

## 测试报告

样品信息			
样品名称	水	项目编号	SHZ-20240313-001
样品批号	/	样品性状	/
收样日期	2024/03/8	测试期间	2024/03/08-2024/03/27
标样信息			
名称	规格	数量	
环氧氯丙烷	10mg	1	
实验要求			
使环氧氯丙烷正常出峰，且线性良好			
参考方法			
GB/T 5750.8-2023			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
二氯甲烷	色谱级	月旭	
仪器信息			
仪器厂家	仪器型号		
岛津	GC-MS		

## 1. 试验过程

## 1.1 色谱条件

色谱柱:	WM-INO-WAX (30m*0.25mm, 0.25 $\mu$ m)		
柱温:	速率 (°C/min)	温度 (°C)	保持时间 (min)
	10	40 130	1 1
进样口:	200°C		
载气:	高纯氦气 (纯度>99.999%)		
流速:	1.0 mL/min		
分流比:	3: 1		
进样量:	1.0 $\mu$ L		

声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园·紫荆园 10 号楼

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add: 江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel: 400-810-6969

第 1 页 共 6 页

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500

注意事项：

/

## 1.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源（EI）
电离能量	70eV
传输线温度	150℃
离子源温度	230℃
四极杆温度	150℃
监测模式	全模式扫描（SCAN）/选择离子扫描（SIM） 1（特征离子 57、49、62）
溶剂延迟	4min

## 1.3 样品溶液配置

固相萃取柱 1：使用 SPE 固相萃取小柱 C18E（500mg/mL）

固相萃取柱 2：使用 SPE 固相萃取小柱 BRP（500mg/mL）

1、加标样品：用甲醇和水活化小柱 3 次，每次 6mL；分别上样 1L、30mL（C18E 加标量均为 40ng；BRP 加标量均为 20ng）进行对比测试；

2、空白样品：用甲醇和水活化小柱 3 次，分别上样 1L、30mL。

上样后负压抽干，用 12mL 二氯甲烷洗脱，洗脱液可能存在水在上层，加入 2g 无水硫酸钠，振荡 1min，离心 5000r/min，5min；取出再用 3mL 二氯甲烷润洗含有无水硫酸钠的离心管，合并至一起。37℃氮吹至 1mL，上机待测。

3、二氯甲烷洗脱能力测试：用甲醇和水活化小柱 2 次，用乙腈活化 2 次，每次 6mL；上样 8mL 二氯甲烷（加标量为 20ng）

收集洗脱液，再用 4mL 二氯甲烷合并收集，37℃氮吹至 1mL，上机待测。

## 1.3 标准溶液配置

标准储备液（10mg/mL）：称取 10mg N-亚硝胺，用二氯甲烷定容至 1mL；

标准中间液（100mg/L）：取 50uL 标准储备液，加丙酮定容至 5mL；

标准使用液（10mg/L）：取 1mL 标准储备液，加丙酮定容至 10mL。

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

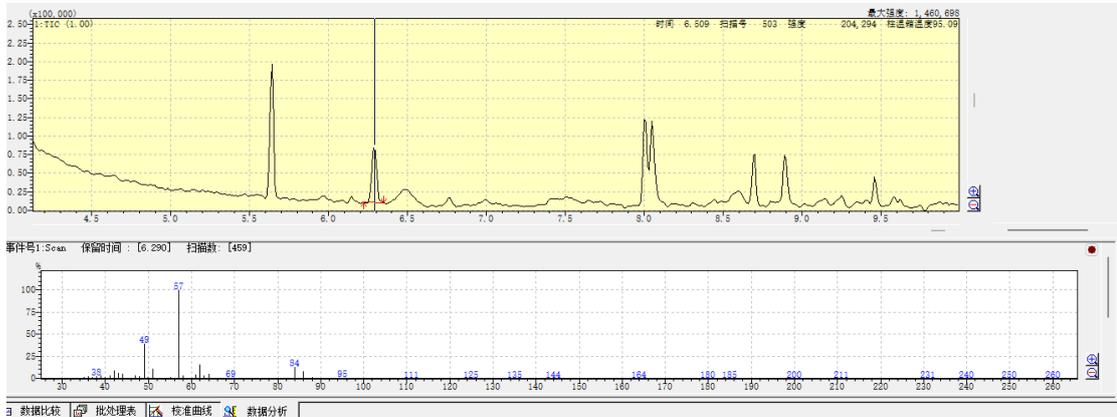
Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

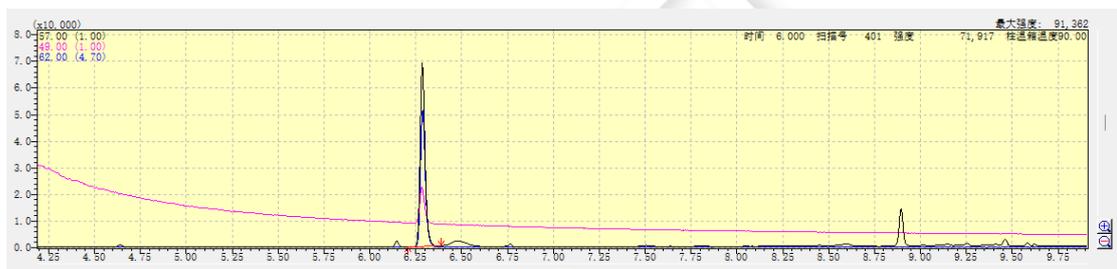


## 2. 谱图和数据

### (1) 200ppb-Scan



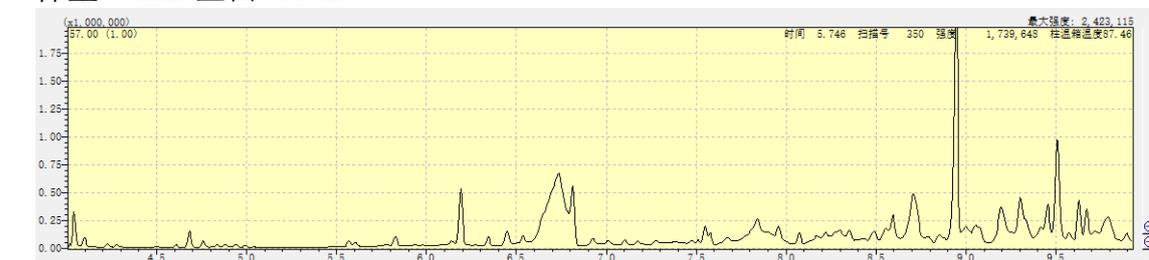
### (2) 200ppb-SIM



### (3) 上样量 1L-空白-C18E

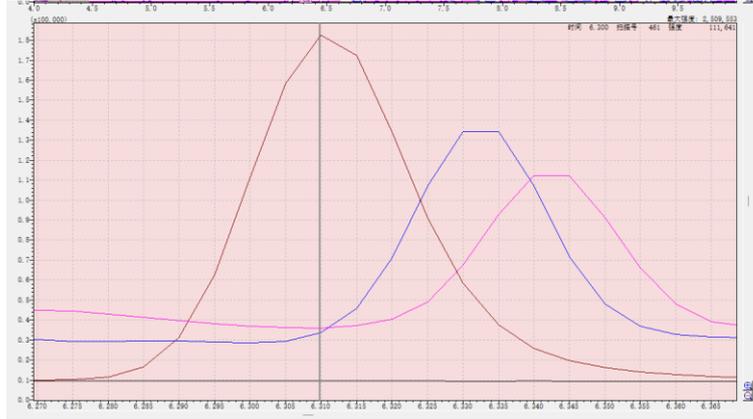


### (4) 上样量 30mL-空白-C18E

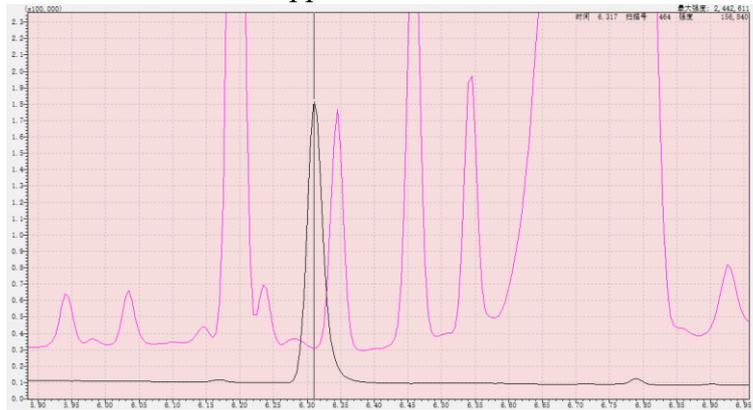


### (5) 两个空白（红蓝）与 STD-400ppb（棕）叠图-C18E

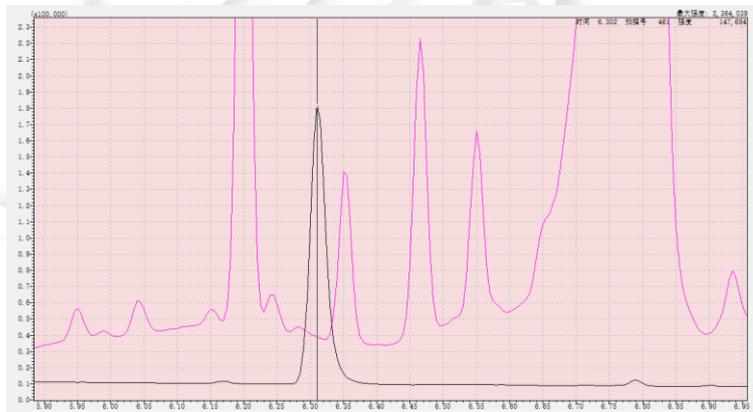




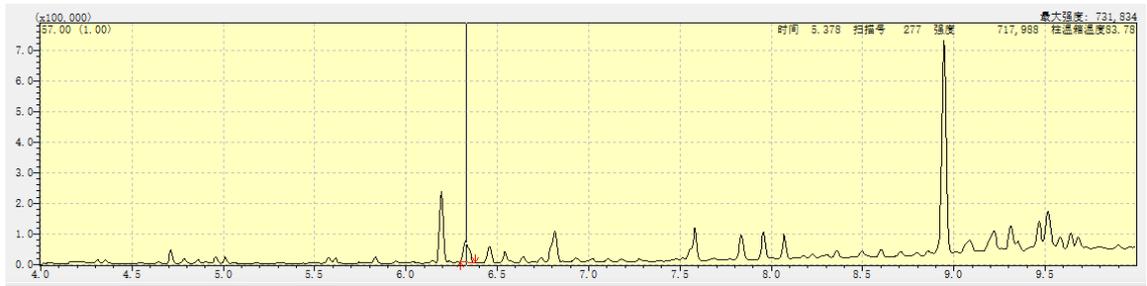
(6) 上样量 1L (红) 加标样与 STD-400ppb (黑) 叠图-C18E



(7) 上样量 30mL (红) 加标样与 STD-400ppb (黑) 叠图-C18E



(8) 二氯甲烷洗脱能力测试-C18E



定性表

打印(P) 编辑(E) 视图(V) 相似度检索(S)

峰号	保留时间	开始时间	结束时间	m/z	峰面积	峰面积%	峰高	峰高%	A/H	标记	名称
1	6.326	6.300	6.380	57.00	143638	100.00	67828	100.00	2.12	MI	

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

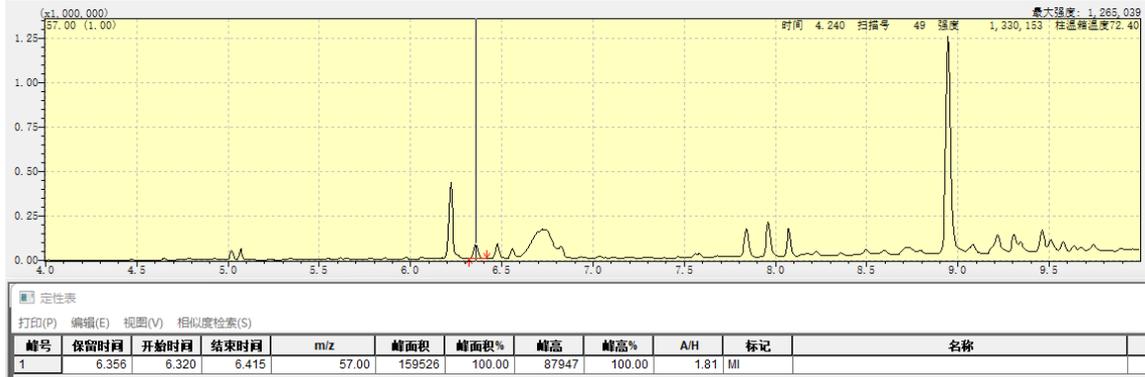
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

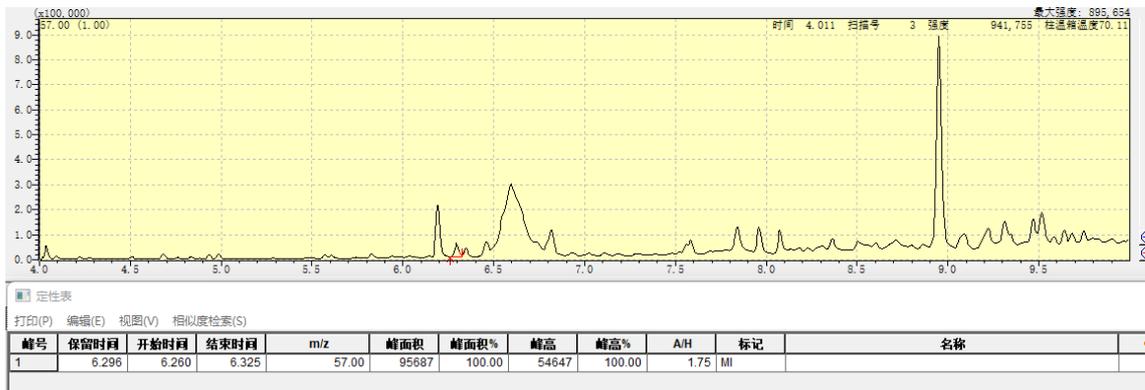
Tel:400-810-6969



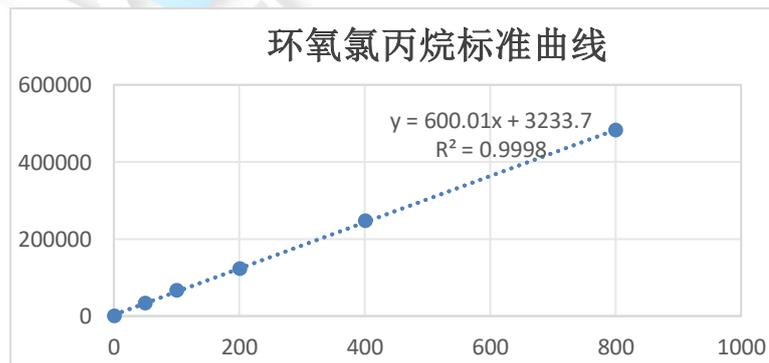
(9) 二氯甲烷洗脱能力测试-BRP



(10) 加标样 (0.2mg/mL) -BRP



标准溶液	ug/mL (SIM 定量离子 57)					
STD	0	50	100	200	400	800
峰面积	0	33626	65670	122139	246357	481631



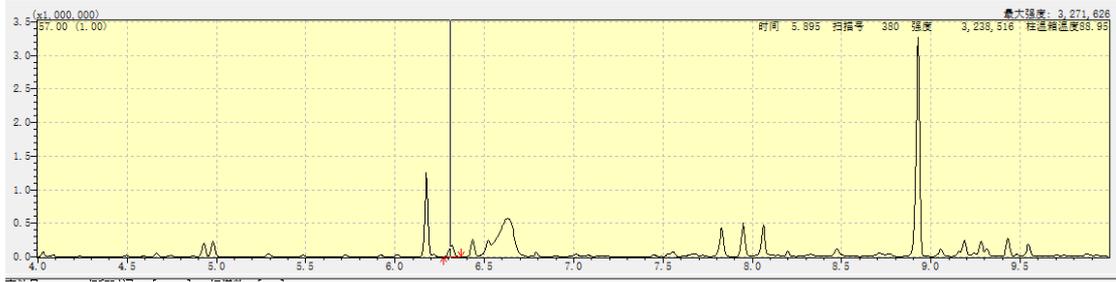
洗脱能力测试 (200ng/mL)				
	200ppb	C18E 二氯甲烷洗脱能力测试	BRP 二氯甲烷洗脱能力测试	BRP 加标
峰面积	153686	143638	159526	95687
回收率	/	93.46%	103.80%	62.26%

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。  
 Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼  
 Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号  
 Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼  
 Tel:400-810-6969



(11) 氮吹验证

方法：加入 200uL，2mg/L 的环氧氯丙烷标准溶液，用二氯甲烷稀释至 12mL，氮吹至 1mL。



进样浓度：400ppb 峰面积：246445 STD-400ppb:246357

3. 结论

用月旭 WM-INO-WAX (30m\*0.25mm, 0.25μm) 在此色谱条件下，环氧氯丙烷的峰形较好，且线性良好  $R^2=0.9998$ ，验证二氯甲烷洗脱能力 C18E 回收率为 93.46%，BRP 洗脱能力回收率为 103.80%，使用固相萃取小柱 C18E 加标样品无回收率，BPR 加标样品回收率为 62%，氮吹对环氧氯丙烷响应无影响，但是过程会引入较多杂质，综上所述可得回收率损失主要源于上样过程。

报告人：Sally shawn

审核人:Tim

日期:2024/03/31

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

