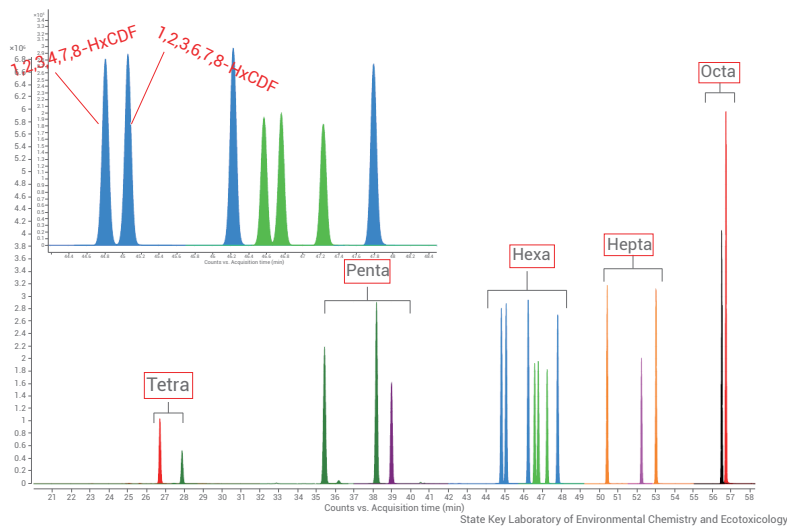
图 20. 全球二噁英项目合作及动态

使用 Agilent 7010 GC/MS 系统分析二噁英具有如下优点：

- 抗污染：专利一体成型可加热的石英四极杆和耐高温离子源
- 多系统多实验室数据可比性：保留时间锁定功能
- 智氢洁功能：JetClean 技术
- 强稳定性和耐用性：专利微流板控制技术

17 种 PCDD/F 同类物的分离

- 使用 EPA-1613CVS (CS1-CS5) 5 种不同浓度的标准校正溶液平行进样 3 次获得标准曲线，在浓度范围 0.5–2000 $\mu\text{g/L}$ 之间有良好的线性， R^2 多在 0.999 以上
- RSD < 3.0%，检测限在 0.008–0.08 ($\mu\text{g/L}$) 之间，符合二噁英痕量检测的要求
- 色谱图基线平稳，峰形良好，分离度高，利于准确定量
- 飞灰提取液标准物质分析结果的平均值和标准值有良好的一致性，RSD 低于 6.0%，显示方法良好的准确度和精密度



注：实验结论来自中科院生态环境研究中心合作实验室

图 21. 17 种 PCDD/F 色谱质谱图

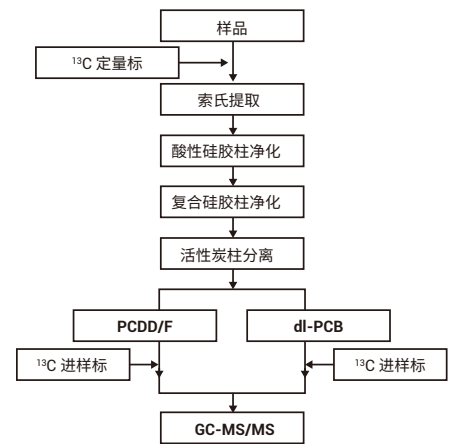


图 22. 飞灰样品分析

HRMS 和 MSMS 测定结果比较

对两种方法的测定结果进行相关性分析，显示二者结果具有良好的一致性。

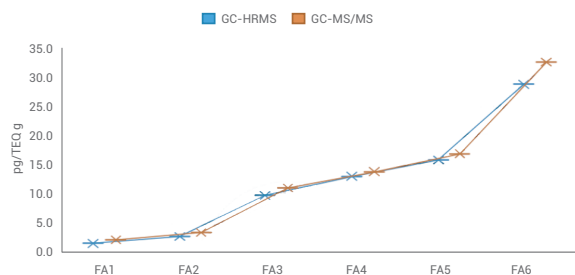


图 23. 安捷伦中国市场开发团队和中科院生态环境研究中心合作实验结果

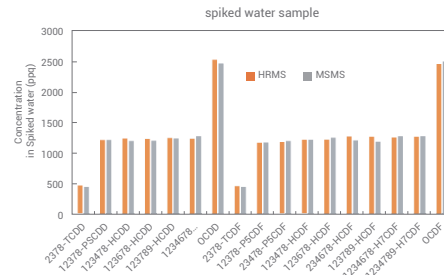


图 24. 安捷伦中国市场开发团队和美国陶氏化学分析中心合作实验结果

固体废物样品前处理技术方案

不同样品前处理技术的比较

表 10. 固体废物中的有机物检测主要前处理技术

处理技术名称	优势	劣势	发展趋势
索氏提取法	萃取效率高、回收率高	耗时长、有机溶剂消耗大	克服繁琐缺陷，逐步改良
加速溶剂萃取法	有机溶剂耗量少、基质影响小、耗时短、回收率高、自动化	仪器成本高、对操作人员要求高、不适用于热敏化合物	结合分析方法，快速高效检测
液-液萃取法	萃取剂选用范围广、易操作	易乳化、有机溶剂消耗大、耗时长、自动化程度低	与其他萃取方法结合使用
固相萃取法	回收率高、净化效果好、自动化程度高、有机溶剂用量小	易堵塞、吸附剂需要活化、耗时、价格贵	逐步优化、衍生出新的萃取、微萃取技术，应用到更广泛的领域
QuEChERS	快速、高效、节约、简单、稳定、安全	目前应用领域较为局限	拓展领域，应用于固体废物中有有机物的快速、高通量检测

安捷伦样品前处理和自动化产品

安捷伦致力于更加绿色、快速、简单的样品前处理。

- 优异性能的自动进样器和整合系统加速更多样品的处理。Agilent 7696A 样品前处理工作台轻松处理枯燥易错的样品前处理步骤
顶空进样：直接把挥发性化合物进到 GC 和 GC/MS 系统
吹扫捕集：分析水中痕量的挥发性化合物
- 固相萃取 (SPE) 产品：从复杂介质中萃取和浓缩化合物
- 柱子和其它消耗品：为 GC、GC/MS、LC、LC/MS 和 ICP-MS 提供形态分析

样品前处理举例：SPE-HPLC 法测定固体废物浸出液中苯酚类物质

根据《固体废物浸出毒性浸出方法硫酸硝酸法》(HJ/T 299-2007) 中规定方法，获得固体废物浸出液。浸出液净化方法参考《固体废物酚类化合物的测定气相色谱法》(HJ/T 711-2014)。

Agilent Bond Elut Plexa 固相萃取柱结合高效液相色谱测定固体废物浸出液中 12 种苯酚类化合物，目标物在 0.100 mg/L-10.0 mg/L 范围内线性良好，方法检测限在 0.004 µg/L-0.068 µg/L 之间，3 个质量浓度水平加标回收率为 78.0%-105%，测定 6 次结果的 RSD 为 0.7%-5.0%。

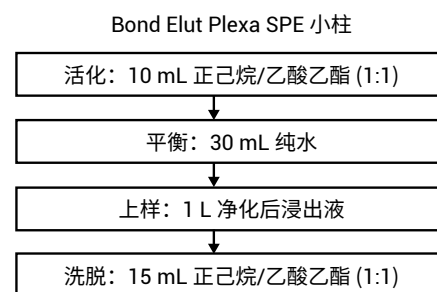


图 25. 12 种苯酚类化合物 SPE 步骤

安捷伦独有技术满足固体废物热点分析

不管是固体废物的质量控制、污染控制，还是对环境中的空气、水和土壤造成二次污染的控制以及评估环境的风险，您所面对的挑战都变得越来越大。环境分析必须是可靠、高效的，对分析结果的质量要求也更高。

安捷伦 GC/MS 是环境测试的首选，主要用于分析挥发和半挥发有机污染物，比如农药和多环芳烃等。LC/MS 可以分析强极性和热不稳定性化合物。三重四极杆 ICP-MS 除了强抗干扰能力外，还可以和其它色谱系统结合，进行金属和有机金属形态的分析以及环境样品无机副产物的精确分析。

使用微波等离子体发射光谱仪 MP-AES 分析工业废物钢渣

钢渣是冶金工业中产生的废渣，其产生率为粗钢产量的 8%–15%。中国的钢渣产生量随着钢铁工业的快速发展而迅速递增，因此，钢铁企业废渣的处理和资源化利用问题也越来越受到重视。

仪器配置

- 仪器：Agilent 4200 MP-AES，结合 4107 氮气发生器
- 样品引入系统：双通道旋流雾化室、OneNeb 雾化器、SPS3 自动进样器

Agilent 4200 MP-AES 优势：

- 空气运行，降低低采购成本
- 无可燃气体，提高实验室安全
- 更高分析性能，替代 AA 的理想选择
- 新一代软件系统提供简便操作



使用 Agilent 4210 MP-AES 分析工业废物钢渣应用实例

样品前处理：

样品处理：准确称取 0.1 克样品（称准至 0.0001 g），置于 100 ml 烧杯中，缓慢加入浓硝酸 10 ml，加热溶解。反应后，再加入王水约 10 ml，继续加热溶解，加热近干。转移并采用去离子水定容至 50 ml，待测。

优势：

与 FAAS 火焰原子吸收相比，样品制备更简单，减少了稀释步骤，无需添加电离抑制剂。

注意事项：

若其中碳的溶解不完全，可能会造成结果的差异。建议加入硫酸-磷酸混合酸，进一步分解碳化物，以获得更加准确的结果。

表 11. MP-AES 与 ICP-OES 结果对比

分析方法	MP-AES	ICP-OES	与 ICP-OES 吻合性%	分析方法	MP-AES	ICP-OES	与 ICP-OES 吻合性%
元素	含量	含量	/	元素	含量	含量	/
Cd	0.073	0.076	94.8	Ti	ND	ND	/
Co	ND	ND	/	V	0.02	0.02	100.00
Cr	ND	ND	/	Zn	0.38	0.35	107.99
Cu	0.05	0.05	100.00	Ca	4.75	4.67	101.71
Fe	19.14	19.62	97.55	K	2.38	2.48	95.64
Mn	ND	ND	/	Na	15.52	15.94	97.26
Ni	ND	ND	/	Mg	18.36	18.99	96.56
Pb	6.34	6.95	91.22				

表 12. MP-AES 加标回收率

元素	回收率 %	元素	回收率 %
Be	92	Pb	118
Cd	98	Ti	103
Co	105	V	104
Cr	110	Zn	96
Cu	99	Ca	110
Fe	91	K	94
Mn	122	Na	105
Ni	102	Mg	102

利用 Agilent 8900 ICP-MS/MS 氧气反应模式精确测定复杂基质中的痕量砷、硒

单杆 ICP-MS 可以通过反应模式来转移 As、Se 的质谱干扰，如利用氧反应模式： AsO^+ 、 SeO^+ 消除氯化物和双电荷的干扰，但若样品基质中本来就含有 Zr^+ 、 Mo^+ ，则又会产生新的干扰。

表 13. As/Se 检测中干扰汇总

As and Se isotope	Interference				
Element	m	Abundance %	Doubly charged	Chloride	Dimer
As	75	100	$^{150}\text{Sm}^{2+}$, $^{150}\text{Nd}^{2+}$	$^{40}\text{Ar}^{37}\text{Cl}^+$, $^{40}\text{Ca}^{37}\text{Cl}^+$	
	77	7.63	$^{154}\text{Sm}^{2+}$, $^{154}\text{Gd}^{2+}$	$^{40}\text{Ar}^{37}\text{Cl}^+$, $^{40}\text{Ca}^{37}\text{Cl}^+$	
	78	23.77	$^{156}\text{Gd}^{2+}$, $^{156}\text{Dy}^{2+}$	$^{41}\text{K}^{37}\text{Cl}^+$	$^{38}\text{Ar}^{40}\text{Ar}^+$, $^{39}\text{K}^{39}\text{K}^+$
Se	80	49.61	$^{160}\text{Gd}^{2+}$, $^{160}\text{Dy}^{2+}$	$^{45}\text{Sc}^{35}\text{Cl}^+$	$^{40}\text{Ar}^{40}\text{Ar}^+$, $^{40}\text{Ca}^{40}\text{Ca}^+$
	82	8.73	$^{164}\text{Dy}^{2+}$, $^{164}\text{Er}^{2+}$	$^{45}\text{Sc}^{37}\text{Cl}^+$	

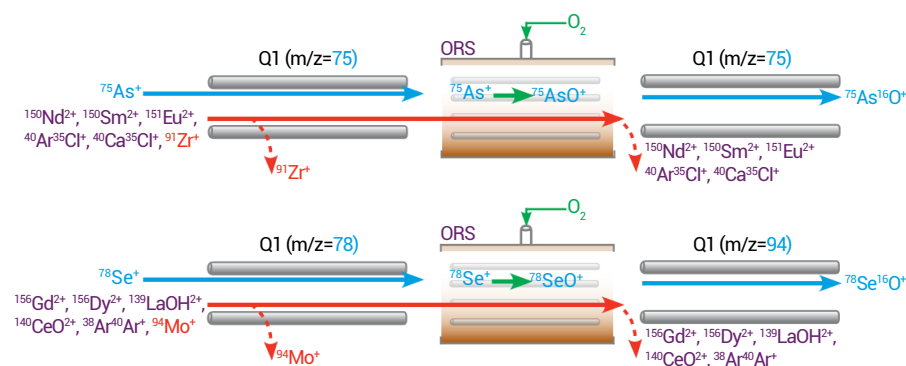


图 26. 三重四极杆反应机理演示

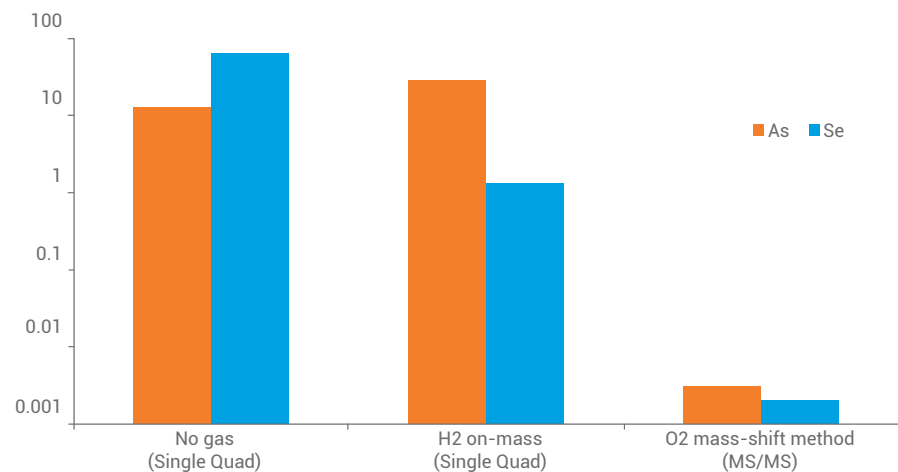


图 27. MS-MS 与单四极杆 ICP-MS 检测 As、Se 时 BEC 对比

使用 GC/QQQ 系统检测复杂基质中的农药残留

研究结果显示，使用 Agilent Intuvo 9000 GC/7010B GC/MS 系统检测复杂基质中的农药残留，在 12.4 min 内可以同时检测 203 个农药，定量限可以达到 2 μg/kg。此方法可用于常规的 69 个实际样品的检测，证明了仪器的可靠性。

Anal Bioanal Chem
<https://doi.org/10.1007/s00216-017-0723-x>

RESEARCH PAPER

Further improvements in pesticide residue analysis in food by applying gas chromatography triple quadrupole mass spectrometry (GC-QqQ-MS/MS) technologies

Elena Hakine¹ • Ana Iozano¹ • Samanta Uclés¹ • Amadeo R. Fernández-Alba¹

In this work, the feasibility of decreasing the run time to 12.4 min by modifying the oven temperature program for a multiresidue method covering 203 pesticides, was evaluated. Satisfactory sensitivity results were achieved by reaching a limit of quantitation of 2 μg kg⁻¹ for a great variety of fruits and vegetables. The validated method based on updated GC-QqQ-MS/MS has confirmed the abovementioned challenges with adequate robustness by its application to routine analyses for 69 real samples.

✉ Amadeo R. Fernández-Alba
 amadeo@ual.es

¹ Agrifood Campus of International Excellence (CiA3), European Union Reference Laboratory for Pesticide Residues in Fruit and Vegetables, Department of Chemistry and Physics, University of Almería, 04120 Almería, Spain



图 28. 用户发表 SCI 文献展示

使用 GC/Q-TOF 检测新型化合物

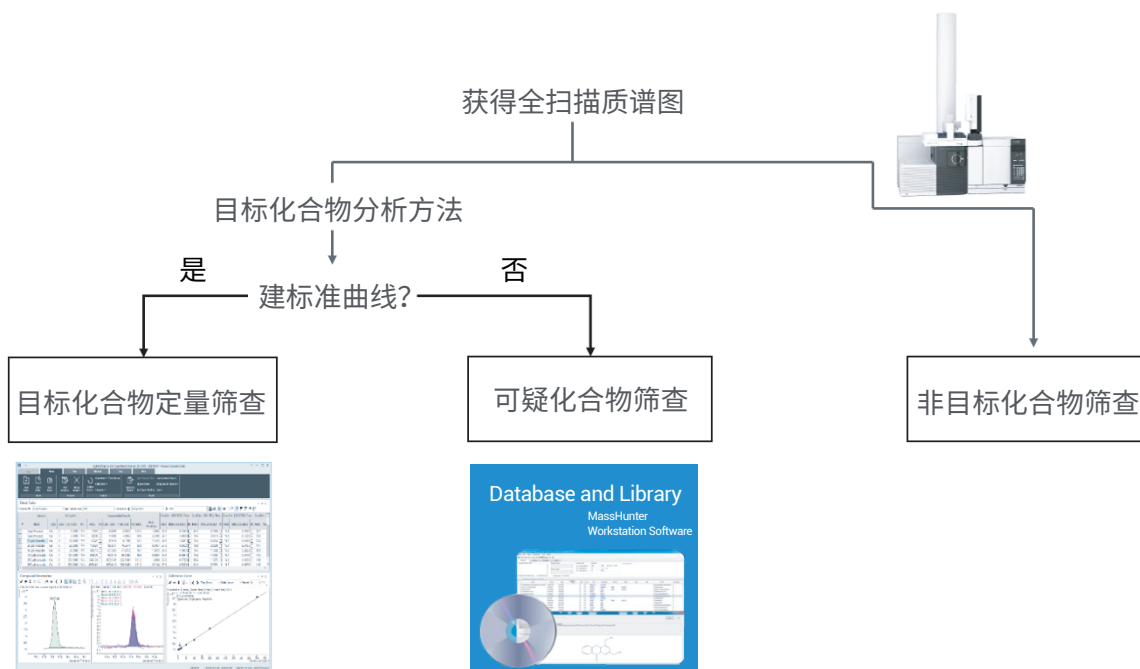


图 29. GC-Q/TOF 检测新兴化合物策略

安捷伦 LC/MS 技术平台为水质中新型污染物分析提供完整解决方案

- 污染物检测 — On-line SPE/QQQ/QTOF 定量/定性检测
- 污染源监控 — UHPLC-Q-TOF/MPP/PCDL/MS 完整的软硬件解决方案

LC/MS 是高灵敏度质谱系统。以 Agilent 6495 LC/MS 为代表的高端质谱其灵敏度已经突破 fg 到达 ag 级别。突发事件中未知化合物的污染，往往需要利用新的技术来应对，例如能够采集精确质量数的 Q-TOF。



环境样品中药品及个人护理品 (PPCP) 分析示例

采用安捷伦三重四极杆液质联用系统，建立了测定环境样品中药物和个人(PPCP)的分析方法。通过分析混合标准溶液对仪器方法进行优化，可在 20 min 内对 377 种 PPCP 进行有效分离。各化合物响应良好，绝大多数化合物检测限可低于 10 ng/L，灵敏度足够高，无需进行样品富集。图 31 显示了 100 ng/L PPCP 混合标准样品的提取离子色谱叠加图。

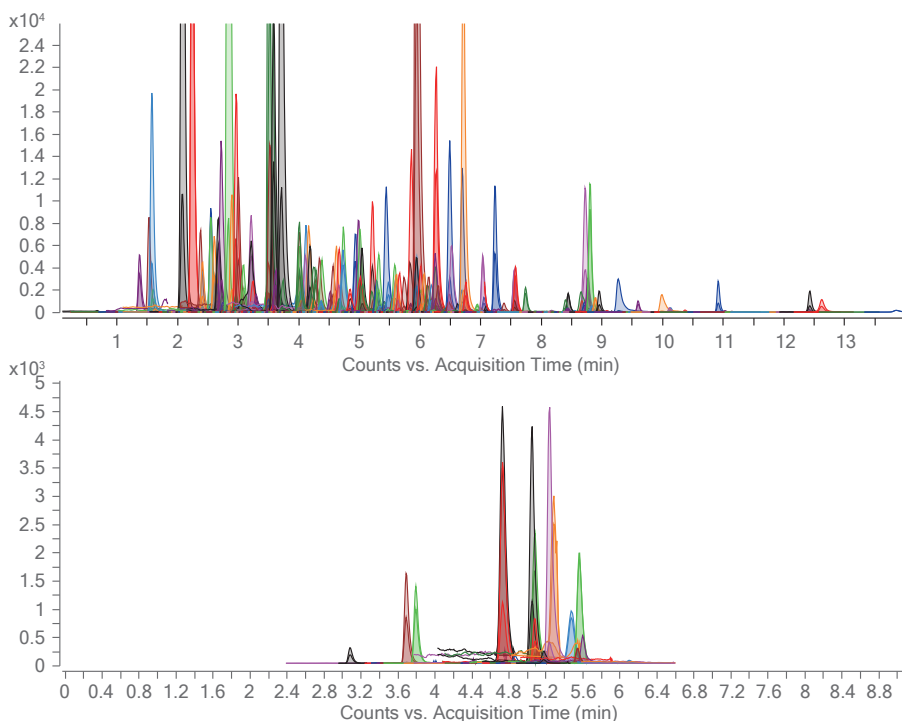


图 31. 377 种 PPCP 混合标准样溶液（浓度 100 ng/L）在正离子模式（上）和负离子模式（下）下的提取离子色谱叠加图

表 14. 377 种 PPCP 类化合物同时监测

PPCP	数量
抗生素类	104
兴奋剂类	29
激素类	46
精神类	48
解热镇痛类	28
抗过敏类	13
心血管类	20
农药	48
其它	41

使用 Agilent 6550 iFunnel Q-TOF 液质联用系统进行环境样本中 PPCP 筛查实例 — 4 ng/L 地西洋（镇静类药物）

- 6550 Q-TOF LC/MS 直接进样分析环境样本中的 PPCP，灵敏度可达 ppt 级
- 所有的 30 个化合物和内标均达到 100 ng/L 的 MRL
- MS/MS 二级离子谱图鉴定提供更可靠的结果

表 15. 不同类别化合物的 LOD 和 LOQ (ng/L)

Compound Name	LOD	LOQ	Compound Name	LOD	LOQ
Atenolol	0.84	3.59	Sulfamethoxazole	2.97	10.84
Sotalol	0.44	2.01	Carbamazepine 10,11 epoxide	0.82	3.52
Metronidazole	0.73	3.19	Phenacetin	0.81	3.50
Ronidazole	2.65	9.73	Bisoprolol	1.38	5.52
Sulfadiazine	2.69	9.87	Propranolol	1.13	4.67
Trimethoprim	3.02	11.02	Carbamazepine	0.53	2.39
Sulfamerazine	2.55	9.39	Betaxolol	1.06	4.40
Sulfadimidine	2.59	9.53	n.n Diethyl-3-methylbenzamide (DEET)	0.95	4.02
Phenazone	0.47	2.14	Bezafibrate	1.12	4.62
Pentoxifylline	1.07	4.47	Crotamiton	0.49	2.22
Metoprolol	0.56	2.51	Diazepam	0.43	1.97
Furazolidone	2.27	8.47	Fenofibrate	3.35	12.31
Dapson	3.85	14.70			

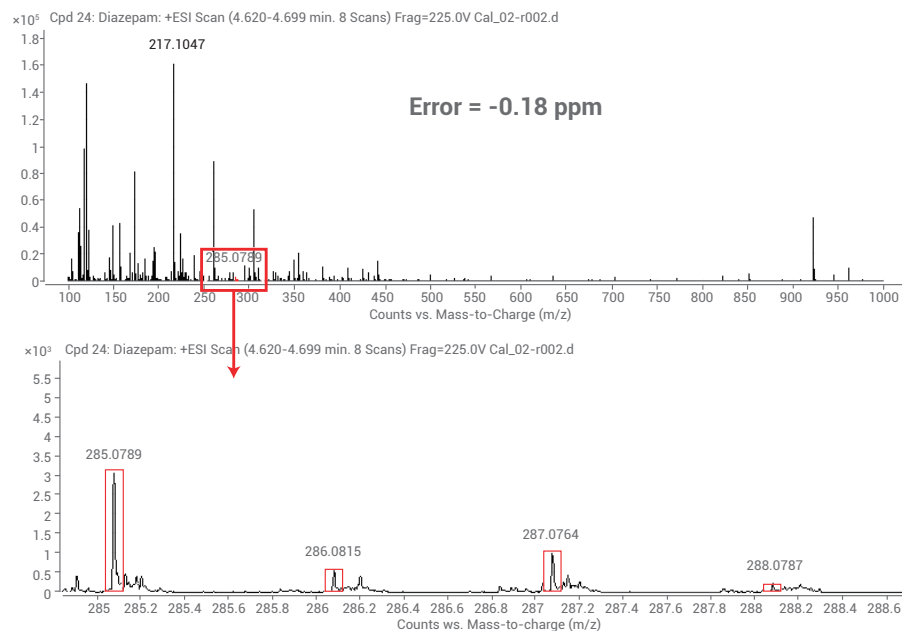


图 32. 未知物筛查一级二级质谱图

真正水环境非目标物解决方法 — 轮廓分析

环境轮廓分析：分析两组或以上的环境样品中的非目标物以便发现其中感兴趣的化合物，再做进一步的研究、鉴定、以及/或者结构解释。

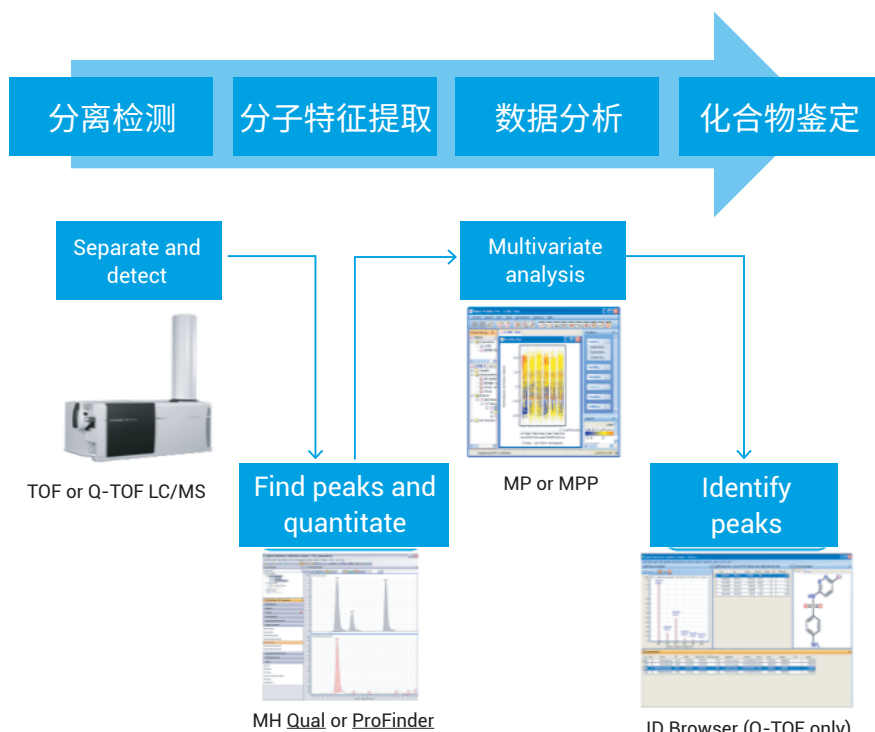


图 33. 轮廓分析流程图

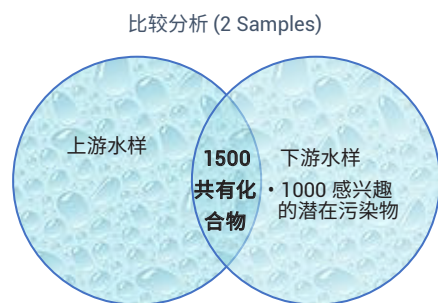


图 34. 比较分析 (2 个样品)

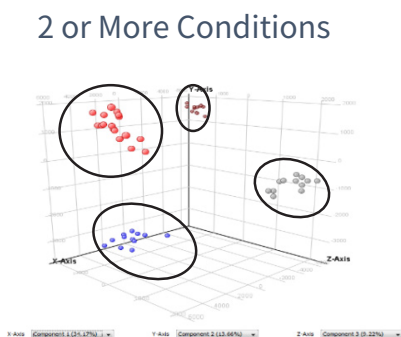


图 35. 统计分析

LC/MS/MS 数据库

若不借助数据库分析，需要 7 周到 5 个月的时间，但若借助 LC/MS/MS 数据库进行分析，则只需要 1 周时间就能完成。

PCDL 数据库用于 LC/TOF, LC/Q-TOF 系统；MRM 数据库用于 LC/QQQ 系统

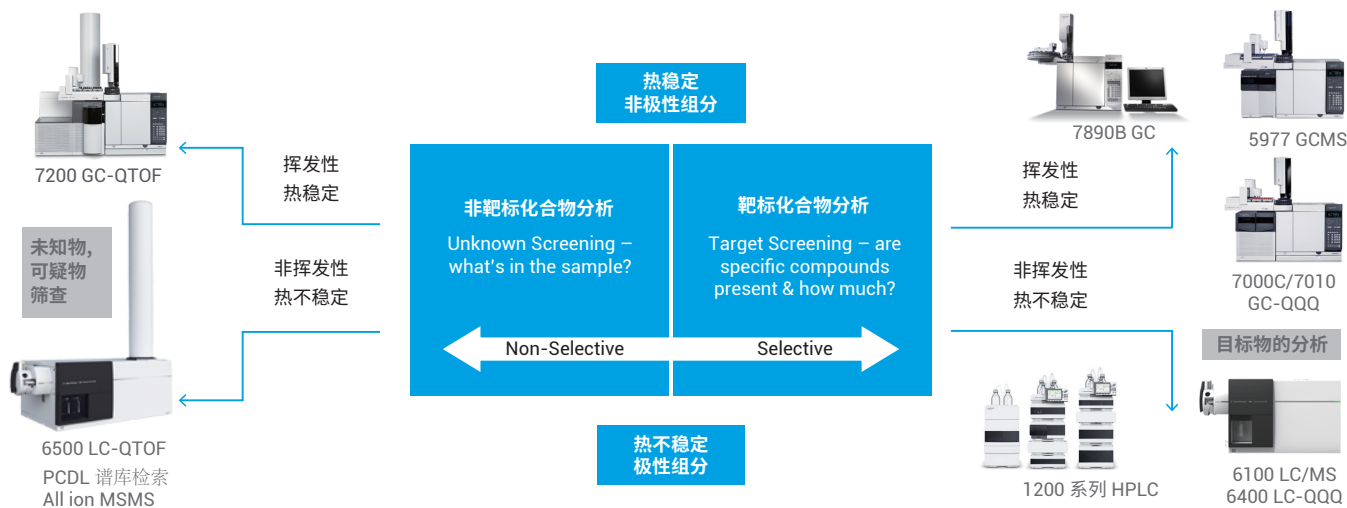
- 农药 (PCDL, tMRM) > 1750 个
- 兽药 (PCDL, tMRM) > 2100 个
- 真菌毒素及相关代谢产物 (PCDL) > 450 个
- 法医毒理类化合物 (PCDL, tMRM) > 9200 个
- 水体污染物 (PCDL) > 1400 个
- 包装材料中可萃取可浸出物 (PCDL) > 1000 个
- METLIN 代谢产物 > 249450 个
- NIST LC/MS/MS > 13800 个

完整产品链平台保障实验室未来需求

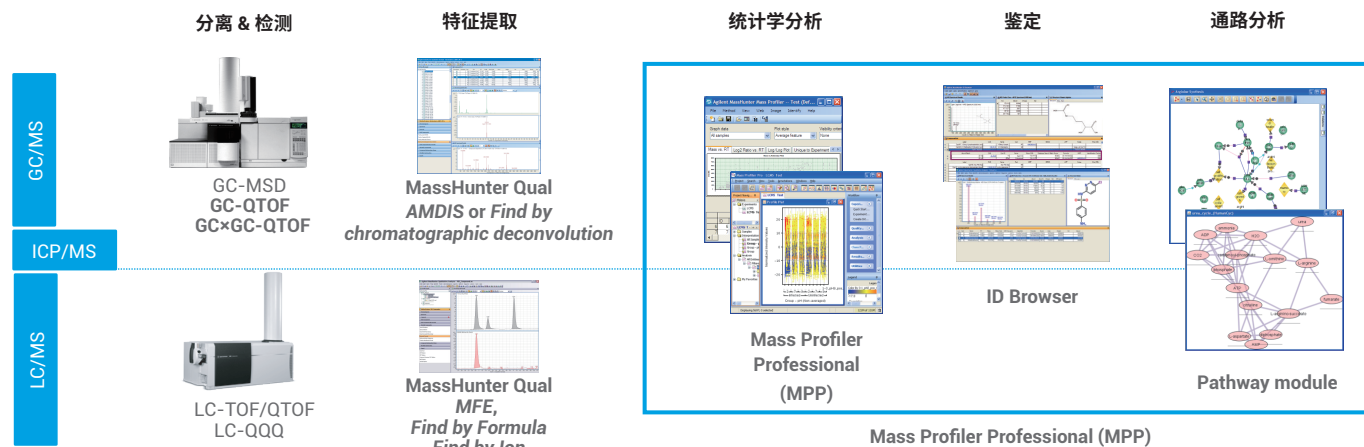
安捷伦分析策略 — 无机部分



安捷伦分析策略 — 有机部分



环境暴露组学和代谢组学整体解决方案



服务于实验室价值链

服务于整个环境价值链

直接为您的需求提供解决方案

研究

监测

合规



样品前处理



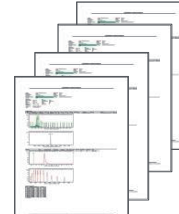
分离



鉴定



数据分析



报告

CrossLab 服务和顾问

CrossLab 柱子和消耗品

安捷伦致力于为您的实验室提供科学价值、业务价值和经济价值：

- 易于使用、可靠的仪器
- 创新的分析流程
- 快速高通量分析
- 专家队伍的支持
- 考虑预算的综合解决方案



消耗品和试剂



仪器和工具



软件和信息学



服务，支持和顾问



固体废物检测培训解决方案支持

目标用户

- 承担 2018 固体废物项目检测任务的机构和实验室，包括 CIQ、RAES 和第三方等
- 遵照标准开展常规检测项目
- 缺乏方法开发和验证的能力
- 十分关注时间、成本和人力资源

服务内容

- 标准溶液与内标液的配制 (若有)
- 各类干扰的校正与优化
- 仪器方法设置/调试
- 溶剂标准曲线的运行
- 数据处理和报告生成

具体解决方案

表 16. 固体废物检测 ICP-OES/ICP-MS 解决方案

检测项目	仪器	参照标准	方法细节
重金属元素	ICP-MS	HJ 766-2015 固体废物 金属元素的测定 电感耦合等离子体质谱法	*前处理：微波消解 17 种元素 — 见标准 标准曲线 5 点：10–500 µg/L
检测项目	仪器	参照标准	方法细节
重金属元素	ICP-OES	HJ 781-2016 固体废物 22 种金属元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法	*前处理：微波消解/电热板消解 22 种元素 — 见标准 标准曲线 5 点：不同的尝试范围

表 17. 固体废物检测 GC/MS 解决方案

检测项目	仪器	参照标准	方法细节
VOC		HJ643-2013 固体废物挥发性有机物的测定 顶空/气相色谱-质谱法	*前处理：固体或浸出液装瓶 色谱柱：DB-624 标准曲线：5 点， 固体废物 5–100 µg/L 固体浸出液 5–100 µg/L
卤代烃		HJ713-2014 固体废物挥发性卤代烃的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法	*前处理：固体或浸出液装瓶 色谱柱：DB-624 标准曲线：5 点 固体废物 1–20 µg/L 固体浸出液 1–20 µg/L
	GC/MS	HJ714-2014 固体废物挥发性卤代烃的测定 顶空/气相色谱-质谱法	*前处理：固体或浸出液装瓶 色谱柱：DB-624 标准曲线：5 点， 固体废物 2–40 µg/L 固体浸出液 5–100 µg/L
多氯联苯		HJ 891-2017 固体废物 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法	*前处理：萃取、浓缩、净化、再浓缩 色谱柱：DB-5 ms 标准曲线：6 点，0.05–2 mg/L
有机氯		HJ912-2017 固体废物有机氯农药的测定 气相色谱-质谱法	*前处理：萃取、浓缩、净化、再浓缩 色谱柱：DB-5 ms 标准曲线：5 点，1–50 mg/L
有机磷和菊酯		固体废物 有机磷农药和菊酯类农药的测定 气相色谱-质谱法 (征求意见稿)	*前处理：萃取、浓缩、净化、再浓缩 色谱柱：DB-1701 标准曲线：5 点，5–50mg/L

表 18. 固体废物检测 GC 解决方案

检测项目	仪器	参照标准	方法细节
VOC		HJ760-2015固体废物挥发性有机物的测定 顶空-气相色谱法	*前处理：配制方法不同 色谱柱：DB-624 或 DB-WAX 标准曲线：5 点 固体废物 10-100 µg/L 固体浸出液 10-100 µg/L
丙烯醛 丙烯腈 乙腈	GC	HJ874-2017固体废物丙烯醛、丙烯腈和乙腈的测定 顶空-气相色谱法	*前处理：浸提、净化、萃取、浓缩 色谱柱：DB-WAX 或 DB-17 标准曲线：5 点 固体废物 0.2-30 mg/L 固味浸出液 0.2-30 mg/L
酚类		HJ 711-2014 固体废物 酚类化合物的测定 气相色谱法	*前处理：索氏/超声/加压流体/浸出 色谱柱：DB-1 或 DB-17 标准曲线：5 点，1-100 mg/L

表 19. 固体废物检测 LC 解决方案

检测项目	仪器	参照标准	方法细节
多环芳烃		HJ 892-2017 固体废物 多环芳烃的测定 高效液相色谱法	*前处理：萃取、浓缩、净化、氮吹 色谱柱：C18 检测器：紫外或荧光 标准曲线：5 点，0.5-5 mg/L
硝基芳烃 硝基胺	LC	固体废物 硝基芳烃和硝基胺的测定 高效液相色谱法	*前处理：超声萃取 色谱柱：C18，(CN 确证) 检测器：紫外 标准曲线 5 点 固体定是限：0.25 µg/kg-2.2 µg/kg
氨基甲酸酯 农药		固体废物 氨基甲酸酯类农药的测定柱后衍生-液相色谱法（征求意见稿）	*前处理：萃取、浓缩、净化、氮吹 色谱法：氨基甲酸专用柱 C18 检测器：荧光 衍生试剂：邻苯二醛 标准曲线：5 点，0.1-5 mg/L

总结

安捷伦提供的解决方案完全符合 GB、HJ 标准的要求，为固体废物的质量控制、污染控制，以及新兴化合物的监测等提供坚实的技术支持。我们的解决方案涵盖了样品前处理、报告、服务等，是客户的忠诚合作伙伴。

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2018
2018年9月15日，中国出版
5994-0203ZHCN

