

USEPA 方法 3640A

凝胶渗透色谱净化

凝胶渗透色谱（GPC）是一种采用有机溶剂和疏水性的凝胶分离人工合成大分子的尺寸排斥的净化过程。GPC 主要用于从样品中去除油脂、聚合物、共聚物、蛋白质、天然树脂和聚合物、多孔物质、病毒和类固醇，并且从样品中分离开大分子质量的物质。GPC 适用于极性和非极性分析物；因此，它能够有效地用于净化含有各种分析物质的萃取液。方法 3640A 阐述了净化含有 RCRA 附录 VIII 和附录 IX 列表中的分析物的样品萃取液的工作指南。



方法 3640A

凝胶渗透色谱净化

1.0 范围和应用

1.1 凝胶渗透色谱 (GPC) 是一种采用有机溶剂和疏水性的凝胶分离人工合成大分子的尺寸排斥的净化过程 (1)。填充的凝胶是多孔的, 根据其孔的尺寸决定了它的范围和特性 (排斥范围)。在选择凝胶的过程中, 排斥范围必须大于被分离物质的分子的分子尺寸 (2)。这个方法指定采用一种交联的二乙烯苯-苯乙烯共聚物 (SX-3 凝胶或者类似物质)。

1.2 净化的一般应用 - GPC 主要用于从样品中去除油脂、聚合物、共聚物、蛋白质、天然树脂和聚合物、多孔物质、病毒和类固醇, 并且从样品中分离开大分子质量的物质。GPC 适用于极性和非极性分析物; 因此, 它能够有效地用于净化含有各种分析物质的萃取液。

1.3 特殊应用 - 这个方法阐述了净化含有 RCRA 附录 VIII 和附录 IX 列表中的分析物的样品萃取液的工作指南。

物质名称	中文名称	CAS 编码 ^a
Acenaphthene	萘嵌戊烷	83-32-9
Acenaphthylene	萘嵌戊烯	208-96-8
Acetophenone	苯乙酮	98-86-2
2-Acetylaminofluorene	2-乙酰氨基苻	53-96-3
Aldrin	艾氏剂	309-00-2
4-Aminobiphenyl	4-氨基联苯	92-67-1
Aniline	苯胺	62-53-3
Anthracene	蒽	120-12-7
Benomyl	苯菌灵	17804-35-2
Benzenethiol	苯硫酚	108-98-5
Benzidine	联苯胺	92-87-5
Benz(a)anthracene	苯并[a]蒽	56-55-3
Benzo(b)fluoranthene	苯并[b]荧蒽	205-99-2
Benzo(a)pyrene	苯并[a]芘	50-32-8
Benzo(ghi)perylene	苯并[ghi]芘	191-24-2
Benzo(k)fluoranthene	苯并[k]荧蒽	207-08-9
Benzoic acid	安息香酸	65-85-0
Benzotrichloride	三氯甲苯	98-07-7
Benzyl alcohol	苯甲醇	100-51-6
Benzyl chloride	氯化苻	100-44-7
Alpha-BHC	α-六六六	319-84-6

物质名称	中文名称	CAS 编码 ^a
Beta-BHC	β-六六六	319-85-7
Gamma-BHC	林丹	58-89-9
Delta-BHC	δ-六六六	319-86-8
4-Bromophenyl phenyl ether	4-溴苯基醚	101-55-3
Butyl benzyl phthalate	酞酸丁苄酯	85-68-7
2-sec-butyl-4,6-dinitrophenol (Dinoseb)	地乐酚(除草剂)	88-85-7
Carbazole	咔唑	86-74-8
Carbendazim	多菌灵	10605-21-7
Alpha-Chlordane	α-氯丹	5103-71-9
Gamma-Chlordane	β-氯丹	5566-34-7
4-Chloro-3-methylphenol	4-氯-3-甲基苯酚	59-50-7
4-Chloroaniline	对氯苯胺	106-47-8
Chlorobenzilate	克氯苯	510-15-6
Bis(2-chloroethoxy)methane	双(2-氯乙氧基)甲烷	111-91-1
Bis(2-chloroethyl)ether	双(2-氯乙基)醚	111-44-4
Bis(2-chloroisopropyl)ether	双(2-氯异丙基)醚	108-60-1
2-Chloronaphthalene	2-氯萘	91-58-7
2-Chlorophenol	2-氯酚	95-57-8
4-Chlorophenol	4-氯酚	106-48-9
3-Chlorophenol	3-氯酚	108-43-0
4-Chlorophenyl phenyl ether	4-氯苯基苯基醚	7005-72-3
3-Chloropropionitrile	3-氯丙腈	542-76-7
Chrysene	屈	218-01-9
2-Cresol	2-甲酚	95-48-7
3-Cresol	3-甲酚	108-39-4
4-Cresol	4-甲酚	106-44-5
Cyclophosphamide	环磷酰胺	50-18-0
DDD	滴滴滴	72-54-8
DDE	滴滴伊	72-55-9
DDT	滴滴涕	50-29-3
Di-n-butyl phthalate	邻苯二甲酸二丁酯	84-74-2
Diallate	燕麦敌	2303-16-4
Dibenzo(a, e)pyrene	二苯并芘(a, e)	192-65-4
Dibenzo(a, i)pyrene	二苯并芘(a, i)	189-55-9
Dibenz(a, j)acridine	二苯吖啶	224-42-0
Dibenz(a, h)anthracene	二苯并蒽	53-70-3
Dibenzofuran	二苯并呋喃	132-64-9
Dibenzothiophene	二苯并噻吩	132-65-0
1,2-Dibromo-3-chloropropane	1,2-二溴-3-氯丙烷	96-12-8
1,2-Dibromoethane	1,2-二溴乙烷	106-93-4
trans-1,4-Dichloro-2-butene	反-1,4-二氯-2-丁烯	110-57-6

物质名称	中文名称	CAS 编码 ^a
cis-1,4-Dichloro-2-butene	1,4-二氯-2-丁烯	1476-11-5
1,2-Dichlorobenzene	1,2-二氯苯	95-50-1
1,3-Dichlorobenzene	1,3-二氯苯	106-46-7
1,4-Dichlorobenzene	1,4-二氯苯	541-73-1
3,3-Dichlorobenzidine	3,3-二氯联苯胺	91-94-1
2,6-Dichlorophenol	2,6-二氯苯酚	87-65-0
2,4-Dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D)	2,4-二氯苯氧乙酸	94-75-7
2,4-Dichlorophenol	2,4-二氯苯酚	120-83-2
2,4-Dichlorotoluene	2,4-二氯甲苯	95-73-8
1,3-Dichloro-2-propanol	1,3-二氯-2-丙醇	96-23-1
Dieldrin	地特灵	60-57-1
Diethyl phthalate	酞酸二乙酯	84-66-2
Dimethoate	乐果	60-51-5
Dimethyl phthalate	避蚊酯	131-11-3
p-Dimethylaminoazobenzene	对一二甲胺基偶氮苯	60-11-7
7,12-Dimethyl-benz(a)anthracene	7,12-二甲基苯蒽	57-97-6
2,4-Dimethylphenol	2,4-二甲酚	105-67-9
3,3-Dimethylbenzidine	3,3-二甲基联苯胺	119-93-7
4,6-Dinitro-o-cresol	4,6-二硝基邻甲基苯酚钠	534-52-1
1,3-Dinitrobenzene	1,3-二硝基苯	99-65-0
2,4-Dinitrophenol	2,4-二硝基苯酚	51-28-5
2,4-Dinitrotoluene	2,4-二硝基甲苯	121-14-2
2,6-Dinitrotoluene	2,6-二硝基甲苯	606-20-2
Diphenylamine	二苯胺	122-39-4
Diphenyl ether	二苯醚	101-84-8
1,2-Diphenylhydrazine	1,2-二苯肼	122-66-7
Disulfoton	乙拌磷	298-04-4
Endosulfan sulfate	硫酸硫丹	1031-07-8
Endosulfan I	硫丹 I	959-98-8
Endosulfan II	硫丹 II	33213-65-9
Endrin	安特灵	72-20-8
Endrin aldehyde	异狄士醛	7421-93-4
Endrin ketone	异狄士酮	53494-70-5
Ethyl methane sulfonate	乙基甲磺酸	62-50-0
Ethyl methacrylate	甲基丙烯酸乙酯	97-63-2
Bis(2-ethylhexyl)phthalate	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	117-81-7
Famphur	氨磺磷	52-85-7
Fluorene	芴	86-73-7
Fluoranthene	莹蒽	206-44-0
Heptachlor	七氯	76-44-8
Heptachlor epoxide	环氧七氯	1024-57-3

物质名称	中文名称	CAS 编码 ^a
Hexachlorobenzene	六氯苯	118-74-1
Hexachlorobutadiene	六氯丁二烯	87-68-3
Hexachlorocyclopentadiene	六氯环戊二烯	77-47-4
Hexachloroethane	六氯乙烷	67-72-1
Hexachloropropene	六氯丙烯	1888-71-7
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	茛并[1,2,3-cd]芘	193-39-5
Isodrin	异艾剂	465-73-6
Isophorone	异佛尔酮	78-59-1
cis-Isosafrole	顺式异黄樟素	17627-76-8
trans-Isosafrole	反式异黄樟素	4043-71-4
Kepone	开蓬	143-50-0
Malononitrile	丙二腈	109-77-3
Merphos	脱叶亚磷	150-50-5
Methoxychlor	甲氧滴滴涕	72-43-5
3-Methylcholanthrene	3-甲基胆蒎	56-49-5
2-Methylnaphthalene	2-甲基萘	91-57-6
Methyl parathion	甲基对硫磷	298-00-0
4,4'-Methylene-bis(2-chloroaniline)	二氯二胺基苯化甲烷	101-14-4
Naphthalene	萘	91-20-3
1,4-Naphthoquinone	1,4-萘	130-15-4
2-Naphthylamine	2-萘胺	91-59-8
1-Naphthylamine	1-萘胺	134-32-7
5-Nitro-o-toluidine	5-硝基邻甲苯胺	99-55-8
2-Nitroaniline	2-硝基苯胺	88-74-4
3-Nitroaniline	3-硝基苯胺	99-09-2
4-Nitroaniline	4-硝基苯胺	100-01-6
Nitrobenzene	硝基苯	98-95-3
2-Nitrophenol	2-硝基苯酚	79-46-9
4-Nitrophenol	4-硝基苯酚	100-02-7
N-Nitrosodi-n-butylamine	N-亚硝基二正丁基胺	924-16-3
N-Nitrosodiethanolamine	二乙醇-N-亚硝胺	1116-54-7
N-Nitrosodiethylamine	二乙基-N-亚硝胺	55-18-5
N-Nitrosodimethylamine	N-亚硝基二甲胺	62-75-9
N-Nitrosodiphenylamine	N-亚硝基二苯胺	86-30-6
N-Nitrosodi-n-propylamine	N-亚硝基正丙胺	621-64-7
N-Nitrosomethylethylamine	N-亚硝基甲基乙基胺	10595-95-6
N-Nitrosomorpholine	N-亚硝基吗啉	59-89-2
N-Nitrosopiperidine	N-亚硝基哌啶	100-75-4
N-Nitrosopyrrolidine	N-亚硝基吡咯烷	930-55-2
Di-n-octyl phthalate	邻苯二甲酸正辛酯	117-84-0
Parathion	对硫磷	56-38-2

物质名称	中文名称	CAS 编码 ^a
Pentachlorobenzene	五氯苯	608-93-5
Pentachloroethane	五氯乙烷	76-01-7
Pentachloronitrobenzene (PCNB)	五氯硝基苯	82-68-8
Pentachlorophenol	五氯酚	87-86-5
Phenacetin	非那西丁	62-44-2
Phenanthrene	菲	85-01-8
Phenol	酚	108-95-2
1,2-Phenylenediamine	邻苯二胺	95-54-5
Phorate	甲拌磷	298-02-2
2-Picoline	2-甲基吡啶	109-06-8
Pronamide	拿草特	23950-58-5
Pyrene	芘	129-00-0
Resorcinol	间苯二酚	108-46-3
Safrole	黄樟脑	94-59-7
1,2,4,5-Tetrachlorobenzene	1,2,4,5-四氯苯	95-94-3
2,3,5,6-Tetrachloronitrobenzene	2,3,5,6-四氯硝基苯	117-18-0
2,3,5,6-Tetrachlorophenol	2,3,5,6-四氯酚	935-95-5
2,3,4,6-Tetrachlorophenol	2,3,4,6-四氯酚	58-90-2
Tetraethyl dithiopyrophosphate (Sulfotep)	二硫代焦磷酸四乙酯	3689-24-5
Thiosemicarbazide	氨基硫脲	79-19-6
2-Toluidine	2-氨基甲苯	106-49-0
4-Toluidine	4-氨基甲苯	95-53-4
Thiourea, 1-(o-chlorophenyl)	1-邻氯苯硫	5344-82-1
Toluene-2,4-diamine	甲苯-2,4-二胺	95-80-7
1,2,3-Trichlorobenzene	1,2,3-三氯苯	87-61-6
1,2,4-Trichlorobenzene	1,2,4-三氯苯	120-82-1
2,4,6-Trichlorophenol	2,4,6-三氯酚	88-06-2
2,4,5-Trichlorophenol	2,4,5-三氯酚	95-95-4
2,4,5-Trichlorophenoxyacetic acid(2,4,5-T)	三氯苯氧基乙酸, 245 涕	93-76-5
2,4,5-Trichlorophenoxypropionic acid(2,4,5-TP)		93-72-1
Warfarin	华法林	81-81-2

^a 化学摘要服务注册编号

表 1 显示了这些分析物的平均百分回收率和百分相对标准偏差数据，以及每个分析物在同一个 GPC 系统上的保留体积。保留体积在不同的柱子上是不同的。图 1 提供了一些确定种类的物质的保留体积的补充信息。在这些数据中，半挥发性物质采用 GC/MS 检测，而农残的数据由 GC/ECD 或者 GC/FPD 检测得到。一些 GC 不能检测的物质由 HPLC 得到结果。虽然如此，其它一些分析物也可以采用这项技术，通过 GPC 的回收率大于 70%。

1.4 通常，这个方法用于去除冷凝在气相色谱仪注入区域或者 GC 柱子前端的高沸点物质，是最有效的。由于这些残留物质吸附活性点位置的目标物质，最终将降低色谱的分离效率以及柱子的效率。五氯酚对于这个问题是尤其敏感的。基于尺寸排斥原理的 GPC，通常不会去除色谱中出现的干扰峰，因为这些物质的分子尺寸类似于目标分析物。而基于其它分子特性（例如，极性）的分离净化技术，可以用于消除这类的干扰。

2.0 方法总结

2.1 柱子由指定体积的、经过预先浸泡膨胀过的吸附剂填充，并且采用溶剂冲洗一定时间而成。经过校准后的柱子就可以装载样品萃取液进行净化了。采用适当的溶剂进行淋洗后再经过浓缩得到最终的溶液。

3.0 干扰

3.1 在使用这个方法之前，需要分析一个含有这些物质的试剂空白。在采用这个方法分析实际样品之前，干扰物的浓度必须低于需要分析的物质的评估的定量限（EQL）。

3.2 超过这个方法中规定的、范围更广的分析，可能有必要进行试剂的纯化。

4.0 设备

4.1 凝胶渗透色谱系统 - 系统需要配置如下的部件 - 一台 HPLC 泵，一台自动进样器或者是一个转换阀系统（带采样环）和一个分段收集器。所有的系统，不管是自动的还是手动的，必须满足 7.2.2 节中规定的校准要求。

4.1.1 色谱柱 - 700mm X 25mm 内径的玻璃柱。流动方向为向上。（选配）为了简化从紫外检测器（在校准过程中）到 GPC 收集装置（萃取液净化过程）的转换，连接一个双级三通阀（Rheodyne 50 型 Teflon 旋转阀 #10-262 或者类似产品），以便使柱子的流出物既可以到达紫外检测器的流通池，也可以到达 GPC 的收集装置。

4.1.2 保护柱 - （选配）5cm，采用适当的接头连接到分离柱的入口（Supelco 5-8319 型或者类似产品）。

4.1.3 凝胶（SX-3） - 200-400 目，70 克（Bio-Rad 实验室公司，Richmond, CA，部件号 152-2750 或者类似产品）。如果需要保护柱的话，额外准备 5 克凝胶。每批凝胶的质量是不同的，有些批次的凝胶是格外精细的。校准溶液的紫外色谱图形需要类似于图 2 中的图形，回压需要控制在 6 至 10 psi 之间。还有，凝胶在二氯甲烷中的膨胀比需要处于 4.4 - 4.8mL/克。格外精细的凝胶有害于色谱性能，它们会穿过柱子的屏蔽，从而损坏阀。

4.1.4 紫外检测器 - 固定波长（254nm）带半比较式流通池。

4.1.5 卷纸记录仪，记录积分仪或者实验室数据系统。

4.1.6 注射器 - 10mL 带 Luerlok 接口。

4.1.7 注射器过滤组件，一次性 - Bio-Rad “Prep Disc” 式样品过滤器 #343-0005，25mm、5 μm 滤片或者类似产品。检查每一个批次的污染物。如果需要的化，在使用之前用二氯甲烷清洗过滤器。

4.2 分析天平 - 0.0001 克。

4.3 容量瓶，A 级 - 10mL 至 1000mL。

4.4 量筒。

5.0 试剂

5.1 二氯甲烷， CH_2Cl_2 - 农残级或者类似级别。

5.1.1 一些品牌的二氯甲烷可能含有不可接受的高浓度酸 (HCl)。摇匀等量的二氯甲烷和水，然后检查水相的 pH 值。

5.1.1.1 如果水相的 $\text{pH} \leq 5$ ，将整个溶剂通过一根填充活性碱性氧化铝的 2 英寸 * 15 英寸的玻璃柱进行过滤。这根柱子足够处理大约 20-30 升的溶剂。另外，也可以使用其它厂家的二氯甲烷。

5.2 环己胺， C_6H_{12} - 农残级或者类似级别。

5.3 正丁基氯， $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$ - 农残级或者类似级别。

5.4 GPC 校准溶液 - 制备一个含有如下分析物的二氯甲烷基体的校准溶液（按照淋洗顺序）：

<u>物质名称</u>	<u>中文名称</u>	<u>浓度, mg/L</u>
Corn oil	玉米油	25,000
bis(2-ethylhexyl) phthalate	邻苯二甲酸酯	1000
methoxychlor	甲氧滴滴涕	200
perylene	二萘嵌苯	20
sulfur	硫	80

注意：硫不溶于二氯甲烷，但是，它溶于热的玉米油。因此，首先称重玉米油，加热它，然后将称重后的硫加入到热的玉米油中。混匀后与其它校准物质一同转入装有二氯甲烷的容量瓶中。

存储校准溶液于带有 Teflon 涂层的螺纹盖子的深色玻璃瓶中，冷藏于 4° C，避光保存。（冰箱保存可能导致玉米油发生沉淀。使用之前，使校准溶液处于室温直到玉米油完全溶解）每 6 个月重新制备

校准溶液，如果需要的话，可以缩短制备周期。

5.5 玉米油加标，用于重量分析。在二氯甲烷中加入玉米油以制备这份溶液（5mg/100 μ L）。

6.0 样品收集、保存和处理

6.1 参考本章中的介绍性资料，有机分析物，4.1 节。

7.0 过程

7.1 在整个 GPC 的运行过程中，保持实验室温度的恒定长达 24 小时或更长，是十分重要的。如果温度不恒定，保留时间将发生漂移，通过校准标样检测得到的排放和收集时间也不再是适当的了。保持二氯甲烷有效除气的理想的实验室温度是 22.2° C (72° F)。

7.2 GPC 的设置和校准

7.2.1 柱子的制备

7.2.1.1 称重 70 克凝胶（SX-3）。将其倒入一个带 Teflon 涂层盖子的 1 升左右的瓶中，或者一个带大孔旋塞阀的 500mL 分液漏斗中，加入大约 300mL 二氯甲烷。搅拌整个容器使所有的凝胶完全被湿化。使凝胶膨胀至少两个小时。任何时候都要保证有足够的溶剂能够覆盖住凝胶。如果使用保护柱的话，将 5 克凝胶置于 125mL 的瓶子或者烧杯中，加入 25mL 二氯甲烷重复上述的过程。

7.2.1.2 将柱子由正常位置头向下，取下入口处的混床支持活塞杆（入口活塞杆比出口活塞杆长一些）。定位并且拧紧出口混床支持活塞杆于尽可能接近末端的位置，但是不要少于 5cm（从凝胶填充位置量到压圈处）。

7.2.1.3 用溶剂清洗出口管的末端并保持溶剂于 GPC 柱子中，如果连接了旋塞阀的话，关闭柱子出口处的旋塞阀。保持少量的溶剂于柱子中，这样一来，当填充柱子时使气泡的生成最小。

7.2.1.4 搅拌凝胶和溶剂以得到均匀的混合物，如果在瓶子中已经完全湿化了，将其快速地倒入一个带大孔旋塞阀的 500mL 分液漏斗中。将多余的二氯甲烷直接倒入盛放废液的烧杯中，然后将分液漏斗的末端靠近柱子的内壁，开始将凝胶转入柱子中。这将使气泡的生成最少。偶尔搅拌一下以保证其混合均匀。将其完全填入柱子。将柱子的出口管线放入置于柱子下面的一个废液烧杯中，打开旋塞阀（如果有的话）使多余的溶剂排放掉。清洗管子直到流动停止，当顶部的凝胶开始变干时关闭旋塞阀。再加入适量的二氯甲烷以湿化凝胶。

7.2.1.5 用实验室纸巾擦净柱子上端内部的凝胶和溶剂。稍稍拧松活塞杆的密封装置（长活塞杆），将其插入柱子。确认密封垫紧到玻璃表面的凝胶能够向前压，但是又能够松到使活塞杆能够向前压。

警告：如果凝胶处于密封垫和玻璃表面之间，请不要拧紧密封，因为这将损坏密封，导致泄漏。

7.2.1.6 尽可能不要施加任何大的力量以压缩柱子。拧松密封并慢慢地拔出活塞杆。清洗并擦净活塞杆。将沾附的凝胶重新倒入柱子。重复 7.2.1.5 中的步骤并且重新插入活塞杆。如果活塞杆不能插入或者向下压的话，注意不要使凝胶进入到密封位置的上边，不要拧紧密封连续地压缩凝胶，如上所述，拧松并且取出活塞杆。重复这个过程直到活塞杆被成功地插入。

7.2.1.7 向下压活塞杆使其接触到凝胶，然后压缩柱填充大约 4 厘米。

7.2.1.8 用大约 5 克经过膨胀的凝胶填充选配 5cm 保护柱（不同的保护柱可能需要不同的质量）。连接保护柱到分析柱的入口。

7.2.1.9 连接柱子的入口到盛放溶剂的容器中（容器需要放在高于柱子顶部的位置），将柱子的出口放入一个废液烧杯中。在出口管位置连接一个限流管以强迫空气更快速地从柱子中排放掉。这个限流管可以用一段 1/16 英寸外径 X 10/1000 英寸内径 X 2 英寸长的不锈钢管制成。以 5mL/min 的速度泵二氯甲烷通过柱子大约 1 小时。

7.2.1.10 清洗柱子大约 1 小时后，连接柱子的出口管，不包括限流管，到紫外检测器的入口处。连接系统的出口到紫外检测器的出口。在紫外检测器的出口连接一根限流管（与 7.2.1.9 中的尺寸相同），将使导致紫外信号基线噪声的气泡减少到最少。再泵入二氯甲烷通过柱子大约 1-2 个小时，调整入口处的支持活塞杆，直到得到大约 6-10psi 的回压。向内压活塞杆将增加压力，反之，慢慢地向外拉出活塞杆将降低压力。

7.2.1.11 如果 GPC 柱子几天不用的话，将柱子的出口管线连接到入口处以避免柱子干燥和/或产生内部的通路。如果产生了内部的通路，必须将凝胶从柱子中取出，重新膨胀，在按照上述的步骤重新填充。如果出现了干燥的现象，将二氯甲烷泵入柱子，直到柱压恒定并且柱子完全被湿化了。如果发生了干燥现象后，必须重新校准柱子以验证保留体积没有发生改变。

7.2.2 校准 GPC 柱子

7.2.2.1 用一个 10mL 注射器，将校准溶液（5.6 节）装载到采样环。对于 5mL 采样环，至少需要 8mL 的校准溶液。保持稳定的、连续的压力将样品压入采样环。转换阀位置使 GPC 流向紫外检测器的流通池。

7.2.2.2 注入校准溶液从而得到一幅紫外的波形，显示了每个物质中的各个被分离的峰。调节检测器和/或记录仪的灵敏度以得到类似于图 2 中显示的紫外图形，并且满足下面的要求。由于不同厂家的池体积和检测器的灵敏度是不同的，可能需要稀释校准溶液以得到相似的结果。一台分析仪用的流通池式检测器相比于半比较式流通池，只需要较为稀释的溶液，因此分析仪用的流通池是不适用于这项应用的。

7.2.2.3 遵照下面的判据以评估检查柱子情况的紫外谱图。

- 7.2.2.3.1 校准溶液中所有物质的峰都是能够观察到的，且是对称的。
- 7.2.2.3.2 玉米油和邻苯二甲酸酯之间的峰必须具备>85%的分辨率。
- 7.2.2.3.3 邻苯二甲酸酯和甲氧滴滴涕的峰之间必须具备>85%的分辨率。
- 7.2.2.3.4 甲氧滴滴涕和二萘嵌苯的峰之间必须具备>85%的分辨率。
- 7.2.2.3.5 二萘嵌苯和硫的峰不能饱和，且之间必须具备>90%的基线分辨率。

7.2.2.4 半挥发性物的校准 - 利用从紫外图形得到的信息，建立适当的收集和排放时间周期，以确保能够收集到所有的目标分析物。柱子洗脱液的起始收集时间是在邻苯二甲酸酯开始洗脱之前，或者是玉米油洗脱之后。停止收集时间是在二萘嵌苯刚刚被洗脱出来之后的时刻。收集需要在硫被洗脱出来之前停止。每个实验室需要建立其各自的时间程序。参考图 2 中关于保留时间的一般指南。图 1 列出了不同种类分析物质的保留体积。

7.2.2.5 有机氯农残/多氯联苯的校准 - 确定出来邻苯二甲酸酯、甲氧滴滴涕、二萘嵌苯和硫的洗脱时间。选择排放时间是在去除掉超过 85%的邻苯二甲酸酯、收集到超过 95%的甲氧滴滴涕的时刻。停止收集时间是在二萘嵌苯被洗脱出来，但是硫开始洗脱之前的时刻。

7.2.2.6 验证柱子洗脱收集的流速，收集洗脱液于一个量筒大约 10 分钟，测量其体积，大约为 45-55mL (4.5-5.5 mL/min)。如果流速超过这个范围，必须按照上述的方法调整它。一旦流速处于 4.5-5.5 mL/min 范围之内，记录柱子的压力（需要处于 6-10 psi）和室温。压力的改变、溶剂的流速以及室温将影响分析物的保留时间，必须进行监测。如果流速和/或柱压不在上述范围之内，需要重新制备一根新柱。而紫外的谱图不满足 7.2.2.3 中规定的判据，同样表明需要重新制备一根新柱。如果柱子不满足所有的判据，就需要购买一瓶新批号的凝胶。

7.2.2.7 当适当的收集和排放周期已经设置、溶剂流速和柱压建立起来之后，重新注入校准溶液。

7.2.2.7.1 测量和记录收集于量筒中的 GPC 收集液的体积。每个样品萃取物的 GPC 收集液的体积，可以用于证明在样品处理过程中，系统中是否存在问题。

7.2.2.7.2 邻苯二甲酸酯和二萘嵌苯的保留时间决不能超过校准数据的±5%，否则需要进行调整。保留时间过度漂移的原因可能是：

7.2.2.7.2.1 实验室的温度控制差或者系统存在泄漏。

7.2.2.7.2.2 柱子不稳定，需要再泵入二氯甲烷更长的时间或者过夜泵入。

7.2.2.7.2.3 实验室温度过高，导致二氯甲烷中出现气体。

7.2.2.8 装载 5mL 二氯甲烷到 GPC，并分析这个 GPC 空白。将系统在收集阶段收集到的二氯甲烷，采用 KD 蒸发浓缩仪浓缩。可以采用任何一种检测器分析这个浓缩液，用于未来样品分析的参考。如果需要的话，可以进行溶剂交换。如果空白值超过了被分析物质的评估定量限，再泵入二氯甲烷通过系统大约 1-2 个小时。再次分析这份 GPC 空白以确保系统是足够清洁的。如果需要的话，可以重复泵入二氯甲烷进行清洁。

7.3 萃取液的制备

7.3.1 调节萃取液的体积为 10.0 mL。萃取液的溶剂应该主要是二氯甲烷。所有其它的溶剂，例如，1:1 的二氯甲烷/丙酮，必须浓缩到 1 mL（如果形成了颗粒的话，尽可能更低一些）。然后用二氯甲烷稀释到 10.0 mL。在处理之前完全混匀样品。

7.3.2 连接一个安装了 5 μ m 过滤膜的注射器过滤器组件到一根 10 mL 过滤器上，过滤萃取液。将样品萃取液通过过滤器组件抽入到 10 mL 注射器内。在将样品萃取液转入一个小的玻璃容器（例如，一根带 Teflon 内衬螺纹盖子的 15 mL 的培养管）之前，取下过滤器组件。另外一个方法，不连接过滤器组件之前将萃取液抽入到注射器，然后连接过滤器组件，用力将萃取液穿过滤膜进入玻璃容器中。后一种方法对于粘稠的萃取液或者含有大量固体物质的萃取液更好。大于 5 μ m 的颗粒将划伤阀，导致系统泄漏以及采样环中的样品萃取液的交叉污染。而维修损坏的阀是相当昂贵的。

注意：样品萃取液的粘度不能超过 1:1 的水/甘油的粘度。超过这个粘度的样品需要稀释。

7.4 萃取液的蒸干

7.4.1 通过蒸干一份 100 μ L 的萃取液并称重这一沉积物质以决定溶解的沉积物的浓度，称为蒸干。装载到 GPC 柱子的沉积物的浓度不能超过 0.500 克。超过 0.500 克浓度，将导致萃取净化不彻底以及污染 GPC 的转换阀（进而导致样品萃取液的交叉污染）。

7.4.1.1 将 100 μ L 按照 7.3.2 节经过过滤后的萃取液转移到一个去除了毛重的铝称重盘上。

7.4.1.2 一种推荐的蒸发方法是使用一盏加热灯。在通风橱内设置一盏 250 瓦的加热灯，表面温度大约为 80-100° C（放热电偶于灯下的铝铂表面测量其温度）。用钳子夹着称重盘置于灯底下。在灯底下停留 1 分钟。将称重盘放入分析天平或者微量天平，称重以接近 0.1 毫克。如果沉积物的质量低于 100 毫克/100 μ L，则不需要再次称重了。如果沉积物质量超过 100 毫克/100 μ L，则将装有沉积物的称重盘放回到加热灯底下两次或者更多次的 0.5 分钟，检查是否已经得到了恒定的质量。在每次 0.5 分钟之后，且三次称重偏差小于 $\pm 10\%$ ，则表明已经得到了恒定的质量。

7.4.1.3 对于空白和加标样品重复上述的沉积物分析。加 100 μ L 用于样品萃取的二氯甲

烷于称重盘上进行上述的沉积物分析。加 100 μL 玉米油加标溶液 (5 毫克/100 μL) 到另一个称重盘上, 重复沉积物检测。

7.4.2 一份 10 毫克/100 μL 的萃取液沉积物质量代表了 5 mL 萃取液中含有 500 毫克的沉积物。超过 10 毫克/100 μL 沉积物质量的样品萃取液, 必须被稀释, 这样一来, 装载到 GPC 柱子的 5 mL 萃取液就不会超过 0.500 克了。当标记稀释体积时, 请注意最少需要 8 mL 体积。下面是一个计算公式, 用于当沉积物超过 10 毫克、需要稀释的时候。

$$Y \text{ mL 需要稀释的体积} = 10 \text{ mL 最终体积} * 10 \text{ 毫克最大质量} / X \text{ 毫克沉积物}$$

例如:

$$Y \text{ mL 需要稀释的体积} = 10 \text{ mL 最终体积} * 10 \text{ 毫克最大质量} / 15 \text{ 毫克沉积物}$$

$$Y \text{ mL 需要稀释的体积} = 6.7 \text{ mL}$$

因此, 按照 7.3.2 节抽取 6.7 mL 样品萃取液, 用二氯甲烷稀释到 10 mL, 这样一来, 装载到 GPC 柱子上的 5 mL 被稀释的萃取液就含有 0.500 克的沉积物质。

注意: 这个稀释因子必须包括在分析物浓度的最终计算中。在上面的例子中, 稀释因子是 1.5。

7.5 GPC 净化

7.5.1 至少每周按照 7.2.2 节至 7.2.2.6 节中陈述的过程校准 GPC。确认紫外谱图、流速和柱压的判据都是可接受的。而且, 与上次校准时的紫外谱图的保留时间的漂移必须小于 5%。

7.5.1.1 如果这些判据不满足, 尝试装载一份或者多份 5 mL 丁基氯并且运行它通过柱子, 进行柱子的清洁。丁基氯去除了变色和颗粒物——可能从二氯甲烷萃取液中沉淀下来的颗粒物。如果使用了保护柱, 用一根新的保护柱替换它。就可以解决正这个问题。如果柱子的维护不能够恢复到可接受的性能, 柱子必须用凝胶重新填充并且进行校准。

7.5.2 抽取至少 8 mL 萃取液 (经过稀释的, 如果需要的话, 进行过滤) 到一个 10 mL 的注射器。

7.5.3 连接注射器到一个能够旋转拧紧的注入口。使用均衡和持续的压力将样品压入到 5-mL 采样环中。如果发现样品难以被装载, 可能系统中的一些配件发生了堵塞。需要进行适当的处理。如果回压处于正常范围 (6-10psi), 堵塞可能发生在阀内部。通过反转连接入口和出口管线, 泵溶剂通过管线将堵塞物质冲出。(在装载样品之前需要完成这项工作)

注意: 大约 2 mL 的萃取液将留在注入口和采样环之间的管线内; 多余的样品将通过采样环排放到废液。

7.5.4 装载完环之后, 在从注入口上取下注射器之前, 指示 GPC 到下一个环。这将避免由于

环内的不均衡的压力可能导致样品的损失。

7.5.5 装载完每个采样环之后，从 PTFE 洗瓶中抽取二氯甲烷以清洗装载口，使残留影响最小。注入大约 10 mL 二氯甲烷以清洗管线。

7.5.6 装载完所有的采样环之后，指示 GPC 至 00 位置，转换到“RUN”模式以启动自动运行序列。按照 7.2.2 节中建立的收集和排放时间处理每一个样品。

7.5.7 将样品收集在一个 250 mL 的锥形烧瓶中，用铝箔盖住以减少溶剂的蒸发，或者直接转入 KD 蒸发仪进行处理。监测收集到的样品体积。如果收集到的样品体积发生改变，表明可能发生了如下的一个或者几个问题：

7.5.7.1 溶剂流速发生改变，可能由于柱子中形成通路或者柱压发生改变。

7.5.7.2 由于颗粒的吸附或者保护柱或分离柱中的凝胶变精细，柱子操作压力将增加。

7.5.7.3 系统发生泄漏或者室温发生明显的变化。

7.6 采用标准的 KD 技术（见本节中 4.2 中的萃取方法）浓缩萃取液。参考各检测方法（4.3 节的最终体积）。

7.7 需要记住的是：GPC 只是处理了样品萃取液的一半体积（10 mL 萃取液装载到 GPC 柱子的只是 5 mL），这样，稀释因子就是 2（或者 2 乘以 7.4.2 节中的稀释因子），将用于各检测方法中的样品的定量计算。

8.0 质量控制

8.1 参考第一节和方法 3640 中关于特定质量控制过程的描述。

8.2 分析人员需要在将这个方法应用于实际样品之前，需要证明被分析物质能够得到定量的回收。

8.3 对于需要采用这个方法进行净化的样品萃取液，相关的质量控制样品也必须按照这个净化步骤进行处理。

9.0 方法性能

9.1 参考表 1 中的单一实验室的性能数据。

10.0 参考

1. Wise, R.H.; Bishop, D.F.; Williams, R.T.; Austern, B.M. “采用凝胶渗透色谱和 GC/MS 分析淤泥中的有机物”，美国环保署地方环境研究实验室：辛辛那提市，俄亥俄州，45268。

2. Czuczwa, J.; Alford-Stevens, A. “优化土壤、沉积物、废弃物和废弃油类样品萃取液的凝胶渗透色谱净化，采用 GC/MS 检测半挥发性有机污染物”，JA0AC, 1989 年 4 月提交。

3. Marsden, P.J.; Taylor, V.; Kennedy, M.R. “评估 3640 方法，凝胶渗透色谱净化”；合同编号 68-03-3375，美国环保署，辛辛那提市，俄亥俄州，pp. 100, 1987 年。

表 1
RCRA 附录 VIII 分析物的 GPC 回收率和保留体积

物质名称	中文名称	%回收率 ¹	% RSD ²	保留体积 ³ (mL)
Acenaphthene	萘嵌戊烷	97	2	196-235
Acenaphthylene	萘嵌戊烯	72	10	196-235
Acetophenone	苯乙酮	94	7	176-215
2-Acetylaminofluorene	2-乙酰氨基芴	97	2	156-195
Aldrin	艾氏剂	99	9	196-215
4-Aminobiphenyl	4-氨基联苯	96	7	176-215
Aniline	苯胺	93	4	196-235
Anthracene	蒽	89	2	196-235
Benomyl	苯菌灵	131	8	146-195
Benzenethiol	苯硫酚	92	11	196-235
Benzidine	联苯胺	95	5	176-215
Benz(a)anthracene	苯并[a]蒽	100	3	196-235
Benzo(b)fluoranthene	苯并[b]荧蒽	93	5	196-235
Benzo(a)pyrene	苯并[a]芘	93	3	196-235
Benzo(ghi)perylene	苯并[ghi]芘	90	6	196-235
Benzo(k)fluoranthene	苯并[k]荧蒽	91	4	196-235
Benzoic acid	安息香酸	66	7	176-195
Benzotrichloride	三氯甲苯	93	7	176-215
Benzyl alcohol	苯甲醇	95	17	176-215
Benzyl chloride	氯化苄	99	4	176-215
Alpha-BHC	α-六六六	84	13	196-215
Beta-BHC	β-六六六	94	9	196-215
Gamma-BHC	林丹	93	4	196-215
Delta-BHC	δ-六六六	102	7	216-255
4-Bromophenyl phenyl ether	4-溴苯基醚	93	1	176-215
Butyl benzyl phthalate	酞酸丁苄酯	104	3	136-175
2-sec-butyl-4,6-dinitrophenol (Dinoseb)	地乐酚(除草剂)	103	18	176-195
Carbazole	咔唑	99	5	196-255
Carbendazim	多菌灵	131	8	146-195
Alpha-Chlordane	α-氯丹	97	2	196-235
Gamma-Chlordane	β-氯丹	93	2	196-215
4-Chloro-3-methylphenol	4-氯-3-甲基苯酚	87	1	196-255
4-Chloroaniline	对氯苯胺	88	3	196-235
Chlorobenzilate	克氯苯	92	5	176-235
Bis(2-chloroethoxy)methane	双(2-氯乙氧基)甲烷	89	1	156-195
Bis(2-chloroethyl)ether	双(2-氯乙基)醚	76	2	156-215
Bis(2-chloroisopropyl)ether	双(2-氯异丙基)醚	83	2	156-195

物质名称	中文名称	%回收率 ¹	% RSD ²	保留体积 ³ (mL)
2-Chloronaphthalene	2-氯萘	89	1	196-235
2-Chlorophenol	2-氯酚	90	1	196-215
4-Chlorophenol	4-氯酚	86	3	196-215
3-Chlorophenol	3-氯酚	87	2	196-215
4-Chlorophenyl phenyl ether	4-氯苯基苯基醚	98	2	176-215
3-Chloropropionitrile	3-氯丙腈	80	5	176-215
Chrysene	屈	102	1	196-235
2-Cresol	2-甲酚	91	1	196-215
3-Cresol	3-甲酚	70	3	196-215
4-Cresol	4-甲酚	88	2	196-215
Cyclophosphamide	环磷酰胺	114	10	146-185
DDD	滴滴滴	94	4	196-235
DDE	滴滴伊	94	2	196-235
DDT	滴滴涕	96	6	176-215
Di-n-butyl phthalate	邻苯二甲酸二丁酯	104	3	136-175
Diallate	燕麦敌	97	6	156-175
Dibenzo(a, e)pyrene	二苯并芘(a, e)	94	10	216-235
Dibenzo(a, i)pyrene	二苯并芘(a, i)	99	8	216-235
Dibenz(a, j)acridine	二苯吖啶	117	9	176-195
Dibenz(a, h)anthracene	二苯并蒽	92	5	196-235
Dibenzofuran	二苯并呋喃	94	1	176-235
Dibenzothiophene	二苯并噻吩	94	3	196-235
1,2-Dibromo-3-chloropropane	1,2-二溴-3-氯丙烷	83	2	176-215
1,2-Dibromoethane	1,2-二溴乙烷	121	8	196-215
trans-1,4-Dichloro-2-butene	反-1,4-二氯-2-丁烯	107	6	176-195
cis-1,4-Dichloro-2-butene	1,4-二氯-2-丁烯	106	6	176-215
1,2-Dichlorobenzene	1,2-二氯苯	81	1	196-235
1,3-Dichlorobenzene	1,3-二氯苯	81	1	196-235
1,4-Dichlorobenzene	1,4-二氯苯	81	1	196-235
3,3-Dichlorobenzidine	3,3-二氯联苯胺	98	3	176-215
2,6-Dichlorophenol	2,6-二氯苯酚	86	3	196-215
2,4-Dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D)	2,4-二氯苯氧乙酸	80	NA	76-215
2,4-Dichlorophenol	2,4-二氯苯酚	87	2	96-215
2,4-Dichlorotoluene	2,4-二氯甲苯	70	9	196-235
1,3-Dichloro-2-propanol	1,3-二氯-2-丙醇	73	13	176-215
Dieldrin	地特灵	100	5	196-215
Diethyl phthalate	酞酸二乙酯	103	3	136-195
Dimethoate	乐果	79	15	146-185
3,3-Dimethoxybenzidine ^a	3,3-二甲氧联苯胺	15	11	156-195
Dimethyl phthalate	避蚊酯	100	1	156-195

物质名称	中文名称	%回收率 ¹	% RSD ²	保留体积 ³ (mL)
p-Dimethylaminoazobenzene	对一二甲胺基偶氮苯	96	1	176-215
7, 12-Dimethyl-benz (a)anthracene	7, 12-二甲基苯蒽	77	1	176-215
2, 4-Dimethylphenol	2, 4-二甲酚	93	2	176-215
3, 3-Dimethylbenzidine	3, 3-二甲基联苯胺	93	2	156-215
4, 6-Dinitro-o-cresol	4, 6-二硝基邻甲基苯酚钠	100	1	156-195
1, 3-Dinitrobenzene	1, 3-二硝基苯	99	2	156-195
2, 4-Dinitrophenol	2, 4-二硝基苯酚	118	7	176-195
2, 4-Dinitrotoluene	2, 4-二硝基甲苯	93	4	156-195
2, 6-Dinitrotoluene	2, 6-二硝基甲苯	101	2	156-175
Diphenylamine	二苯胺	95	6	176-235
Diphenyl ether	二苯醚	67	12	196-215
1, 2-Diphenylhydrazine	1, 2-二苯肼	92	1	176-215
Disulfoton	乙拌磷	81	15	146-165
Endosulfan sulfate	硫酸硫丹	94	2	176-195
Endosulfan I	硫丹 I	99	8	176-215
Endosulfan II	硫丹 II	92	6	196-215
Endrin	安特灵	95	6	196-215
Endrin aldehyde	异狄士醛	97	1	176-215
Endrin ketone	异狄士酮	94	4	176-215
Ethyl methane sulfonate	乙基甲磺酸	62	7	176-235
Ethyl methacrylate	甲基丙烯酸乙酯	126	7	176-195
Bis(2-ethylhexyl)phthalate	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	101	1	120-145
Famphur	氨磺磷	99	NA	126-165
Fluorene	芴	95	1	176-235
Fluoranthene	莹蒽	94	1	196-235
Heptachlor	七氯	85	2	195-215
Heptachlor epoxide	环氧七氯	91	11	156-195
Hexachlorobenzene	六氯苯	108	2	196-235
Hexachlorobutadiene	六氯丁二烯	86	2	176-215
Hexachlorocyclopentadiene	六氯环戊二烯	89	3	176-215
Hexachloroethane	六氯乙烷	85	1	196-235
Hexachloropropene	六氯丙烯	91	2	196-235
Indeno(1, 2, 3-cd)pyrene	茚并[1, 2, 3-cd]芘	79	13	216-255
Isodrin	异艾剂	98	5	196-235
Isophorone	异佛尔酮	68	7	156-195
cis-Isosafrole	顺式异黄樟素	90	4	176-215
trans-Isosafrole	反式异黄樟素	88	16	156-195
Kepone	开蓬	102	NA	196-235
Malononitrile	丙二腈	111	9	156-195
Merphos	脱叶亚磷	93	12	126-165

物质名称	中文名称	%回收率 ¹	% RSD ²	保留体积 ³ (mL)
Methoxychlor	甲氧滴滴涕	94	6	156-195
3-Methylcholanthrene	3-甲基胆蒽	74	12	176-195
2-Methylnaphthalene	2-甲基萘	67	6	196-215
Methyl parathion	甲基对硫磷	84	13	146-185
4,4'-Methylene-bis(2-chloroaniline)	二氯二胺基苯化甲烷	96	1	176-215
Naphthalene	萘	95	7	196-215
1,4-Naphthoquinone	1,4-萘	73	7	176-215
2-Naphthylamine	2-萘胺	94	8	196-235
1-Naphthylamine	1-萘胺	96	6	196-235
5-Nitro-o-toluidine	5-硝基邻甲苯胺	77	2	176-195
2-Nitroaniline	2-硝基苯胺	96	8	176-215
3-Nitroaniline	3-硝基苯胺	96	2	176-215
4-Nitroaniline	4-硝基苯胺	103	8	176-215
Nitrobenzene	硝基苯	86	2	176-195
2-Nitrophenol	2-硝基苯酚	95	3	176-195
4-Nitrophenol	4-硝基苯酚	77	3	196-215
N-Nitrosodi-n-butylamine	N-亚硝基二正丁基胺	89	4	156-175
N-Nitrosodiethanolamine	二乙醇-N-亚硝胺	104	3	146-185
N-Nitrosodiethylamine	二乙基-N-亚硝胺	94	2	156-175
N-Nitrosodimethylamine	N-亚硝基二甲胺	86	13	156-195
N-Nitrosodiphenylamine	N-亚硝基二苯胺	99	2	156-195
N-Nitrosodi-n-propylamine	N-亚硝基正丙胺	85	4	156-175
N-Nitrosomethylethylamine	N-亚硝基甲基乙基胺	83	7	156-175
N-Nitrosomorpholine	N-亚硝基吗啉	86	4	156-195
N-Nitrosopiperidine	N-亚硝基哌啶	84	4	156-195
N-Nitrosopyrrolidine	N-亚硝基吡咯烷	92	1	156-175
Di-n-octyl phthalate	邻苯二甲酸正辛酯	83	4	120-156
Parathion	对硫磷	109	14	146-170
Pentachlorobenzene	五氯苯	95	2	196-235
Pentachloroethane	五氯乙烷	74	1	196-235
Pentachloronitrobenzene (PCNB)	五氯硝基苯	91	8	156-195
Pentachlorophenol	五氯酚	102	1	196-215
Phenacetin	非那西丁	100	3	156-195
Phenanthrene	菲	94	2	196-235
Phenol	酚	83	2	156-195
1,2-Phenylenediamine	邻苯二胺	91	1	196-215
Phorate	甲拌磷	74	NA	196-215
2-Picoline	2-甲基吡啶	99	14	116-135
Pronamide	拿草特	105	15	156-215
Pyrene	芘	98	2	215-235

物质名称	中文名称	%回收率 ¹	% RSD ²	保留体积 ³ (mL)
Resorcinol	间苯二酚	70	6	196-215
Safrole	黄樟脑	93	1	176-215
Streptozotocin ^a	链脲霉素	6	48	225-245
1, 2, 4, 5-Tetrachlorobenzene ^a	1, 2, 4, 5-四氯苯	96	2	196-235
2, 3, 5, 6-Tetrachloronitrobenzene	2, 3, 5, 6-四氯硝基苯	85	9	176-215
2, 3, 5, 6-Tetrachlorophenol	2, 3, 5, 6-四氯酚	95	1	196-215
2, 3, 4, 6-Tetrachlorophenol	2, 3, 4, 6-四氯酚	96	7	196-215
Tetraethyl dithiopyrophosphate (Sulfotep)	二硫代焦磷酸四乙酯	89	14	116-135
Thiosemicarbazide	氨基硫脲	74	3	146-185
2-Toluidine	2-氨基甲苯	92	3	176-235
4-Toluidine	4-氨基甲苯	87	8	176-235
Thiourea, 1-(o-chlorophenyl)	1-邻氯苯硫	75	11	166-185
Toluene-2, 4-diamine	甲苯-2, 4-二胺	69	7	176-215
1, 2, 3-Trichlorobenzene	1, 2, 3-三氯苯	87	1	196-235
1, 2, 4-Trichlorobenzene	1, 2, 4-三氯苯	89	1	196-235
2, 4, 6-Trichlorophenol	2, 4, 6-三氯酚	77	1	216-235
2, 4, 5-Trichlorophenol	2, 4, 5-三氯酚	95	1	216-235
2, 4, 5-Trichlorophenoxyacetic acid (2, 4, 5-T)	三氯苯氧基乙酸, 245 涕	71	23	156-235
2, 4, 5-Trichlorophenoxypropionic acid		67	NA	216-215
Warfarin	华法林	94	2	166-185

NA = 不存在，显示的回收率是两次检测的平均值。

^a 对于这个方法不是一个适当的分析物。

¹ 百分回收率是基于三次回收率数值的平均值。

² 百分相对标准偏差是基于三次回收率数值的统计结果。

³ 这些保留体积只是一个指南，柱子与柱子之间，系统与系统之间都是不同的。

图 1
各类分析物的 GPC 保留体积

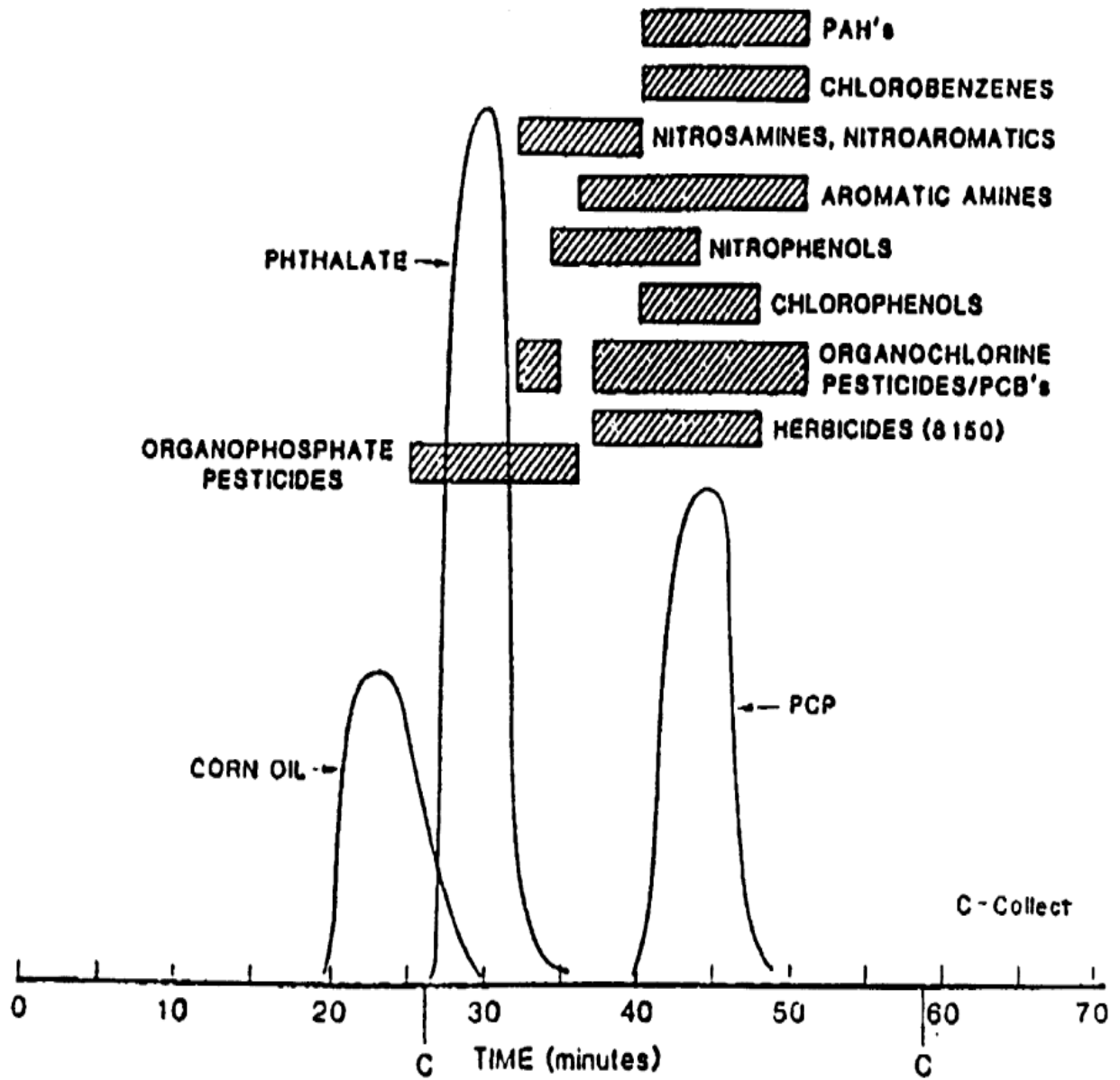
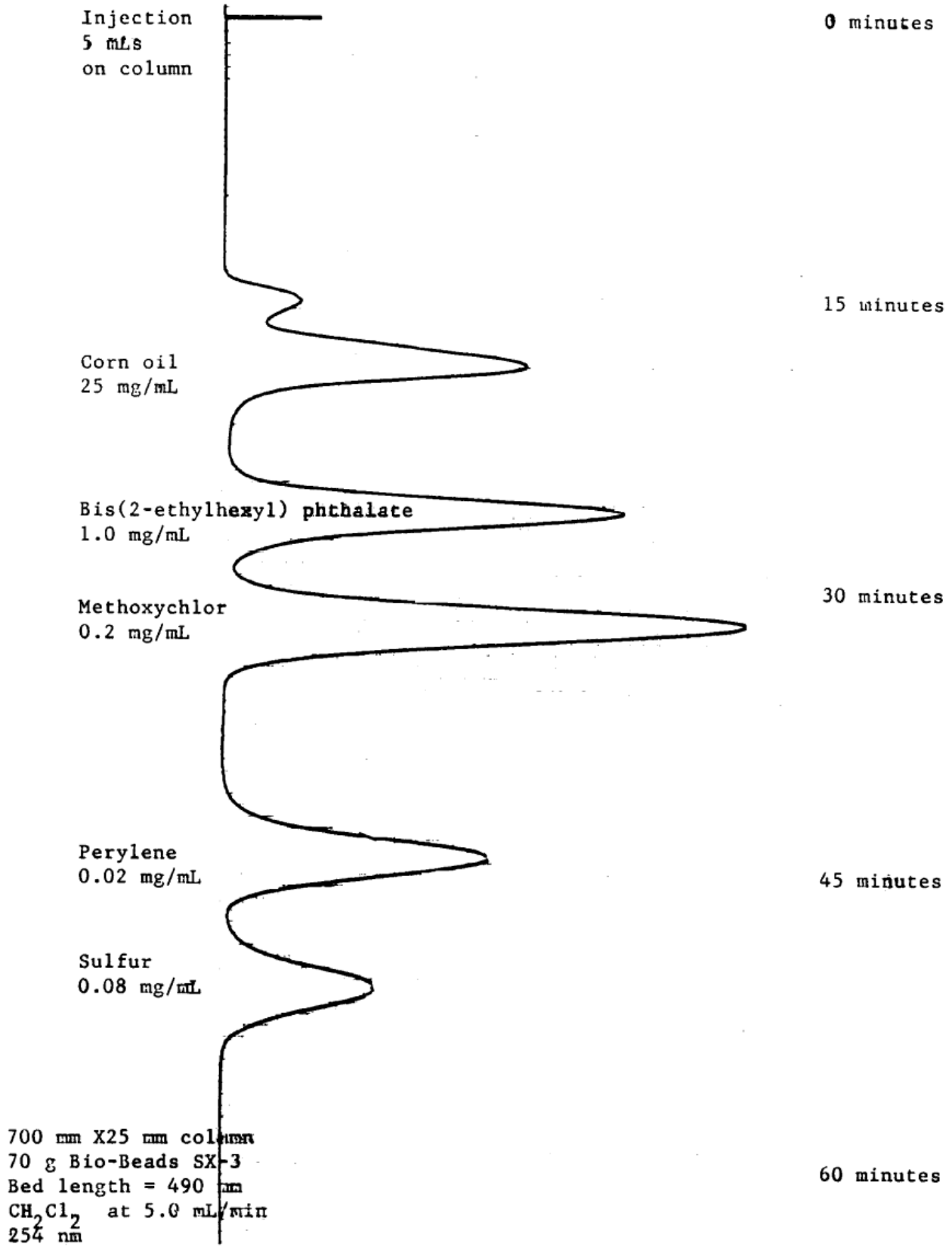
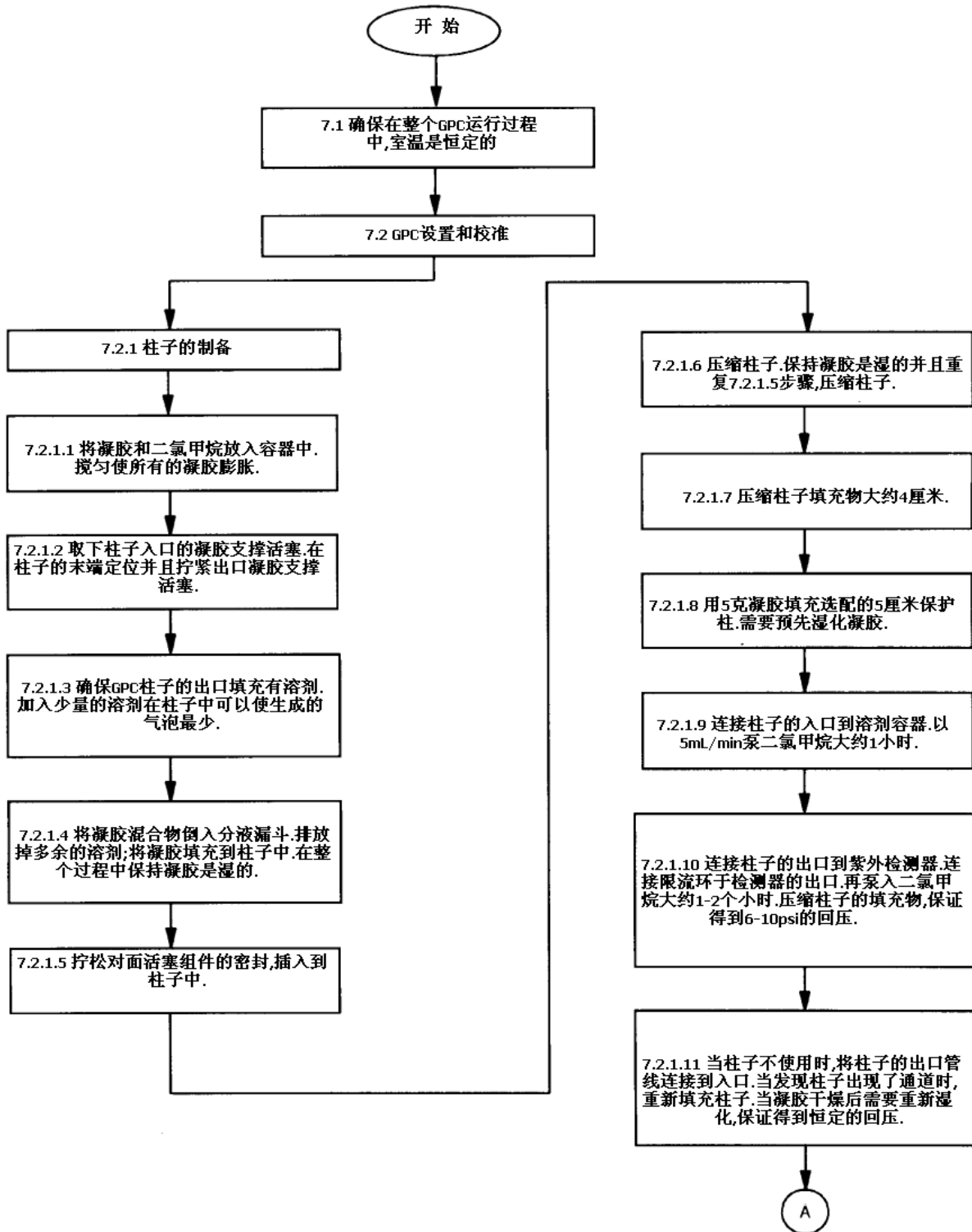


图 2
校准溶液的紫外色谱图形



方法 3640A
凝胶渗透色谱净化



方法 3640A
续前页

