

吹扫捕集法分析挥发性有机化合物 使用安捷伦 5975C 气质联用仪成功进行 VOC 分析

应用简报

环境

作者

Jeffery S. Hollis
AnalySense
加利福尼亚 美国

Harry Prest
安捷伦科技有限公司
加利福尼亚 美国

摘要

尽管吹扫捕集 GC/MS 法测定挥发性有机化合物获得了广泛应用，但在需要的浓度范围
和要求的检出限上进行一致性操作还是会出现各种问题。本应用报告介绍了一种测试方
法，可以持续生成高质量的数据，并已经过多个测试点的应用和测试。报告中涉及到
的细节包括硬件要求、P&T 和 GC/MS 参数、挥发性有机物（VOC）的标准制备以及
满足 USEPA 调谐要求并能提高灵敏度和稳定性的新型自动调谐方法。在 0.25 µg/L 到
50 µg/L 的特定浓度范围（USEPA 524.2）内进行初始校正生成的 VOC 平均相对响应因子
的 %RSD 小于 20%。报告还同时出具了 0.10 µg/L 的方法检出限和 0.10 µg/L 到 100 µg/L
浓度范围内的平均相对响应因子的数据。注重方法的这些细节会有助于确保 P&T 和
GC/MS 分析 VOC 获得近似的结果。



Agilent Technologies

介绍

35 年以来，P&T 方法测定 VOC 一直是环境实验室的主要分析手段。随后，P&T 有了实质性的发展（见前言部分）。因为众多的参数和分析物，这些方法面临巨大挑战。本应用报告为成功进行 VOC 的 P&T 分析提供了几点重要提示：

- GC/MS VOC 套装组件包括色谱柱、衬管、方法和来自于安捷伦科技，确保性能可靠稳定的其他材料
- Tekmar Atomix 和 StratUm/AQUATek 70 的 P&T 参数已经在几个测试点和安捷伦实验室经过实施和验证
- 新型自动调谐方法的细节完全可以满足 USEPA 使用 4-溴氟苯 (BFB) 的调谐要求并能提高灵敏度

本报告中的 VOC 数据充分证明了初始校准 (ICAL) 和方法检出限 (MDL) 研究在线性和动态工作范围方面的优越性能。在一系列测试点上的进一步验证同样产生了优异的数据结果。为推广这一方法，需要注意以下几个方面：

- 标准制备和通过 StratUm/AQUATek 70 的人工稀释来验证 Atomx 的半自动化稀释性能
- ICAL 的细节和其在这些条件下的要求和性能
- 通过两种方法 524.2 和 8260B 对目标 VOC 的 MDL 数据进行测试
- 新型调谐过程和 GC/MS 系统的故障诊断和不同分析物 P&T 过程的问题指示

偏离方法中推荐的参数会使 VOC 分析产生各种各样的问题。

前言

近年来，土壤/固体/污泥样品 VOC 分析的商业化使得有必要对这一技术的历史和演变过程中的里程碑事件进行回顾，因为其基本原则在当今仍然适用。

这种分析技术的第一个里程碑由 USEPA-辛辛那提的 chemist Tom Bellar 设立，他于 1974 年发明了一种被称为吹扫捕集 (P&T) 的样品提取技术，该技术用于提取水和土壤中的痕量挥发性有机化合物，将当时分析仪器的测定水平和样品制备技术提高了几个数量级，将检出浓度降低至 ppb 水平。以 Tom Bellar 的发明为基础，两位 Tekmar 公司 (辛辛那提，俄亥俄) 的创始人 Lothar Witt 和 Jim Grote 与美国环保局合作，于 1976 年开发了第一台商业化的 P&T 装置。将 P&T 与 GC 联用，使用一台或者多台二维 (2-d) 检测器，如电解电导检测器 (ELCD) 或光离子化检测器 (PID)，可以达到痕量浓度的检测水平。同一时期，质谱也开始作为 VOC 分析的检测器。因为使用二维检测器的检测水平更有优势，而且为了使大口径色谱柱获得好的色谱分离效果而设定的载气流量往往受到限制，很少有人应用气相色谱和质谱联用 (GC/MS) 进行三维 (3-d) 检测，这种状态一直持续到 80 年代初期到中期。

VOC 分析，以及 GC 分析的另一个重大里程碑一般来说发生在 70 年代中到末期，那时 HP 公司的科学家 R.D. Dandeneau 和 E.H. Zerenner 在第三届 Hindelang 研讨会 (1979 年 4 月 29 日到 5 月 3 日) 上推出了一种聚酰亚胺涂层的熔融石英毛细管色谱柱 [1]。在他们的介绍中，对这种薄壁、柔韧、熔融石英的色谱柱的产品和使用进行了描述，其管线采用的是 HP 公司生产的光纤产品。Dandeneau 和 Zerenner 注意到管线的薄壁会产生裂纹导致破损，所以他们在拉制完成后迅速在外壁覆盖上一层涂层。最初，覆盖的是硅橡胶，后来改为聚酰亚胺 [2]。熔融石英色谱柱的引入使分离科学领域发生了革命性的改变。很快色谱柱供应商开始为各种应用生产熔融石英毛细管色谱柱替代过时的其他类型色谱柱 [3]。

90年代早期，HP公司推出了5890A Series II气相色谱仪并配以电子压力/气动（EPC）控制系统，通过以恒压或恒流模式控制色谱柱载气显著增强了色谱的性能。这一进步为色谱分析柱提供了更先进的载气控制，同时也为载气进入到质谱仪的高真空环境提供了更适当的质量流量。具体到VOC分析，1993年在亚特兰大举办的分析化学和应用光谱学匹兹堡会议上，介绍了一种新型气体流量管理方法，用于控制流经分析色谱柱和P&T装置捕集阱的气体流量。这种分流技术带来了一种将样品从P&T装置传输到GC系统的替代方法。将一根窄口径毛细管色谱柱（20 m × 0.18 mm，1.0 μm）连接到EPC的分流/不分流进样口端。仪器配置优化了色谱柱内径、解吸流量和进样口配置对色谱分辨率、重现性和VOC分析灵敏度的影响效果 [4]。这种配置如今广泛应用于P&T和顶空仪器，而且仍然是本应用采用的方法成功的基础。

从90年代到21世纪，GC/MS法分析VOC的仪器经历了很多重要的发展。部分时间列表如下：

- 1993 Tekmar LSC 3000 PTC
- 1996 Hewlett-Packard 5973A MSD
- 1998 Tekmar LSC 3100 PTC
- 1998 Tekmar AQUATek 70
- 2003 Teledyne-Tekmar Velocity PTC
- 2004 Agilent 7890A GC
- 2005 Agilent 5975A MSD
- 2007 Teledyne-Tekmar StratUm PTC
- 2009 Agilent 5975C MSD (with TAD)
- 2009 Teledyne-Tekmar Atomx ASPS

这些发展使检测能力取得了显著的进步。38年前USEPA的Tom Bellar发明P&T提取技术以及Tekmar公司的Lothar Witt和Jim Grote推出LSC-1并使分析商业化时的ppb级浓度范围已经逐渐远去。现在，检出限的日常水平都可以达到ppt级，一些化合物还可以达到ppq级。遵循良好的实验室程序对实现、优化和保持方法的准确度、精密度和灵敏度是非常重要的。此外，几十年VOC分析经验积累的最佳操作程序更加重要。本应用报告应用这些良好的基础要素并推出一种MSD调谐的标准程序。该程序满足了USEPA对4-溴氟苯（BFB）调谐的方法要求。

方法

本研究主要建立在两种最广泛使用的VOC GC/MS分析方法基础上。

1. *USEPA方法524.2修订版4.1——吹扫捕集毛细管气相色谱/质谱法测定水中的挥发性有机化合物*。这是对地表水、地下水和任何处理阶段的饮用水中的挥发性有机物进行定性和同时测定的通用方法。可广泛适用于各种有机化合物，包括四种三卤甲烷的消毒副产物（THM），这几种副产物具有较高的挥发性和较低的水溶性，可以通过P&T操作从水中分离出来 [5]
2. *USEPA方法8260B——气相色谱/质谱法（GC/MS）测定挥发性有机化合物*。此方法用于测定不同固体基质中的挥发性有机化合物。可适用于几乎所有类型的样品，无论是否含水，包括各种空气采样捕集介质、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 [6]

这些方法采用的方法和仪器基本相同，只是针对不同的基质，对QA/QC的要求也不同。本研究报告的重点是方法524.2修订版4.1，同时也对方法8260B的条件进行了阐述。

实验

本研究选定的测试点均使用来自安捷伦公司（R&D Santa Clara Site, CA）的多种硬件设备。包括 7 种不同的配置，详见表 1。

安捷伦的 VOC 组件（部件号 G7022A）用于所有的测试点。经证明，该组件对成功进行 VOC 分析至关重要。组件所包含内容详见表 2。

作者推荐了另一种由 Advanced Materials Components Express 公司（ACMX, Lemont, PA USA）推出的样品路径的处理方法，称为 Inertium。Inertium 具备熔融石英和玻璃内表面处理如 Silcosteel、Silinert 和 Silonite 所具备的所有优势。需要进行深入的研究以确定 P&T 浓缩仪样品路径上的哪个部件会得益于管线的 Inertium 处理。而从作者和测试点合作伙伴处得到的数据表明，连接 P&T 浓缩仪和 GC 进样口的样品传输线在经过 Inertium 处理后会表现出更高的性能。

建议在进行分析前先确保 GC/MS 系统处于可以接受的性能水平。对 GC、MSD 和 P&T 这些硬件要进行多种性能检查，以确保性能水平在可接受和预期的范围内。通过执行 Checkout Tune 对 MSD 进行自动调谐评估就是这种测试的一个例子。该评估方法的操作指南详见安捷伦 5975 系列 MSD 硬件安装手册中的“验证 EI 性能”部分 [7]。不管采取步骤如何，GC/MS 必须被证明是合格的，才能成功进行这个分析。

表 1. 仪器配置

系统	Agilent GC	Agilent MSD	吹扫捕集系统	方法	样品量 (mL)
1	7890A	5975C w/TAD	Atomx	524.2	25
2	7890A	5975C w/TAD	Atomx	8260B	10
3	7890A	5975C w/TAD	StratUm + AQUATek 70	524.2	25
4	7890A	5975C w/TAD	StratUm + AQUATek 70	8260B	10
5	7890A	5975C w/TAD	Velocity + AQUATek 70	524.2	25
6	7890A	5975C w/TAD	Eclipse + Centurion WS	8260B	5
7	6890N	5973N	StratUm + AQUATek 70	8260B	5

1 和 3 为安捷伦科技公司所使用的系统（R&D Santa Clara Site, CA）

表 2. 安捷伦 VOC 测定组件（部件号 G7022A）

内容	安捷伦部件号
6 mm 惰性拉出透镜，用于安捷伦 5973 和安捷伦 5975 MSD 惰性 EI 离子源	G2589-20045
DB-624UI 色谱柱（20 m × 0.18 mm, 1.0 μm 膜厚）	121-1324UI
1.0 mm 直型 UI 衬管	5190-4047
Tekmar VOCARB 3000 (#K) 捕集阱	5188-8820
安捷伦 GC/MS VOC 应用组件光盘包括应用报告、组件指南、仪器方法和适用性技术说明	G7022-60001

GC/MS 分析 VOC 的初始设置和方法性能确认可以分为三大部分，被称为仪器的初始能力确认（IDOC）：

1. 采集调谐标准品 4-溴氟苯（BFB）的谱图，并满足保真度要求
2. 目标分析物初始化校准，并满足特定方法要求（ICAL）
3. 对列表中的目标分析物进行方法检出限研究（MDL）

根据采用的分析方法不同，这三步略有不同。但这些基本步骤是几乎所有 EPA GC/MS 方法的通用要求。第一步中采集 BFB 谱图并满足其保真度的要求对成功分析 VOC 非常关键。在采集任何校准物或样品数据前，MSD 必须进行调谐，以保证 BFB 谱图满足特定谱图保真度标准。除了满足谱图保真度要求外，还要求调谐具有一定的时间稳定性。方法 524.2 和 8260B 都有 12 个小时的时间窗口，在这个窗口内，MSD 必须保持稳定。从 BFB 谱图保真角度出发，必须每 12 小时进行一次 BFB 分析并对 BFB 谱图保真度进行评估。这么做的目的之一是为 MSD 提供一个稳定的环境从而使调谐稳定性随时间提高。调谐测试标准 BFB 的详细采集参数参见附录 A 和附录 C。

调谐测试标准 BFB 在方法 524.2 和方法 8260B 上的分析相似 [5、6]。将一定量的 BFB 注射进 GC，满足一定的柱上进样量，方法 524.2 规定为 25 ng 或更低，8260B 规定为 5 ng 到 50 ng。两种方法都没对 BFB 进样采用直接进样还是 P&T 进样做出特定要求。

如果选择 P&T 导入 BFB，需要注意样品会在进样口进行分流。这样，色谱柱上的样品量会大幅减少，降低了 BFB 的响应。参考本研究的结果，作者建议将 1 μ L 适当浓度的 BFB 溶液直接注射进入 GC 而不通过吹扫。这样可以确保在方法特定的标准下对更具代表性柱上量的 BFB 进行分析和评估。

实验室通常使用各种不同的样品量，但最常用的是 5 mL 和 25 mL。5 mL 和 25 mL 样品量在 Tekmar P&T 系统 (Atomx 和 Stratum/AquaTEK 70) 上的参数分别列于附录 C 和附录 D。

所有 PC 上进行数据采集和简化的软件都来自安捷伦的 MSD Productivity ChemStation Revision E.02.02 SP1。MS 调谐算法 BFB Autotune 是该 MSD Productivity ChemStation 修订版的一部分。

MSD 调谐

背景

在早期有关 GC/MS 在环境化学上的应用中，USEPA 根据参考化合物相应的质谱图制定了标准，作为一种尝试，以验证仪器的性能，为数据提供更高质量的保证，提高谱库检索和化合物定性的可靠性，并增强数据的一致性。结果就是 4-溴氟苯谱图中代表性离子的丰度比标准。随着 GC/MS 仪器的演变和质谱性能的改变，这些标准已经变得局限。GC/MS 检测器中增加的高能量转换打拿极 (HED) 增强了更高质量碎片离子的信号强度，这些高质量碎片离子更具有特异性，提高了化合物定性和检测的准确度。

随着农药和其他高分子化合物 PCB, PBDE 应用的扩大，对高质量数数的关注也持续增加。但高质量数离子丰度的增强和 BFB 准则正好相反。为了满足 70 年代后期提出的质谱准则要求，现今的离子源必须从最优的条件下失谐以获得方法所需的谱图保真度。USEPA 方法 524.2 和 USEPA 方法 8260B 中有关 BFB 谱图目标离子的丰度比准则见表 3 和表 4。

表 3. USEPA 方法 524.2 中对 4-溴氟苯 (BFB) 的离子丰度准则和 BFB 在 BFB 自动调谐中相对丰度的预期范围 [5]

质量数 (m/z)	相对丰度标准	BFB 自动调谐中关键离子相对丰度的预期范围
50	15~40% (相对于 M/Z 95)	15~20% (相对于 M/Z 95)
75	30~80% (相对于 M/Z 95)	
95	基峰 100% 相对丰度	
96	5~9% (相对于 M/Z 95)	
173	< 2% (相对于 M/Z 174)	
174	> 50% (相对于 M/Z 95)	\geq 80% (相对于 M/Z 95)
175	5~9% (相对于 M/Z 174)	
176	> 95%, < 101% (相对于 M/Z 174)	
177	5~9% (相对于 M/Z 176)	

表 4. USEPA 方法 8260B 对 4-溴氟苯 (BFB) 的离子丰度准则和 BFB 在 BFB 自动调谐中相对丰度的预期范围 [6]

质量数 (m/z)	相对丰度标准	BFB 自动调谐中关键离子相对丰度的预期范围
50	15~40% (相对于 M/Z 95)	15~20% (相对于 M/Z 95)
75	30~80% (相对于 M/Z 95)	
95	基峰 100% 相对丰度	
96	5~9% (相对于 M/Z 95)	
173	< 2% (相对于 M/Z 174)	
174	> 50% (相对于 M/Z 95)	\geq 80% (相对于 M/Z 95)
175	5~9% (相对于 M/Z 174)	
176	> 95%, < 101% (相对于 M/Z 174)	
177	5~9% (相对于 M/Z 176)	

5973 和 5975 MSD 平台均采用离子源透镜电压升压的功能满足 PFTBA 调谐化合物特定的目标离子, 使 BFB 谱图可以满足谱图准则要求。该方法被称为带有动态透镜升压的“目标物调谐”。这样比较灵活而且可实现用户互动, 但是以牺牲灵敏度为代价。为简便易用, 开发了一种新型的自动 BFB 调谐算法。BFB 调谐是一种全自动调谐, 可以获得比目标物调谐更好的一致性、稳定性、灵敏度和更好的动态工作范围。这种新型调谐是本应用中进行 VOC 分析的基础。

新型 BFB 自动调谐

要求

对 BFB 自动调谐进行设计以支持本研究所用的特定硬件配置和操作条件。需要在 EI 离子源 (部件号: 标准 EI 离子源 G3163-20530, 惰性 EI 离子源 G2589-20045) 中安装大的 6 mm 的拉出极透镜。标准的 3 mm 拉出极透镜也可以支持此调谐, 但不推荐 VOC 分析时使用。优化离子源和四级杆的温度分别为 250 °C 和 200 °C。

自动调谐操作

如果系统是崭新的, 直接运行自动调谐, 检查 ATUNE.U 报告确定各项调谐参数均正常, 并确定离子源是干净的。一个干净的离子源的背景噪声会很低, 丰度校准和 EM 电压都在限定值内。运行 BFB 自动调谐, 只需点击“**Tune and Vacuum Control**”视图中 (图 1) “**Tune**”下拉菜单中的“**BFB Autotune**” (BFB_Atune.U)。因为有更多的参数需要优化, BFB 自动调谐耗时大约为标准自动调谐的 2 倍。图 2 列举了一个 BFB 自动调谐报告文件 BFB_ATUNE.U。发射电流因为与其他透镜参数同时优化, 有可能会偏离 35 μ A。值得注意的一点是对高质量数的倾斜。PFTBA 碎片中 m/z 219 : m/z 69 的比值应该在 45–75% 的范围内。推斥极电压为 20 V 到 32 V。

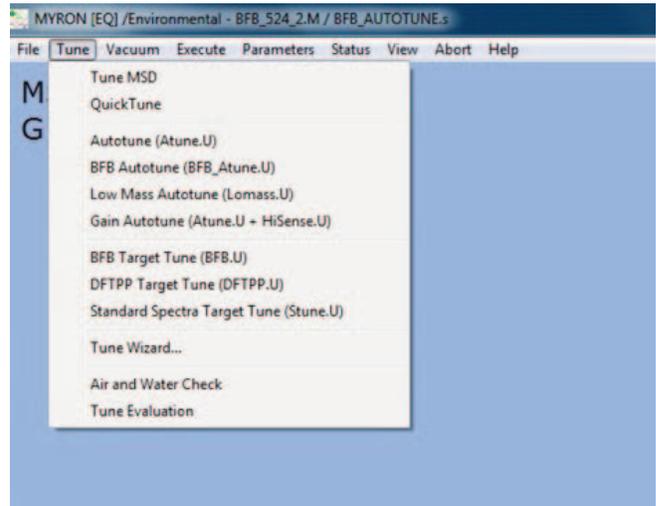
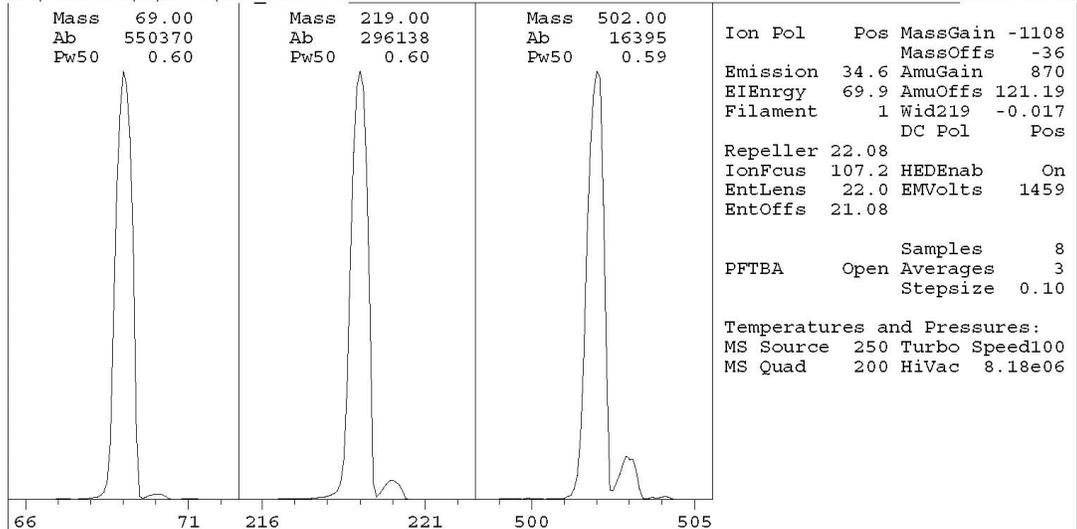


图 1. 安捷伦 MSD Productivity ChemStation 中的调谐和真空控制视图

和其他 MSD Productivity ChemStation 调谐程序一样, BFB 自动调谐也可以在一个序列中通过关键词调用。

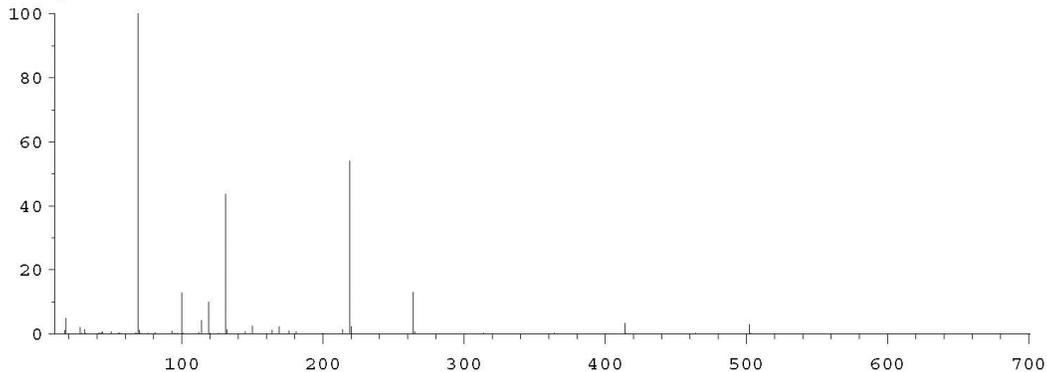
1. 在 **Sample Log** 表中, 从 **Type** 下拉菜单中选择 **Keyword**
2. 从 **Method/Keyword** 下拉菜单中选择 **Tune**
3. 在 **Comment/Keyword/String** 一栏中输入 **BFB_AUTUNE**
4. 点击 **OK** 保存更改

Tue Apr 10 14:09:11 2012
 C:\MSDCHEM\1\5975\BFB_Atune.u Instrument: MYRON [EQ]
 US10483718



Ion Pol Pos MassGain -1108
 MassOffs -36
 Emission 34.6 AmuGain 870
 EIEnrgy 69.9 AmuOffs 121.19
 Filament 1 Wid219 -0.017
 DC Pol Pos
 Repeller 22.08
 IonFcus 107.2 HEDenab On
 EntLens 22.0 EMVolts 1459
 EntOffs 21.08
 Samples 8
 PFTBA Open Averages 3
 Stepsize 0.10
 Temperatures and Pressures:
 MS Source 250 Turbo Speed100
 MS Quad 200 HiVac 8.18e06

Scan: 10.00 - 701.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10
 160 peaks Base: 69.00 Abundance: 514368



Mass	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	514368	100.00	70.00	6053	1.18
219.00	278336	54.11	220.00	11723	4.21
502.00	15016	2.92	503.00	1535	10.22

Air/Water Check: H2O~4.77% N2~2.08% O2~0.20% CO2~0.75% N2/H2O~43.56%

Column(1) Flow: 0.7 Column(2): 0 ml/min. Interface Temp: 250

Ramp Criteria:

Ion Focus Maximum 90 volts using ion 502; EM Gain 74381
 Repeller Maximum 35 volts using ion 219; Gain Factor 0.74

MassGain Values(Samples): -1099(3) -1094(2) -1078(1) -1038(0) -985(FS)

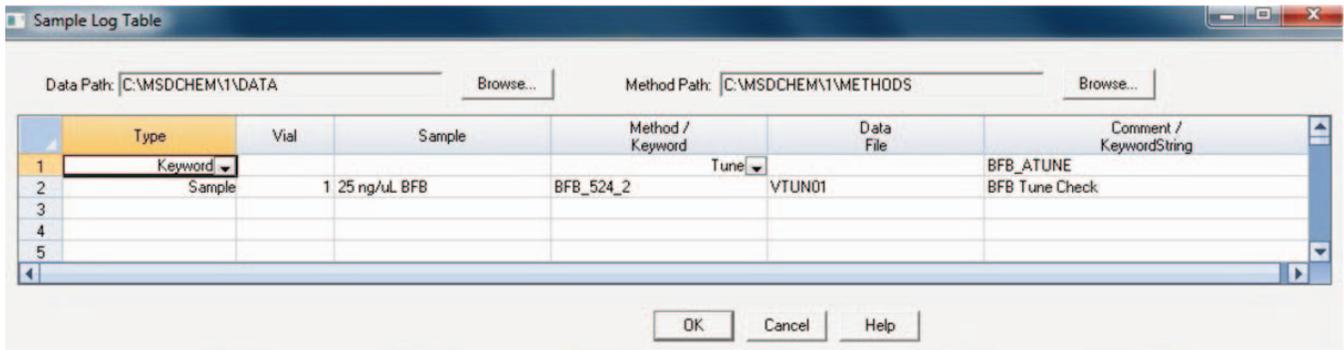
TARGET MASS:	50	69	131	219	414	502	1050
Amu Offset:	121.2	121.2	121.2	121.2	121.2	121.2	121.2
Entrance Lens Offset:	21.1	21.1	21.1	21.1	21.1	21.1	21.1

图2. BFB 自动调谐报告

评估 BFB 谱图

方法 524.2 要求吹扫或者直接进样 (6.3.1 和 10.2.2) 25 ng 或更少的 BFB 到色谱柱上, 并根据表 1 所列的配置进行测试。MSD Productivity ChemStation EnviroQuant 通常取三个谱图的平均值来评估 BFB, 并且需从峰前沿开始减去背景谱图。图 4 为一个典型的使用三个全扫描谱图的均值进行 BFB 自动调谐的结果。注意到, 与 m/z 95 相比, BFB 谱图的 m/z 174 和 m/z 176 离子相对较强, 而 m/z 50 相对较弱, 这就是 BFB 自动调谐的特点。主要离子相对丰度的预期范围如表 1 所列。

根据方法 524.2 中 6.3.4 部分, “跨越 BFB GC 色谱峰的平均谱图可以用来测试仪器性能”。MSD Productivity ChemStation EnviroQuant (E.02.02 SP1) 中有评估整个谱峰的平均谱图的选项 (见图 5), 这更符合实际中我们用离子流峰面积来定量分析物的要求。



Type	Vial	Sample	Method / Keyword	Data File	Comment / KeywordString
Keyword			Tune		BFB_ATUNE
Sample	1 25 ng/uL BFB		BFB_524_2	VTUN01	BFB Tune Check

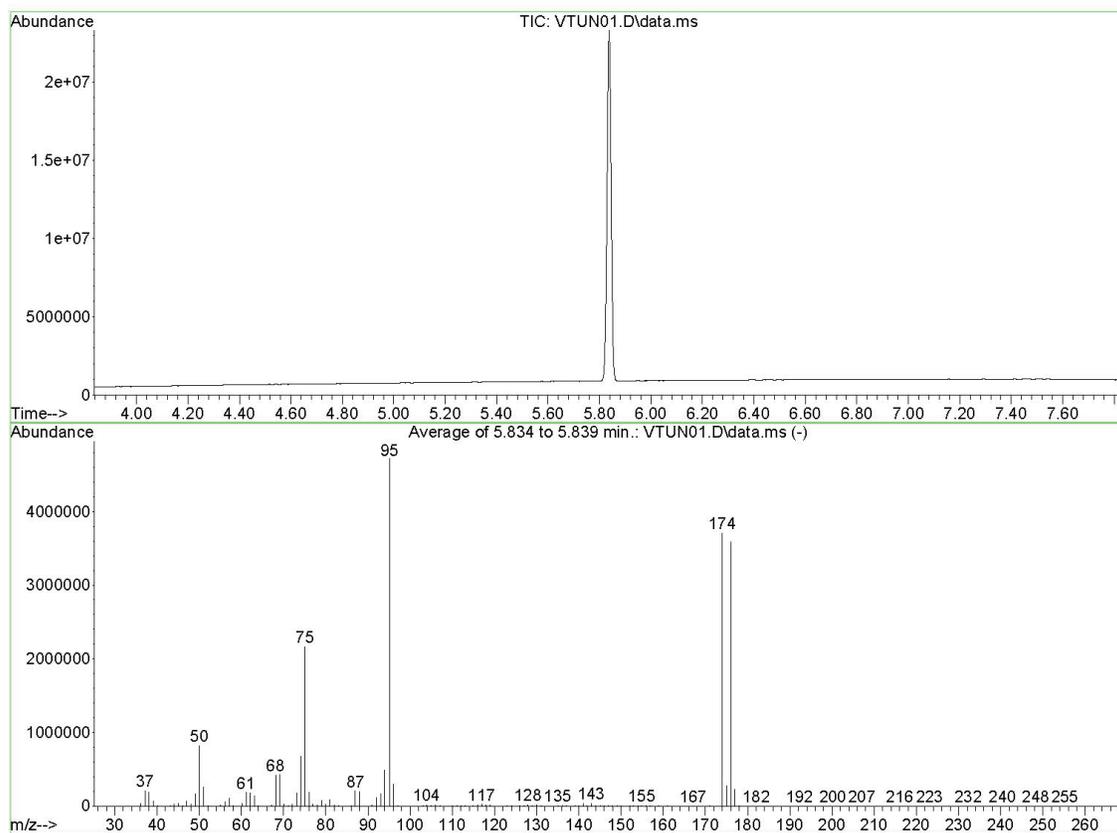
图 3. 通过序列调用 BFB 自动调谐

Method 524.2 - BFB Tune Check

Data Path : C:\MSDchem\1\data\
 Data File : VTUN01.D
 Acq On : 10 Apr 2012 2:13 pm
 Operator : jsh
 Sample : 2.5 ng OC BFB Tune Check | GF = 5.0
 Misc : 5975C MSD using BFB Autotune
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Integration File: rteint.p

Method : C:\MSDchem\1\methods\BFB_524_2.M
 Title : Method 524.2



AutoFind: Scans 984, 985, 986; Background Corrected with Scan 970

Target Mass	Rel. to Mass	Lower Limit%	Upper Limit%	Rel. Abn%	Raw Abn	Result Pass/Fail
50	95	15	40	17.3	817820	PASS
75	95	30	80	45.9	2162700	PASS
95	95	100	100	100.0	4716152	PASS
96	95	5	9	6.2	294737	PASS
173	174	0.00	2	0.0	0	PASS
174	95	50	100	78.7	3710849	PASS
175	174	5	9	7.4	273257	PASS
176	174	95	101	96.7	3590014	PASS
177	176	5	9	6.4	230523	PASS

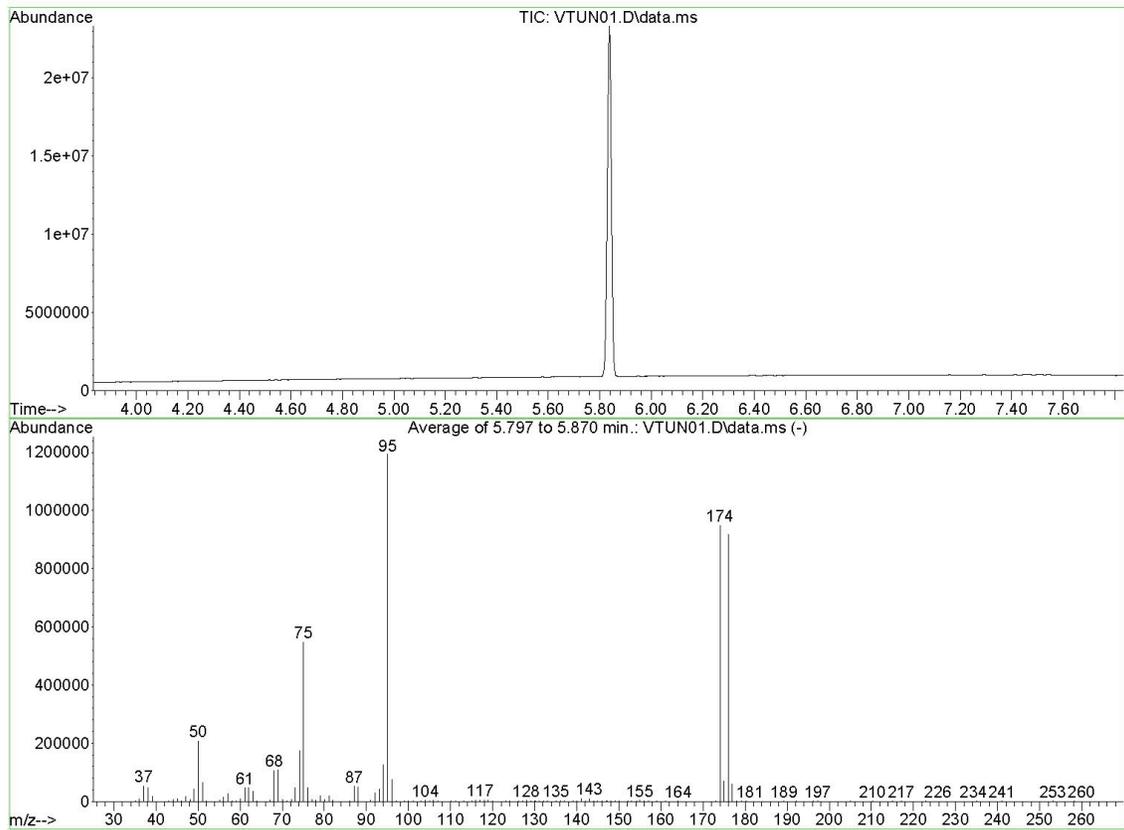
图 4. 根据三个全扫描的平均谱图进行 BFB 调谐测试报告

Method 524.2 - BFB Tune Check

Data Path : C:\MSDCHEM\1\data\
 Data File : VTUN01.D
 Acq On : 10 Apr 2012 2:13 pm
 Operator : jsh
 Sample : 2.5 ng OC BFB Tune Check | GF = 5.0
 Misc : 5975C MSD using BFB Autotune
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Integration File: rteint.p

Method : C:\MSDCHEM\1\methods\BFB_524_2.M
 Title : Method 524.2



AutoFind: Averaged scan 971 to 997; Bkg corrected with scan 970)

Target Mass	Rel. to Mass	Lower Limit%	Upper Limit%	Rel. Abn%	Raw Abn	Result Pass/Fail
50	95	15	40	17.4	208090	PASS
75	95	30	80	45.9	547083	PASS
95	95	100	100	100.0	1192636	PASS
96	95	5	9	6.3	75351	PASS
173	174	0.00	2	0.1	781	PASS
174	95	50	100	79.5	948003	PASS
175	174	5	9	7.4	70368	PASS
176	174	95	101	96.8	917661	PASS
177	176	5	9	6.4	58891	PASS

图 5. 使用跨越 GC 整个色谱峰的平均谱图进行 BFB 调谐测试报告

BFB 调谐失败

在几种情况下 BFB 调谐可能无法满足准则。每种失败模式都意味着存在不同的原因。比如，BFB 测试过程中，增益因子设置必须避免检测器在 BFB 谱图采集过程中达到饱和。 m/z 95 碎片的绝对丰度必须低于 820 万计数，最好在 300 万以下。如果强度太高，检查样品的实际注射量和质谱参数中的增益因子。记住，信号标尺与增益因子成比例。例如，如果将增益因子从 5 降到 1，同样会使粒子流到检测器信号的放大倍数（峰高）降低 5 倍 [8]。

从 VOC 应用考虑，过去的做法是将 GC/MS 采集方法中的 EM 电压设置为调谐电压加上几百伏，这样常常造成芳香烃化合物的信号饱和，尤其是间/对二甲苯。正确设置增益因子可以有效消除这个问题。需注意的一点是，VOC 方法中采集所有数据使用的增益因子要和采集 BFB 调谐测试标准用的增益因子保持一致。

BFB 调谐不能满足要求的情况大致分为两类：持久性失败和偶发性失败。在持久性失败中，对 BFB 连续 4、5 次评估都不能满足标准要求，多为 m/z 50 : m/z 95 或 m/z 174 : m/z 95 的比值不能满足。为解决这个问题，需重新调谐或者根据维护记录对离子源进行清洗。在偶发性失败中，通常是 1 到 2 次评估不能满足要求，可以是任何碎片离子的比值。这种情况下没有必要重新调谐或者清洗离子源。但使用 524.2 方法中的平均谱图，超过 50% 的情况都可以得到弥补。

要评估一个新的 BFB 自动调谐，需要对 BFB 谱图中 m/z 50 和 m/z 174 处的关键离子进行测试。推荐采用上面介绍的整个峰形的均值谱图进行评估。在调谐问题不大的情况下，重新运行 BFB 自动调谐。如再次失败，则需要清洗离子源。在清洗离子源并更换灯丝或者类似的维护后，最好的方法是将前一个 BFB_ATUNE.U 文件删掉，运行一次自动调谐，并检查 ATUNE.U 报告，然后再运行 BFB 自动调谐。

BFB 自动调谐操作和故障诊断小结

尽管 BFB 自动调谐非常有效，但还是不能克服 MSD 性能的某些不足处。下面对自动调谐操作进行了小结：

1. 将离子源和四级杆分别设为 250 °C 和 200 °C（适用于 VOC 分析），在 ATUNE.U 状态下等待至少 2 个小时
2. 使用前建议要分别在 300 °C 和 200 °C 烘烤离子源和四级杆，时间为 3 个小时
3. 点击 **TUNE** 执行和评估自动调谐（ATUNE.U）
4. 扫描并检查调谐报告确保背景足够低（PFTBA 谱图上一般应少于 150 个离子），尤其在 m/z 50 附近。否则，即使 BFB 自动调谐结果很好，VOC 气体分析也将会出现问题

离子源和电子倍增器运行状态的其他指示指标还有：

- 调谐中设置的电子倍增管电压生成的 m/z 69 离子丰度是否接近 500000 计数？如果太低（< 250000 计数），在 BFB 自动调谐时就会出现错误，而且只有修复此问题，调谐才能继续进行
- 电子倍增管电压是否相对较低，低于 1500 V？这是一个非常好的指标，可以检测离子源的清洁程度和电子倍增管的状态。电子倍增管的电压超过 2000 V 则意味着离子源需要清洗或者老化的电子倍增管需要更换
- 调谐谱图中的峰形是否清晰，峰形是否尖锐对称，强度是否足够大？如果不是这样，请正确清洗离子源 [9]，检查调谐标准（PFTBA）。考虑更换 EM。重新安装离子源。从 **Tune and Vacuum Control** 视图中点击 **Execute > Bake out MSD**，分别在 300 °C 和 200 °C 烘烤离子源和四级杆，时间至少为 3 个小时
- BFB 自动调谐结束后，是否有报错提示？通常会出现三种警告提示，预示着 BFB 自动调谐出现问题：
 - **校准离子强度太低**
如上所述， m/z 69 碎片离子的强度不够是由于 EM 电压过低，样品瓶中的校准标液太少或者离子源太脏造成的。

- **灯丝熄灭**

这个信息意味着离子源非常脏、灯丝变形或者离子源中压力过高（色谱柱流量）。清洗离子源，更换灯丝，或者经常调换使用灯丝都可以解决这个问题。另一个方法是再重新操作一次

1. 删除 BFB_Atune.U 文件
2. 回到自动调谐，检查调谐报告
3. 运行 BFB 自动调谐

- **超过离子聚焦的限值**

当离子聚焦或者进口透镜安装错误或者离子源非常脏时，会出现此问题

标准制备

标准储备液购于 AccuStandard 公司（New Haven, CT），方法 524.2 中所用的标准品列于表 5。

调谐测试标准制备——BFB

进行 VOC GC/MS 分析的第一步是确保 BFB 在 MSD 上可以生成保真的质谱图。完成 BFB 自动调谐后，按方法要求在色谱柱上注射适量的 BFB。

方法 524.2 要求使用 25 ng 或更低量的 BFB 进行分析并能满足方法要求的谱图标准。考虑到 GC 方法中的分流比和注射到色谱柱上适当的 BFB 质量，将表 5 中所列的调谐测试标准储备液配制成适当的浓度。推荐优化 VOC 分析的分流比为 150:1。

所以要对 BFB 储备液进行精确稀释，以保证注射到色谱柱上的 BFB 量准确。如可能，调节分流比使色谱柱上的 BFB 量适用于直接进样。例如，要在色谱柱上得到 25 ng BFB，分流比应为 80:1，调谐测试标准储备液的进样量为 1 μ L（1 μ L，2000 ng/ μ L \div 80 = 25 ng/ μ L 或者 25 ng）。

初始校准验证标液的制备

细心制备 ICAL 标准液对成功进行 VOC 分析非常重要。用于标准制备的水和甲醇的质量以及实验室和玻璃仪器的清洁度都会直接影响低于 ppb 级浓度水平的测定。制备标准系列时要始终使用 P&T 级别的甲醇和经反渗透（DI/RO）制备的去离子水。不要或者最大程度避免接触实验室中的常用溶剂，如二氯甲烷或丙酮，因为低至 1 ppb 的这些化合物也可以被 GC/MS 检测到。

至少需要两种不同的方法制备 ICAL 标准液。Atomx P&T 系统进行半自动制备，对人工制备的标准进行适当的稀释；StratUm/AQUATek 70 P&T 系统使用人工制备方法。相应的制备方案分别见表 6 和表 7。

表 5. 标准储备液，来自于 AccuStandard

类别	货号	浓度	化合物
调谐测试标准	CLP-004-80X	2000 μ g/mL	4-溴氟苯
强化溶液	M-524-FS	2000 μ g/mL	氟苯-IS 4-溴氟苯-SUR 1,2-二氯苯-d4-SUR
混标 1	M-502-10X	2000 μ g/mL	60 种
混标 2	M-524R-B	2000 μ g/mL	24 种

表 6. ICAL, 内标, 替代标准的制备, 用于 Atomx

方法 524.2 - ICAL 和强化标准的制备

使用 Atomx

终浓度	ICAL 标准液浓度	稀释/样品量
0.5 µg/L	50 µg/L [1]	100:1
1 µg/L	50 µg/L [1]	50:1
5 µg/L	50 µg/L [1]	10:1
10 µg/L	50 µg/L [1]	5:1
25 µg/L	50 µg/L [1]	2:1
50 µg/L	50 µg/L [1]	1:1

强化标准

1.0 µg/L	5 µL 使用 Atomx [2]	25 mL
5.0 µg/L	5 µL 使用 Atomx [2]	5 mL

AccuStandard 货号 M-502-10X 方法 502.2 挥发性有机化合物 (60 种), 浓度为 2000 µg/mL (2000000 µg/L)

AccuStandard 货号 M-524R-B 方法 524.2 增补 24 种挥发性有机化合物, 浓度为 2000 µg/mL (2000000 µg/L)

AccuStandard 货号 M-524-FS 方法 524.2 强化标准储备液, 浓度为 2000 µg/mL (2000000 µg/L)

[1] 合并和稀释每个目标组分的储备液: 取 500 µL 2000 µg/mL (2000000 µg/L) 的溶液于 10 mL 甲醇中制成浓度为 100 µg/mL (100000 µg/L) 标准使用液 (WS), 然后再取 50 µL 100 µg/mL (100000 µg/L) 的溶液于 10 mL 去离子水中制成浓度为 0.05 µg/mL (50 µg/L) ICAL 标液

[2] 稀释强化标准储备液: 取 25 µL 2000 µg/mL (2000000 µg/L) 的溶液于 10 mL 甲醇中制成浓度为 5 µg/mL (5000 µg/L) 标准使用液 (WS)

表 7. ICAL, 内标, 替代标准的制备, 用于 StratUm/AQUATek 70

方法 524.2-ICAL 和强化标准制备

使用 StratUm 和 AQUATek 70

终浓度	WS 体积	水体积
0.5 µg/L	5 µL [1]	200 mL
1 µg/L	5 µL [1]	100 mL
5 µg/L	25 µL [1]	100 mL
10 µg/L	50 µL [1]	100 mL
25 µg/L	125 µL [1]	100 mL
50 µg/L	250 µL [1]	100 mL

强化标准

1.0 µg/L	2 µL 使用 AQUATek 70 [2]	25 mL
5.0 µg/L	2 µL 使用 AQUATek 70 [2]	5 mL

AccuStandard 货号 M-502-10X 方法 502.2 挥发性有机化合物 (60 种), 浓度为 2000 µg/mL (2000000 µg/L)

AccuStandard 货号 M-524R-B 方法 524.2 增补 24 种挥发性有机化合物, 浓度为 2000 µg/mL (2000000 µg/L)

AccuStandard 货号 M-524-FS 方法 524.2 强化标准储备液, 浓度为 2000 µg/mL (2000000 µg/L)

[1] 合并和稀释每个目标组分的储备液: 取 100 µL 2000 µg/mL (2000000 µg/L) 的溶液于 10 mL 甲醇中制成浓度为 20 µg/mL (20000 µg/L) 标准使用液 (WS)

[2] 稀释强化标准储备液: 取 125 µL 2000 µg/mL (2000000 µg/L) 的溶液于 20 mL 甲醇中制成浓度为 12.5 µg/mL (12500 µg/L) 标准使用液 (WS)

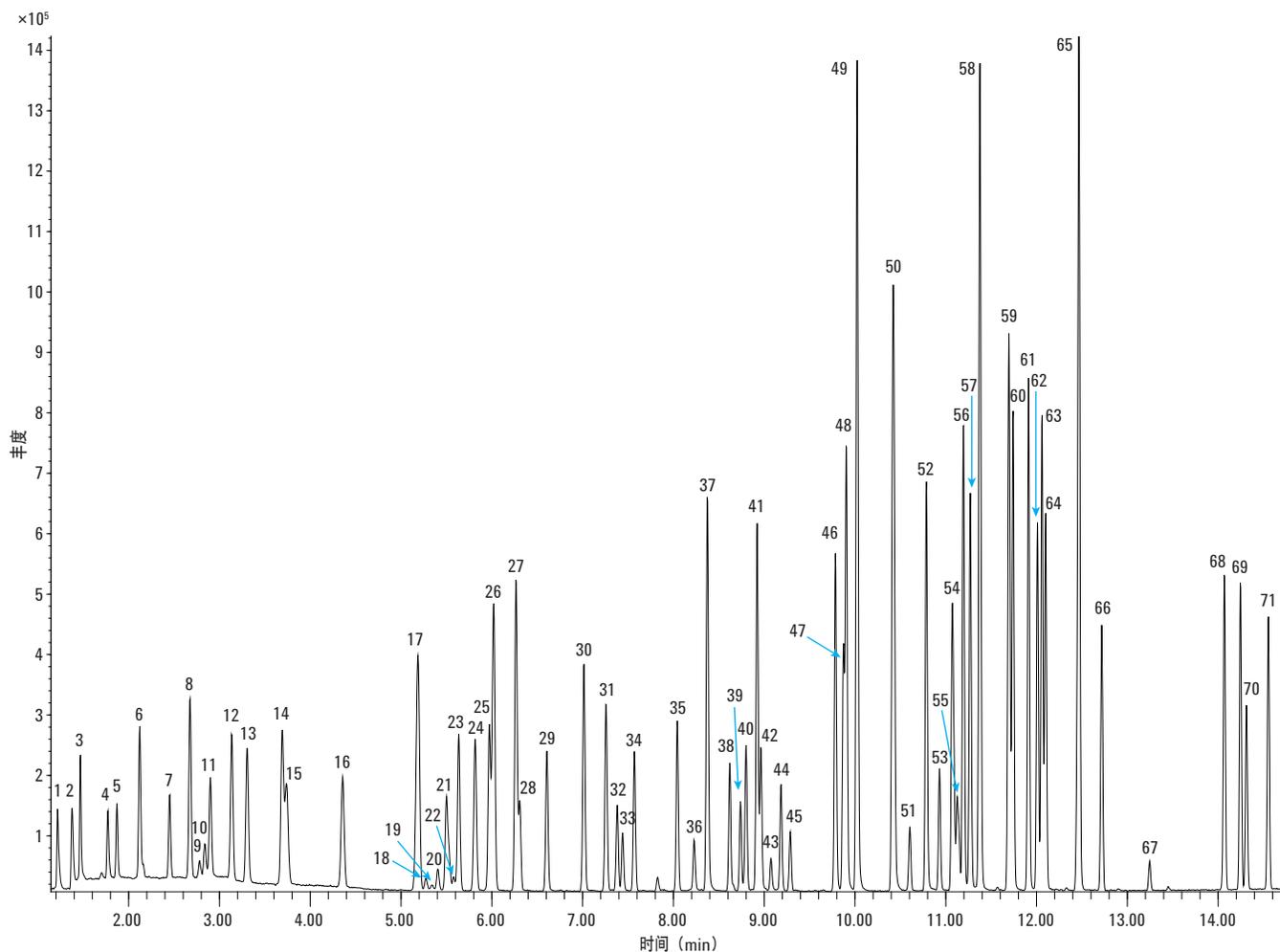
结果和讨论

在成功注射 BFB 并完成谱图评估后，开始运行校准系列范围内的 ICAL，浓度范围为 0.5–50 µg/L。

图 6 为 GC、MSD 和 P&T 按本研究指定设置的各项参数得到的一个典型的色谱图 (TIC)。在 ICAL 数据采集前要确保增益因子可以合理记录 MSD 的动态范围水平 [8]。使用系统 1 (Atomx PTC) 得到的典型 ICAL 结果见表 8，浓度范围在 0.25 到 50 µg/L。方法 524.2 指定所有化合物通过平均相对响应因子计算而得的 %RSD 必须小于 20%，否则，必须使用校准曲线的线性拟合程序或二次曲线拟合程序。虽然平均相对响应因子曲线拟合是首选，但通常低浓度下出现的误差更适用于线性或者二次曲线拟合，并且意味着低响应、分析物残留或者污染。但如果定量范围能延伸到这么低的浓度也说明不存在上述问题。表 8 中的结果表明，所有化合物的 %RSD 均满足小于 20% 的要求，大多数小于 10%。多浓度 ICAL 的稀释系列通过 Atomx 制备，25 µg/L 标液稀释成 0.25 µg/L，50 µg/L 标液稀释成其他浓度的。这说明了 Atomx

精湛的稀释能力。通过 Atomx PTC 导入的内标物和替代物的 %RSD < 5%，进样量为 5 µL。

包括 VOC 分析在内的大多数分析的准确度和精密度取决于采用的方法是否合适，尤其在低浓度的时候。方法 524.2 和 8260B 都允许 ICAL 有特定程度的差异。一般地，方法中特指用平均相对响应因子进行校准曲线的拟合和 %RSD 评估，以确定某个特定目标物的线性是否可以接受。如果使用平均相对响应因子，方法 524.2 规定 %RSD 小于 20% 或者更低，方法 8260B 规定 %RSD 小于 15% 或者更低。两种方法都允许进行线性或者二次曲线拟合，然而，由于准确度方面的潜在误差，要尽可能避免使用这些曲线拟合程序。这种方法得到 ICAL 目标分析物的精密度无可比拟。此外，使用方法 524.2 得到的内标物和替代物的结果充分证明了 GC/MS 和 P&T 仪器系统可以得到高水平的精密度。值得注意的是，使用 Atomx 半自动化制备 ICAL 标准并分配内标和替代物得到的准确度和精密度非常完美，可以通过两种类型化合物的 %RSD 得到证明。



- | | | | |
|-------------------|--|-----------------------------------|------------------------------------|
| 1. 二氯二氟甲烷 | 20. 丙烯酸甲酯 | 37. 甲苯 | 56. 正丙苯 |
| 2. 氯甲烷 | 21. 溴氯甲烷,
甲基丙烯腈 | 38. 反式-1,3-二氯丙烯 | 57. 2-氯甲苯 |
| 3. 氯乙烯 | 22. THF | 39. 甲基丙烯酸乙酯 | 58. 1,3,5-三乙基苯
4-氯甲苯 |
| 4. 溴甲烷 | 23. 氯仿 | 40. 1,1,2-三氯乙烷 | 59. 叔丁基苯 |
| 5. 氯乙烷 | 24. 1,1,1-三氯乙烷 | 41. 四氯乙烯 | 60. 1,2,4-三甲苯 |
| 6. 三氯氟甲烷 | 25. 1-氯丁烷 | 42. 1,3-二氯丙烷 | 61. 仲丁基苯 |
| 7. 乙醚 | 26. 四氯化碳,
1,1-二氯-1-丙烯 | 43. 2-己酮 | 62. 1,3-二氯苯 |
| 8. 1,1-二氯乙烯 | 27. 苯 | 44. 二溴一氯甲烷 | 63. 对异丙基甲苯 |
| 9. 丙酮 | 28. 1,2-二氯乙烷 | 45. 1,2-二溴乙烷 | 64. 1,4-二氯苯 |
| 10. 碘甲烷 | 29. 氟苯 | 46. 氯苯 | 65. 1,2-二氯苯-d4
1,2-二氯苯,
正丁基苯 |
| 11. 二硫化碳 | 30. 三氯乙烷 | 47. 1,1,1,2-四氯乙烷 | 66. 六氯乙烷 |
| 12. 氯丙烯 | 31. 1,2-二氯丙烷 | 48. 乙苯 | 67. 1,2-二溴-3-氯丙烷 (DBCP) |
| 13. 二氯甲烷 | 32. 二溴甲烷 | 49. 间/对二甲苯 | 68. 1,2,4-三氯苯 |
| 14. 丙烯腈 | 33. 甲基丙烯酸甲酯 | 50. 邻二甲苯, 苯乙烯 | 69. 六氯丁二烯 |
| 15. 甲基叔丁基醚 (MTBE) | 34. 溴代二氯甲烷 | 51. 溴仿 | 70. 萘 |
| 16. 1,1-二氯乙烷 | 35. 顺式-1,3-二氯丙烯 | 52. 异丙苯 | 71. 1,2,3-三氯苯 |
| 17. 2,2-二氯丙烷 | 36. 1,1-二氯丙酮,
2-硝基丙烷,
4-甲基-2-戊酮 (MIBK) | 53. 溴氟苯 | |
| 18. 2-丁酮 (MEK) | | 54. 溴苯 | |
| 19. 丙腈 | | 55. 1,2,3-三氯丙烷,
反式-1,4-二氯-2-丁烯 | |

图 6. 方法 524.2 ICAL 标准品的总离子流图

表 8. ICAL 用于方法 524.2, 浓度范围 0.25–50 µg/L, 使用 Atomx (待续)

方法 524.2 ICAL	0.25 µg/L RRF	0.5 µg/L RRF	1 µg/L RRF	5 µg/L RRF	10 µg/L RRF	25 µg/L RRF	50 µg/L RRF	均值 RRF	%RSD
氟苯 (ISTD)	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	1.000	4.0
二氯二氟甲烷	0.097	0.105	0.098	0.080	0.081	0.080	0.089	0.090	11.3
氯甲烷	0.167	0.176	0.183	0.153	0.149	0.139	0.147	0.159	10.4
氯乙烯	0.174	0.150	0.153	0.142	0.146	0.146	0.162	0.153	7.3
溴甲烷	0.063	0.073	0.070	0.056	0.063	0.064	0.075	0.066	9.8
氯乙烷	0.090	0.081	0.084	0.078	0.081	0.078	0.085	0.083	5.0
三氯氟甲烷	0.185	0.189	0.180	0.151	0.156	0.155	0.170	0.169	9.2
乙醚	0.084	0.078	0.078	0.066	0.070	0.068	0.073	0.074	8.6
1,1-二氯乙烯	0.203	0.182	0.191	0.164	0.172	0.170	0.186	0.181	7.5
丙酮				0.021	0.019	0.015	0.016	0.018	14.0
碘甲烷	0.051	0.059	0.066	0.077	0.079	0.067	0.064	0.066	15.0
二硫化碳	0.319	0.271	0.281	0.253	0.274	0.276	0.303	0.282	7.7
氯丙烯	0.212	0.193	0.202	0.187	0.196	0.192	0.201	0.198	4.2
二氯甲烷	0.188	0.156	0.157	0.143	0.150	0.145	0.156	0.157	9.5
反式-1,2-二氯乙烯	0.185	0.164	0.165	0.152	0.160	0.159	0.179	0.166	7.0
甲基叔丁基醚 (MTBE)	0.300	0.267	0.247	0.214	0.225	0.219	0.239	0.244	12.5
1,1-二氯乙烷	0.243	0.199	0.217	0.212	0.221	0.214	0.233	0.220	6.6
2,2-二氯丙烷	0.192	0.177	0.176	0.150	0.153	0.147	0.157	0.165	10.4
顺式-1,2-二氯乙烯	0.192	0.196	0.210	0.192	0.199	0.198	0.214	0.200	4.3
2-丁酮 (MEK)				0.028	0.026	0.024	0.025	0.025	6.9
溴氯甲烷	0.090	0.085	0.095	0.079	0.084	0.081	0.085	0.086	6.2
氯仿	0.195	0.196	0.201	0.196	0.207	0.202	0.221	0.202	4.4
1,1,1-三氯乙烷	0.187	0.171	0.183	0.171	0.178	0.175	0.192	0.180	4.5
1-氯丁烷	0.274	0.262	0.254	0.231	0.244	0.242	0.264	0.253	5.9
四氯化碳	0.162	0.157	0.169	0.146	0.153	0.153	0.170	0.158	5.5
1,1-二氯-1-丙烯	0.181	0.180	0.172	0.149	0.158	0.158	0.174	0.167	7.4
苯	0.509	0.483	0.502	0.467	0.488	0.482	0.528	0.494	4.1
1,2-二氯乙烷	0.127	0.119	0.124	0.109	0.112	0.112	0.120	0.118	5.7
三氯乙烯	0.152	0.132	0.131	0.118	0.122	0.122	0.134	0.130	8.7
1,2-二氯丙烷	0.154	0.128	0.129	0.117	0.124	0.121	0.130	0.129	9.3
二溴甲烷	0.048	0.049	0.049	0.046	0.050	0.048	0.052	0.049	3.8
溴代二氯甲烷	0.152	0.141	0.148	0.138	0.151	0.145	0.159	0.148	4.8
顺式-1,3-二氯丙烷	0.191	0.182	0.170	0.156	0.168	0.165	0.178	0.173	6.8
4-甲基-2-戊酮 (MIBK)				0.074	0.078	0.076	0.081	0.077	4.0
甲苯	0.584	0.528	0.530	0.482	0.510	0.504	0.554	0.527	6.4
反式-1,3-二氯丙烷	0.150	0.133	0.131	0.115	0.120	0.120	0.128	0.128	9.2
1,1,2-三氯乙烷	0.089	0.089	0.079	0.067	0.071	0.068	0.071	0.076	12.4
四氯乙烯	0.135	0.176	0.159	0.123	0.130	0.127	0.144	0.142	13.6
1,3-二氯丙烷	0.148	0.145	0.132	0.118	0.124	0.122	0.131	0.132	8.8
2-己酮				0.041	0.041	0.039	0.042	0.041	2.5
二溴一氯甲烷	0.104	0.098	0.096	0.084	0.091	0.091	0.098	0.094	6.8
1,2-二溴乙烷 (EDB)	0.084	0.081	0.073	0.060	0.064	0.063	0.066	0.070	13.6
氯苯	0.334	0.303	0.319	0.285	0.305	0.301	0.328	0.311	5.6
1,1,1,2-四氯乙烷	0.128	0.107	0.107	0.103	0.108	0.106	0.115	0.111	7.8
乙苯	0.618	0.577	0.577	0.519	0.544	0.549	0.611	0.571	6.3
间/对二甲苯	0.475	0.455	0.435	0.391	0.412	0.418	0.467	0.436	7.2
邻二甲苯	0.444	0.435	0.435	0.399	0.418	0.415	0.461	0.430	4.8
苯乙烯	0.337	0.327	0.332	0.308	0.326	0.327	0.361	0.331	4.8
溴仿	0.059	0.061	0.053	0.046	0.049	0.048	0.052	0.052	10.6
异丙苯	0.532	0.494	0.492	0.434	0.448	0.451	0.498	0.479	7.3

表 8. ICAL 用于方法 524.2, 浓度范围 0.25–50 µg/L, 使用 Atomx (续表)

方法 524.2 ICAL	0.25 µg/L RRF	0.5 µg/L RRF	1 µg/L RRF	5 µg/L RRF	10 µg/L RRF	25 µg/L RRF	50 µg/L RRF	均值 RRF	%RSD
溴氟苯 (SUR)	0.323	0.332	0.323	0.319	0.332	0.330	0.348	0.330	2.9
溴苯	0.195	0.209	0.233	0.196	0.214	0.211	0.221	0.211	6.3
1,1,2,2-四氯乙烷	0.098	0.119	0.102	0.093	0.093	0.081	0.080	0.095	14.0
1,2,3-三氯丙烷	0.031	0.025	0.026	0.020	0.021	0.019	0.020	0.023	18.3
正丙苯	0.405	0.389	0.378	0.343	0.359	0.357	0.392	0.375	6.0
2-氯甲苯	0.409	0.397	0.378	0.343	0.359	0.357	0.392	0.377	6.5
1,3,5-三甲苯	0.535	0.476	0.460	0.411	0.432	0.431	0.478	0.460	9.0
4-氯甲苯	0.479	0.472	0.432	0.381	0.405	0.406	0.450	0.432	8.6
叔丁基苯	0.518	0.470	0.450	0.395	0.419	0.415	0.455	0.446	9.2
1,2,4-三甲基苯	0.498	0.484	0.455	0.403	0.424	0.427	0.472	0.452	7.7
仲丁基苯	0.701	0.681	0.617	0.517	0.549	0.551	0.612	0.604	11.5
1,3-二氯苯	0.270	0.255	0.244	0.212	0.226	0.223	0.244	0.239	8.4
对异丙基甲苯	0.573	0.520	0.477	0.400	0.424	0.430	0.478	0.472	12.7
1,4-二氯苯	0.259	0.253	0.247	0.208	0.221	0.221	0.242	0.236	8.1
1,2-二氯苯-d4 (SURR)	0.290	0.275	0.287	0.280	0.288	0.289	0.303	0.287	3.1
1,2-二氯苯	0.225	0.229	0.213	0.183	0.194	0.192	0.210	0.207	8.5
正丁基苯	0.569	0.540	0.496	0.407	0.430	0.437	0.495	0.482	12.5
六氯乙烷	0.107	0.104	0.093	0.082	0.087	0.089	0.099	0.095	9.8
1,2-二溴-3-氯丙烷 (DBCP)	0.014	0.015	0.014	0.013	0.013	0.011	0.011	0.013	12.0
1,2,4-三氯苯	0.180	0.179	0.161	0.132	0.144	0.146	0.162	0.158	11.5
六氯丁二烯	0.126	0.118	0.100	0.089	0.088	0.088	0.098	0.101	15.3
萘	0.305	0.280	0.262	0.210	0.227	0.229	0.250	0.252	13.1
1,2,3-三氯苯	0.154	0.140	0.139	0.115	0.124	0.123	0.137	0.133	10.0

大多数化合物的报告限为 0.5 µg/L。但也有一些化合物的报告限较高。酮类化合物如丙酮，报告限为 5.0 µg/L。报告限存在一定的区域差异，但通常引用的报告限于表 9。

图 7 例举了气体的 EIC 图。溴甲烷和氯乙烷的关系非常重要。氯乙烷应该在 EIC 中出峰，相对于溴甲烷的丰度为 75% 或更高。如果氯乙烷的丰度不够，则表明样品路径或者捕集阱存在活性。GC 和 P&T 系统中有水分进入会在脱卤化氢的过程中显示出来。表现为在对 1,1,2,2-四氯乙烷、四氯乙烯、三氯乙烯和其他有可能进行脱卤化氢的 VOC 进行 ICAL 和 MDL 测试中出现较高的 %RSD 值，或者较差的线性拟合 ($R^2 < 0.98$)。

在验证所有目标分析物使用平均相对响应因子拟合曲线（所有 %RSD < 20%）得到的线性 (R^2) 均在 2 个 9 以上后，即开始 MDL 测试。对最低浓度 0.25 µg/L 的标液重复实验 7 次，根据公式 1 计算 MDL。

公式 1. MDL 计算公式

$$MDL = s \times t_{(n-1, 1-\alpha=99)} = s \times 3.143$$

式中：

$(n-1, 1-\alpha) = n-1$ 个自由度，99% 置信区间下的 t 值

n = 实验次数

s = 7 次实验的相对标准偏差

表 9 列出了从方法 524.2 中计算得到的 MDL，采用本分析的仪器条件。ppt 级的低浓度数据表明，此方法还可用于更低浓度的检测。

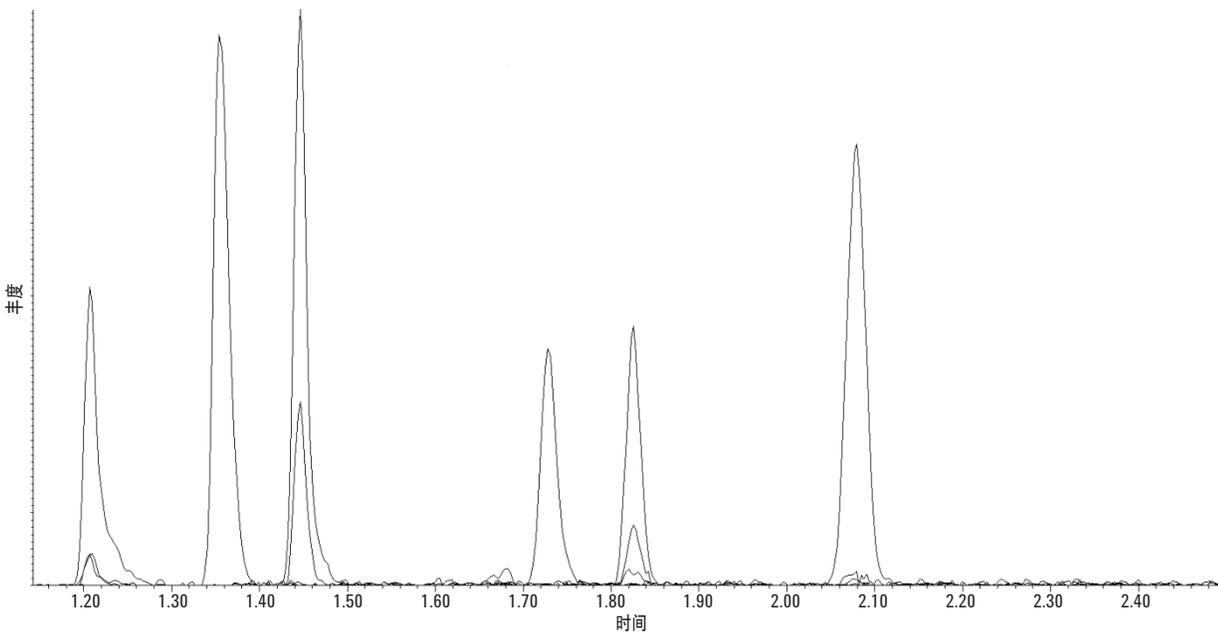


图 7. 气体的提取离子谱图，从左到右依次为：二氯二氟甲烷 (m/z 85)，氯甲烷 (m/z 50)，氯乙烯 (m/z 62)，溴甲烷 (m/z 94)，氯乙烷 (m/z 64) 和三氯氟甲烷 (m/z 101)

表 9. 方法 524.2 运行 0.25 µg/L 标液计算得到的 MDL, 使用 Atomx (待续)

方法 524.2 MDL 测试	加标 µg/L	MDL 1 µg/L	MDL 2 µg/L	MDL 3 µg/L	MDL 4 µg/L	MDL 5 µg/L	MDL 6 µg/L	MDL 7 µg/L	均值 µg/L	SD µg/L	MDL µg/L
氟苯 (ISTD)	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	0.000	不适用
二氯二氟甲烷	0.25	0.31	0.32	0.28	0.29	0.25	0.26	0.29	0.29	0.025	0.08
氯甲烷	0.25	0.29	0.31	0.28	0.28	0.28	0.27	0.29	0.29	0.013	0.04
氯乙烯	0.25	0.23	0.25	0.28	0.28	0.27	0.27	0.25	0.26	0.019	0.06
溴甲烷	0.25	0.30	0.28	0.27	0.27	0.29	0.30	0.32	0.29	0.018	0.06
氯乙烷	0.25	0.23	0.23	0.24	0.24	0.23	0.23	0.28	0.24	0.018	0.06
三氯氟甲烷	0.25	0.25	0.28	0.29	0.27	0.28	0.25	0.28	0.27	0.016	0.05
乙醚	0.25	0.29	0.26	0.29	0.29	0.28	0.29	0.28	0.28	0.011	0.03
1,1-二氯乙烯	0.25	0.25	0.30	0.29	0.30	0.27	0.28	0.29	0.28	0.018	0.06
丙酮	2.00	2.61	2.94	2.90	3.00	2.93	2.76	2.96	2.87	0.138	0.43
碘甲烷	0.25	0.28	0.20	0.27	0.30	0.26	0.17	0.23	0.24	0.046	0.15
二硫化碳	0.25	0.25	0.25	0.27	0.26	0.24	0.25	0.27	0.26	0.011	0.04
氯丙烯	0.25	0.25	0.24	0.28	0.26	0.25	0.27	0.28	0.26	0.016	0.05
二氯甲烷	0.25	0.28	0.28	0.31	0.28	0.27	0.33	0.30	0.29	0.021	0.07
反式-1,2-二氯乙烯	0.25	0.31	0.31	0.29	0.26	0.31	0.27	0.27	0.29	0.022	0.07
甲基叔丁基醚 (MTBE)	0.25	0.27	0.26	0.28	0.28	0.27	0.28	0.26	0.27	0.009	0.03
1,1-二氯乙烷	0.25	0.25	0.24	0.26	0.27	0.23	0.21	0.25	0.24	0.020	0.06
2,2-二氯丙烷	0.25	0.20	0.07	0.20	0.18	0.22	0.20	0.21	0.18	0.051	0.16
顺式-1,2-二氯乙烯	0.25	0.28	0.26	0.28	0.30	0.30	0.26	0.31	0.28	0.020	0.06
2-丁酮 (MEK)	1.00	0.92	1.06	0.88	1.01	0.97	1.02	1.06	0.99	0.069	0.22
溴氯甲烷	0.25	0.29	0.30	0.28	0.33	0.28	0.29	0.32	0.30	0.020	0.06
氯仿	0.25	0.22	0.22	0.23	0.25	0.23	0.24	0.25	0.23	0.013	0.04
1,1,1-三氯乙烷	0.25	0.23	0.24	0.27	0.25	0.24	0.23	0.27	0.25	0.017	0.05
1-氯丁烷	0.25	0.28	0.28	0.26	0.29	0.28	0.25	0.29	0.28	0.015	0.05
四氯化碳	0.25	0.22	0.24	0.24	0.25	0.21	0.22	0.24	0.23	0.015	0.05
1,1-二氯-1-丙烯	0.25	0.29	0.29	0.29	0.30	0.28	0.28	0.24	0.28	0.020	0.06
苯	0.25	0.28	0.28	0.29	0.30	0.29	0.28	0.28	0.29	0.008	0.02
1,2-二氯乙烷	0.25	0.29	0.31	0.27	0.31	0.25	0.32	0.28	0.29	0.025	0.08
三氯乙烯	0.25	0.23	0.25	0.27	0.25	0.26	0.25	0.24	0.25	0.013	0.04
1,2-二氯丙烷	0.25	0.37	0.39	0.37	0.31	0.32	0.33	0.30	0.34	0.035	0.11
二溴甲烷	0.25	0.23	0.25	0.23	0.28	0.23	0.25	0.26	0.25	0.019	0.06
溴代二氯甲烷	0.25	0.23	0.22	0.23	0.25	0.22	0.23	0.23	0.23	0.010	0.03
顺式-1,3-二氯丙烷	0.25	0.24	0.26	0.24	0.26	0.23	0.24	0.26	0.25	0.013	0.04
4-甲基-2-戊酮 (MIBK)	0.25	0.25	0.34	0.28	0.28	0.38	0.31	0.38	0.32	0.051	0.16
甲苯	0.25	0.25	0.24	0.24	0.26	0.24	0.24	0.24	0.24	0.008	0.02
反式-1,3-二氯丙烷	0.25	0.26	0.27	0.23	0.27	0.27	0.22	0.24	0.25	0.021	0.07
1,1,2-三氯乙烷	0.25	0.34	0.35	0.35	0.39	0.35	0.35	0.35	0.35	0.016	0.05
四氯乙烯	0.25	0.28	0.30	0.30	0.33	0.29	0.42	0.31	0.32	0.047	0.15
1,3-二氯丙烷	0.25	0.26	0.30	0.29	0.30	0.29	0.29	0.30	0.29	0.014	0.04
2-己酮	1.00	0.79	0.84	0.84	0.87	0.81	0.75	0.79	0.81	0.040	0.13
二溴氯甲烷	0.25	0.25	0.26	0.25	0.28	0.24	0.25	0.24	0.25	0.014	0.04
1,2-二溴乙烷 (EDB)	0.25	0.25	0.32	0.27	0.30	0.33	0.26	0.32	0.29	0.033	0.10
氯苯	0.25	0.23	0.25	0.24	0.25	0.24	0.24	0.24	0.24	0.007	0.02
1,1,1,2-四氯乙烷	0.25	0.23	0.23	0.26	0.26	0.22	0.24	0.24	0.24	0.015	0.05
乙苯	0.25	0.24	0.25	0.24	0.25	0.24	0.23	0.27	0.25	0.013	0.04
间/对二甲苯	0.50	0.48	0.49	0.49	0.53	0.50	0.49	0.50	0.50	0.016	0.05
邻二甲苯	0.25	0.26	0.25	0.24	0.26	0.24	0.24	0.24	0.25	0.010	0.03
苯乙烯	0.25	0.37	0.38	0.37	0.40	0.36	0.35	0.37	0.37	0.016	0.05
溴仿	0.25	0.25	0.27	0.31	0.27	0.29	0.26	0.30	0.28	0.022	0.07
异丙苯	0.25	0.23	0.25	0.26	0.28	0.26	0.26	0.28	0.26	0.017	0.05
溴氟苯 (SUR)	1.00	1.00	1.03	1.03	1.05	1.03	1.05	1.05	1.03	0.018	0.06
溴苯	0.25	0.27	0.31	0.29	0.28	0.29	0.29	0.30	0.29	0.013	0.04
1,1,2,2-四氯乙烷	0.25	0.28	0.29	0.32	0.31	0.30	0.29	0.28	0.30	0.015	0.05
1,2,3-三氯丙烷	0.25	0.28	0.32	0.35	0.22	0.39	0.31	0.32	0.31	0.053	0.17
正丙苯	0.25	0.27	0.29	0.29	0.28	0.27	0.26	0.27	0.28	0.011	0.04
2-氯甲苯	0.25	0.27	0.28	0.28	0.28	0.27	0.26	0.27	0.27	0.008	0.02
1,3,5-三甲基苯	0.25	0.26	0.26	0.25	0.26	0.25	0.26	0.27	0.26	0.007	0.02
4-氯甲苯	0.25	0.25	0.26	0.26	0.29	0.25	0.26	0.27	0.26	0.014	0.04
叔丁基苯	0.25	0.25	0.25	0.25	0.28	0.24	0.23	0.25	0.25	0.015	0.05

表 9. 方法 524.2 运行 0.25 µg/L 标液计算得到的 MDL, 使用 Atomx (续表)

方法 524.2 MDL 测试	加标 µg/L	MDL 1 µg/L	MDL 2 µg/L	MDL 3 µg/L	MDL 4 µg/L	MDL 5 µg/L	MDL 6 µg/L	MDL 7 µg/L	均值 µg/L	SD µg/L	MDL µg/L
1,2,4-三甲基苯	0.25	0.25	0.25	0.26	0.27	0.26	0.25	0.27	0.26	0.009	0.03
仲丁基苯	0.25	0.27	0.28	0.27	0.29	0.28	0.26	0.29	0.28	0.011	0.03
1,3-二氯苯	0.25	0.27	0.26	0.26	0.27	0.27	0.23	0.28	0.26	0.016	0.05
对异丙基甲苯	0.25	0.27	0.28	0.27	0.28	0.27	0.27	0.27	0.27	0.005	0.02
1,4-二氯苯	0.25	0.25	0.27	0.25	0.28	0.27	0.25	0.27	0.26	0.013	0.04
1,2-二氯苯-d4 (SURR)	1.00	1.09	1.13	1.08	1.09	1.11	1.10	1.09	1.10	0.017	0.05
1,2-二氯苯	0.25	0.28	0.31	0.29	0.31	0.30	0.29	0.31	0.30	0.012	0.04
正丁基苯	0.25	0.28	0.28	0.28	0.30	0.29	0.26	0.31	0.29	0.016	0.05
六氯乙烷	0.25	0.25	0.25	0.26	0.24	0.25	0.24	0.25	0.25	0.007	0.02
1,2-二溴-3-氯丙烷 (DBCP)	0.25	0.24	0.26	0.29	0.36	0.27	0.30	0.32	0.29	0.040	0.13
1,2,4-三氯苯	0.25	0.29	0.29	0.26	0.29	0.29	0.27	0.28	0.28	0.012	0.04
六氯丁二烯	0.25	0.33	0.28	0.27	0.30	0.30	0.28	0.30	0.29	0.020	0.06
萘	0.25	0.33	0.33	0.31	0.33	0.30	0.31	0.31	0.32	0.013	0.04
1,2,3-三氯苯	0.25	0.29	0.28	0.27	0.29	0.27	0.27	0.30	0.28	0.012	0.04

随着 VOC 监管的持续加强, 更低浓度的测定需求日益紧迫。因此有必要设置低于 0.5 或 0.25 µg/L 的校准浓度, 同时在校准范围内还要保留较高的浓度。纵观 MSD 的历史, 由于 MSD 的目标物调谐, 成功测试跨越三个数量级的校准范围曾经是个挑战。现在, 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。表 10 为典型 ICAL 结果的举例。此例用了四种特定类别的 VOC:

- **三卤甲烷 (THM)** ——此类化合物用于市政地下水监测。因为对地下水存在的潜在影响, 消毒剂和消毒副产物是主要的监测目标
- **气体**——由于气体中 VOC 的挥发性和色谱特性, 其分析一直是难点
- **芳香烃**——因为谱图中分子离子峰的强度较高, 低 ppt 水平芳香烃化合物的分析不存在任何问题。面临的挑战是在未达到信号饱和点的条件下分析极低水平的非芳香烃类化合物
- **脱卤化氢化合物**——这些化合物可以提示 P&T 系统中有水分进入

表 10 为 0.1–100 µg/L 范围内 ICAL 的数据, 此范围覆盖了整整三个数量级。使用平均相对响应因子曲线拟合, 所有化合物的线性均良好。所有 %RSD 均小于方法要求的 20%。因此无需再进行线性和二次曲线拟合。脱卤化氢类化合物的数据表明系统中无水分进入。甲基叔丁基醚 (MTBE) 一种添加到汽油中的氧化剂, 表现出了可以接受的性能。所有 %RSD 均小于 20%, 说明不存在信号饱和。所有四种 THM 化合物均表现出优异的线性。内标物氟苯的 %RSD 为 7.7% 说明了其卓越的性能。

根据相同的方法对接下来的 MDL 进行了测试, 通过浓度为 0.1 µg/L 的标液测试计算得到的 MDL 结果见表 11。

表 10. 方法 524.2 运行 0.1–100 µg/L 范围内的 ICAL, 使用 Atomx

方法 524.2 ICAL 选定化合物	0.1 µg/L RRF	0.25 µg/L RRF	0.5 µg/L RRF	1 µg/L RRF	5 µg/L RRF	10 µg/L RRF	25 µg/L RRF	50 µg/L RRF	100 µg/L RRF	均值 RRF	%RSD
氟苯 (ISTD)	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	ISTD	1.000	7.7
氯乙烯	0.189	0.174	0.150	0.153	0.142	0.146	0.146	0.162	0.149	0.157	10.0
氯乙烷	0.108	0.090	0.081	0.084	0.078	0.081	0.078	0.085	0.075	0.085	11.6
氯丙烯	0.249	0.212	0.193	0.202	0.187	0.196	0.192	0.201	0.182	0.202	9.8
甲基叔丁基醚 (MTBE)	0.334	0.300	0.267	0.247	0.214	0.225	0.219	0.239	0.211	0.250	16.9
氯仿	0.241	0.195	0.196	0.201	0.196	0.207	0.202	0.221	0.207	0.207	7.2
1,1,1-三氯乙烷	0.210	0.187	0.171	0.183	0.171	0.178	0.175	0.192	0.172	0.182	7.1
四氯化碳	0.170	0.162	0.157	0.169	0.146	0.153	0.153	0.170	0.149	0.159	5.8
苯	0.724	0.509	0.483	0.502	0.467	0.488	0.482	0.528	0.570	0.528	15.1
三氯乙烯	0.156	0.152	0.132	0.131	0.118	0.122	0.122	0.134	0.116	0.131	10.8
二溴甲烷	0.056	0.048	0.049	0.049	0.046	0.050	0.048	0.052	0.046	0.049	6.5
溴代二氯甲烷	0.168	0.152	0.141	0.148	0.138	0.151	0.145	0.159	0.148	0.150	6.2
甲苯	0.660	0.584	0.528	0.530	0.482	0.510	0.504	0.554	0.502	0.539	10.1
四氯乙烯	0.217	0.148	0.158	0.159	0.142	0.130	0.127	0.144	0.170	0.155	17.5
二溴氯甲烷	0.126	0.104	0.098	0.096	0.084	0.091	0.091	0.098	0.091	0.098	12.3
氯苯	0.343	0.334	0.303	0.319	0.285	0.305	0.301	0.328	0.295	0.313	6.3
1,1,1,2-四氯乙烷	0.130	0.128	0.107	0.107	0.103	0.108	0.106	0.115	0.106	0.112	8.9
乙苯	0.632	0.618	0.577	0.577	0.519	0.544	0.549	0.611	0.553	0.575	6.6
间/对二甲苯	0.502	0.475	0.455	0.435	0.391	0.412	0.418	0.467	0.405	0.440	8.4
邻二甲苯	0.528	0.444	0.435	0.435	0.399	0.418	0.415	0.461	0.419	0.440	8.6
溴仿	0.070	0.059	0.061	0.053	0.046	0.049	0.048	0.052	0.048	0.054	14.5
溴氟苯 (SURR)	0.351	0.323	0.332	0.323	0.319	0.332	0.330	0.348	0.367	0.336	4.7
1,1,2,2-四氯乙烷	0.131	0.098	0.119	0.102	0.093	0.093	0.081	0.080	0.085	0.098	17.7
1,2-二氯苯-d4 (SURR)	0.326	0.29	0.275	0.287	0.28	0.288	0.289	0.303	0.351	0.299	8.3

表 11. 方法 524.2 运行 0.1 µg/L 标液计算得到的 MDL, 使用 Atomx

方法 524.2 MDL 测试 选定化合物	加标 µg/L	MDL 1 µg/L	MDL 2 µg/L	MDL 3 µg/L	MDL 4 µg/L	MDL 5 µg/L	MDL 6 µg/L	MDL 7 µg/L	均值 µg/L	SD µg/L	MDL µg/L
氟苯 (ISTD)	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00		
氯乙烯	0.10	0.13	0.12	0.14	0.09	0.12	0.10	0.11	0.12	0.017	0.05
氯乙烷	0.10	0.10	0.13	0.11	0.07	0.11	0.16	0.13	0.12	0.028	0.09
氯丙烯	0.10	0.15	0.12	0.10	0.11	0.11	0.12	0.14	0.12	0.018	0.06
甲基叔丁基醚 (MTBE)	0.10	0.13	0.13	0.13	0.07	0.12	0.11	0.11	0.11	0.021	0.07
氯仿	0.10	0.09	0.12	0.09	0.10	0.11	0.11	0.10	0.10	0.011	0.03
1,1,1-三氯乙烷	0.10	0.13	0.12	0.14	0.10	0.11	0.11	0.12	0.12	0.013	0.04
四氯化碳	0.10	0.11	0.11	0.12	0.08	0.11	0.10	0.10	0.10	0.013	0.04
苯	0.10	0.13	0.14	0.14	0.13	0.12	0.12	0.14	0.13	0.009	0.03
三氯乙烯	0.10	0.12	0.12	0.13	0.10	0.12	0.12	0.11	0.12	0.010	0.03
二溴甲烷	0.10	0.11	0.11	0.12	0.11	0.09	0.09	0.09	0.10	0.013	0.04
溴代二氯甲烷	0.10	0.12	0.11	0.11	0.11	0.10	0.08	0.11	0.11	0.013	0.04
甲苯	0.10	0.11	0.12	0.13	0.11	0.11	0.11	0.12	0.12	0.008	0.02
四氯乙烷	0.10	0.12	0.14	0.14	0.12	0.15	0.14	0.14	0.14	0.011	0.04
二溴氯甲烷	0.10	0.12	0.12	0.13	0.10	0.13	0.12	0.12	0.12	0.010	0.03
氯苯	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.10	0.10	0.11	0.11	0.005	0.02
1,1,1,2-四氯乙烷	0.10	0.11	0.12	0.13	0.09	0.11	0.13	0.09	0.11	0.017	0.05
乙苯	0.10	0.11	0.11	0.12	0.11	0.12	0.12	0.12	0.12	0.005	0.02
间/对二甲苯	0.20	0.20	0.20	0.22	0.19	0.20	0.21	0.20	0.20	0.010	0.03
邻二甲苯	0.10	0.11	0.12	0.12	0.11	0.10	0.12	0.12	0.11	0.008	0.02
溴仿	0.10	0.11	0.13	0.11	0.11	0.10	0.13	0.12	0.12	0.011	0.04
溴氟苯 (SURR)	1.00	1.07	1.05	1.01	1.05	1.05	1.05	1.03	1.04	0.019	0.06
1,1,2,2-四氯乙烷	0.10	0.12	0.13	0.11	0.12	0.13	0.11	0.11	0.12	0.009	0.03
1,2-二氯苯-d4 (SURR)	1.00	1.09	1.09	1.09	1.08	1.07	1.11	1.09	1.09	0.012	0.04

所有的 MDL 均低于 ppt, 接近 ppq 上限。大约每 12 个小时要进行一次校准测试以确认调谐和校准有效。这被称为连续校准确认 (CCV)。新型 BFB 自动调谐具有非常高的稳定性, 某些测试点连续几个月运行样品, 不需要重新调谐或者出现不能满足 CCV 标准的情况。附录 J 为测试点运行方法 8260B 得到的数据情况。

结论

虽然作为全球环境实验室的标准分析方法, GC/MS 和 P&T 联用分析 VOC 的方法一直进行着改进。越来越低浓度的检测要求促进了这一发展, 因此新型先进的技术起着决定性的作用。色谱柱和 GC 进样口的衬管技术如超高惰性 [UI] 处理提供了高度的稳定性和持久性。MSD 调谐方面的改进提供了更高的灵敏度和稳定性。自从 5971A MSD 问世以来, BFB 自动调谐是 MSD 技术最显著的增强之一。BFB 自动调谐将灵敏度提高到了 ppq 的水平, 允许实验室在几个星期甚至更长的时间而不是几天内进行稳定的测试。P&T 技术的进步使准确度和精密度的动态工作范围内提高到了前所未有的高度。

但 VOC 分析分析的基础仍需牢记。所有三台系统 GC、MSD 和 P&T 参数的正确设置对成功至关重要。随着技术的进步允许进行越来越低浓度的分析, 继续遵循那些 90 年代早期就已证明成熟稳健的良好实践势在必行。这种实践还将会一直引领 VOC 的 GC/MS 分析进入到 21 世纪。

参考文献

1. R.D. Dandeneau and E.H. Zerenner, *J. High Resolut. Chromatogr.* 2, 351–356 (1979).
2. R.D. Dandeneau and E.H. Zerenner, *LCGC* 8(12), 908–912 (1990).
3. L.S. Ettre, *The Evolution of Capillary Columns for Gas Chromatography*, *LCGC* 19(1), 48-59 (2001).
4. J.S. Hollis, *EPA Method 524.2 by capillary direct split mode using the HP5972A Mass Selective Detector [MSD]*, HP Application Note 5962-8659E (1993).
5. J.W. Munch, T.A. Bellar, J.W. Eichelberger, W.L. Budde, R.W. Slater, Jr., A. Alford-Stevens, *Method 524.2 – Measurement of Purgeable Organic Compounds In Water by Capillary Column Gas Chromatography/Mass Spectrometry – Revision 4.1*.
6. EPA Publication SW-846 “Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods, Method 8260B – Volatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS).
7. 增强的标准化仪器调谐功能: 了解优势和特性, 安捷伦科技公司, 技术说明: 5989-7654EN (www.chem.agilent.com)
8. 质谱仪电子轰击离子源与化学电离源的清洗和安装, 安捷伦科技有限公司, 技术说明: 5989-5974CHCN (www.chem.agilent.com)

致谢

安捷伦科技对几个月以来参与测试计划的以下实验室表示最诚挚的感谢：

Agriculture & Priority Pollutants Laboratories, Inc.

(APPL, Inc.)

Clovis, CA

Caltest Laboratories

Napa, CA

Columbia Analytical Services

Kelso, WA

Orange Coast Analytical

Tustin, CA

Test America

Sacramento, CA

USEPA – Region 6

Environmental Services Branch

Houston, TX

没有你们珍贵的反馈和数据，这篇文章不会成文，谢谢。

作者非常感谢 Teledyne-Tekmar 推动 VOC 分析技术进入 21 世纪，没有 Preston Hoppes 和 Nate Valentine 的精诚合作，这种促进将不会发生。

作者同样要感谢安捷伦科技公司的 Dale Walker 提供的帮助和合作。

Harry Prest 非常感激 Jeff Kernan 和 Randy Roushall 在进行 BFB Autotune 开发过程中给予的有益的建议，同样感谢 Joe Dalessio（安捷伦科技 Little Falls 工厂）在调谐测试中的帮助。

Jeff Hollis 要感谢 Casey Wood，是他在整个项目过程中一直赋予作者灵感，并提醒作者这不仅是艺术的科学，同时也是科学的艺术。谢谢。

附录 A

安捷伦 GC/MS 方法采集 BFB 参数

仪器参数: 方法 BFB_524_2.M

GC 采集参数

样品进样	GC
进样来源	外部设备
质谱	启用
平衡时间	0 min
最高温度	260 °C
慢速风扇	不启动
柱箱升温	开启 40 °C 保持 1 min 25 °C/min 升到 200 °C 保持 0.6 min 运行时间 8 min
前 SS 进样口	氮气
模式	分流
加热	200 °C
压力	14.517 psi
总流量	110.7 mL/min
隔垫吹扫流量	5 mL/min
载气节约	关闭
分流比	150:1
分流流量	105 mL/min
热接口 2 (MSD 传输线)	
加热器	开启
温度	250 °C
色谱柱	Agilent J&W 121-1324UI, DB-624UI, 20 m × 180 µm, 1 µm
最高温度	260 °C
进口	前 SS 进样口氮气
出口	真空
初始温度	40 °C
压力	14.517 psi
恒流	0.7 mL/min
平均线速度	37.157 cm/s
保持时间	0.8971 min
运行时间	8 min

MS 采集参数

调谐文件	BFB_Atune.u
采集模式	全扫描
溶剂延迟	3.00 min
EMV 模式	增益因子
增益因子	5.00
全扫描参数	
低质量数	35.0
高质量数	260.0
阈值	100
样品	2 A/D 样品 4
MS	
MS 离子源	250 °C
MS 四级杆	200 °C
痕量离子检测器	开启

附录 B

安捷伦 GC/MS 测定 VOC 仪器条件

仪器参数: 方法 BFB_524_2.M

GC 采集参数

样品进样	GC
进样来源	外部设备
质谱	启用
平衡时间	0 min
最高温度	260 °C
慢速风扇	不启用
柱箱升温	开启 35 °C 保持 4 min 以 15 °C/min 升至 240 °C 保持 0.3333 min 运行时间 18 min
前 SS 进样口	氮气
模式	分流
加热	200 °C
压力	14.125 psi
总流量	110.7 mL/min
隔垫吹扫流量	5 mL/min
载气节约	关闭
分流比	150:1
分流流量	105 mL/min
热接口 2 (MSD 传输线)	
加热器	开启
温度	250 °C
色谱柱	Agilent J&W 121-1324UI, DB-624UI, 20 m × 180 μm, 1 μm
最高温度	260 °C
进口	前 SS 进样口氮气
出口	真空
初始温度	35 °C
压力	14.125 psi
恒流	0.7 mL/min
平均线速度	37.062 cm/s
保持时间	0.8994 min
运行时间	18 min

MS 采集参数

调谐文件	BFB_Atune.u
采集模式	全扫描
溶剂延迟	1.05 min
EMV 模式	增益因子
增益因子	5.00
全扫描参数	
低质量数	35.0
高质量数	260.0
阈值	100
样品	2 A/D 样品 4
MS	
MS 离子源	250 °C
MS 四级杆	200 °C
痕量离子检测器	开启

方法 524.M 化合物及其保留时间和标称定量离子推荐列表

化合物	保留时间	信号	Q1 信号	Q2 信号	Q3 信号
氟苯 (ISTD)	6.61	96	77		
二氯二氟甲烷	1.22	85	87	50	
氯甲烷	1.37	50	52	49	
氯乙烯	1.47	62	64		
溴甲烷	1.77	94	96	93	79
氯乙烷	1.87	64	66	49	
三氯氟甲烷	2.12	101	103	66	105
乙醚	2.45	59	74	45	43
1,1-二氯乙烯	2.68	61	96	98	
丙酮	2.78	43	58		
碘甲烷	2.84	142	127	141	
二硫化碳	2.9	76			
氯丙烯	3.13	41	39	76	78
二氯甲烷	3.31	49	84	86	51
反式-1,2-二氯乙烯	3.69	61	96	98	63
丙烯腈	3.69	53	52	51	
甲基叔丁基醚 (MTBE)	3.74	73	57	43	41
1,1-二氯乙烷	4.36	63	65		
2,2-二氯丙烷	5.18	77	41	79	39
顺式-1,2-二氯乙烯	5.19	61	96	98	63
2-丁酮 (MEK)	5.27	43	72		
丙腈	5.35	54	52		
丙烯酸甲酯	5.4	55	85	42	
溴氯甲烷	5.5	49	130	128	51
甲基丙烯腈	5.53	41	67	39	51
THF	5.58	42	41	71	
氯仿	5.64	83	85	47	
1,1,1-三氯乙烷	5.82	97	99	61	
1-氯丁烷	5.97	56	49		
四氯化碳	6.01	117	119	121	82
1,1-二氯-1-丙烯	6.03	75	39	110	77
苯	6.26	78	77	51	52.1
1,2-二氯乙烷	6.31	62	64	49	
三氯乙烯	7.02	130	95	132	97
1,2-二氯丙烷	7.26	63	62	41	76
二溴甲烷	7.38	174	93	95	172
甲基丙烯酸甲酯	7.44	41	69	39	100
溴代二氯甲烷	7.57	83	85	47	48
顺式-1,3-二氯丙烷	8.04	75	39	77	110
2-硝基丙烷	8.23	43	41	39	42
4-甲基-2-戊酮 [MIBK]	8.23	43	58	41	
甲苯	8.37	91	92	65	

化合物	保留时间	信号	Q1 信号	Q2 信号	Q3 信号
1,1-二氯丙酮	8.23	43	83		
反式-1,3-二氯丙烷	8.62	75	39	77	77
甲基丙烯酸乙酯	8.74	69	41	39	99
1,1,2-三氯乙烷	8.8	97	83	61	99
四氯乙烯	8.92	166	164	129	131
1,3-二氯丙烷	8.96	76	41	78	39
2-己酮	9.08	43	58	57	41
二溴氯甲烷	9.19	129	127	131	79
1,2-二溴乙烷	9.29	107	109		
氯苯	9.78	112	77	114	51
1,1,1,2-四氯乙烷	9.87	131	133	119	
乙苯	9.91	91	106		
间/对二甲苯	10.02	91	106	105	77
邻二甲苯	10.41	91	106	105	77
苯乙烯	10.43	104	103	78	51
溴仿	10.6	173	171	175	
异丙苯	10.79	105	120	77	79
溴氟苯	10.93	95	174	176	75
溴苯	11.07	77	156	158	
1,1,2,2-四氯乙烷	11.09	83	85	95	60
1,2,3-三氯丙烷	11.13	75	77		
正丙苯	11.2	91	120	65	92
反式-1,4-二氯-2-丁烯	11.15	53	89	124	
2-氯甲苯	11.27	91	126	89	63
1,3,5-三乙苯	11.37	105	120	75	77
4-氯甲苯	11.38	91	126	63	125
叔丁基苯	11.7	119	91	134	77
1,2,4-三甲基苯	11.74	105	120	77	119
仲丁基苯	11.91	105	134	91	77
1,3-二氯苯	12.01	146	148	111	75
对异丙基甲苯	12.06	119	134	91	117
1,4-二氯苯	12.1	146	148	111	75
1,2-二氯苯-d4	12.45	152	115	150	
1,2-二氯苯	12.47	146	148	111	
正丁基苯	12.47	91	92	134	65
六氯乙烷	12.72	117	119	201	
1,2-二溴-3-氯丙烷 (DBCP)	13.25	157	75	155	39
1,2,4-三氯苯	14.07	180	182	145	74
六氯丁二烯	14.25	225	227	223	118
萘	14.31	128	127	129	
1,2,3-三氯苯	14.55	180	182	145	74

附录 C

安捷伦 GC/MS 方法采集 BFB 参数

仪器参数: 方法 BFB_8260B.M

GC 采集参数

样品进样	GC
进样来源	外部设备
质谱	启用
平衡时间	0 min
最高温度	260 °C
慢速风扇	不开启
柱箱升温	开启 40 °C 保持 1 min 以 25 °C /min 升至 200 °C 保持 0.6 min 运行时间 8 min
前 SS 进样口	氮气
模式	分流
加热器	200 °C
压力	14.517 psi
总流量	110.7 mL/min
隔垫吹扫流量	5 mL/min
载气节约	关闭
分流比	150:1
分流流量	105 mL/min
热接口 2 (MSD 传输线)	
加热器	开启
温度	250 °C
色谱柱	Agilent J&W 121-1324UI, DB-624UI, 20 m × 180 µm, 1 µm
最高温度	260 °C
进口	前 SS 进样口氮气
出口	真空
初始温度	35 °C
压力	14.517 psi
恒流	0.7 mL/min
平均线速度	37.157 cm/s
保持时间	0.8971 min
运行时间	8 min

MS 采集参数

调谐文件	BFB_Atune.u
采集模式	全扫描
溶剂延迟	3.00 min
EMV 模式	增益因子
增益因子	5.00
全扫描参数	
低质量数	35.0
高质量数	300.0
阈值	100
样品	2 A/D 样品 4
MS	
MS 离子源	250 °C
MS 四级杆	200 °C
痕量离子检测器	开启

附录 D 安捷伦 GC/MS 测定 VOC 仪器条件

仪器参数: 方法 BFB_8260B.M

GC 采集参数

样品进样	GC
进样来源	外部设备
质谱	启用
平衡时间	0 min
最高温度	260 °C
慢速风扇	不开启
柱箱升温	开启 35 °C 保持 4 min 以 15 °C/min 升至 240 °C 保持 0.3333 min 运行时间 18 min
前 SS 进样口	氦气
模式	分流
加热器	200 °C
压力	14.125 psi
总流量	110.7 mL/min
隔垫吹扫流量	5 mL/min
载气节约	关闭
分流比	150:1
分流流量	105 mL/min
热接口 2 (MSD 传输线)	
加热器	开启
温度	250 °C
色谱柱	Agilent J&W 121-1324UI, DB-624UI, 20 m × 180 µm, 1 µm
最大温度	260 °C
进口	SS 前进样口, 氦气
出口	真空
初始温度	35 °C

压力	14.125 psi
恒流	0.7 mL/min
平均线速度	37.062 cm/s
保持时间	0.8994 min
运行时间	18 min

MS 采集参数

调谐文件	BFB_Atune.u
采集模式	全扫描
溶剂延迟	1.05 min
EMV 模式	增益因子
增益因子	5.00
全扫描参数	
低质量数	35.0
高质量数	300.0
阈值	100
样品	2 A/D 样品 4

MS 加热区

MS 离子源	250 °C
MS 四级杆	200 °C
痕量离子检测器	开启

方法 8260B.M 化合物及其保留时间和标称定量离子推荐列表

化合物	保留时间	信号	Q1 信号	Q2 信号	Q3 信号
氟苯 (ISTD)	6.7	96	70	50	77
一氯二氟甲烷	1.56	51	67	69	
二氯二氟甲烷	1.24	85	87	50	
氯甲烷	1.39	50	52	49	
氯乙烯	1.5	62	64	61	
1,3-丁二烯	1.87	54	53	51	
溴甲烷	1.81	96	94	81	
氯乙烷	1.92	64	66	49	
二氯氟甲烷	2.19	67	69	47	
三氯氟甲烷	2.19	101	103	66	
乙醚	2.52	59	45	74	
丙烯醛	2.33	56	55	53	
三氯三氟乙烷	2.81	151	101	153	
1,1-二氯乙烯	2.77	96	63	61	
丙酮	2.89	43	58	42	
碘甲烷	2.877	142	127	141	
二硫化碳	3.01	76	78	77	
2-丙醇 (异丙基醇)	2.5	45	44	59	
3-氯-1-丙烯	3.01	76	41	78	
乙酸甲酯	3.34	43	74	59	
丙烯腈	3.14	40	39	41	42
二氯甲烷	3.43	84	86	49	51
叔丁基醇	3.76	59	57	60	
丙烯腈	3.82	53	52	51	
甲基叔丁基醚	3.92	73	57	55	
反式-1,2-二氯乙烯	3.84	96	61	98	
己烷	4.24	57	56	71	55
异丙醚	4.65	45	59	87	
1,1-二氯乙烷	4.51	63	65	83	
醋酸乙烯酯	4.51	86	43		
氯丁二烯	4.67	53	88	90	62
叔丁基乙醚	5.08	59	87	57	
2,2-二氯丙烷	5.32	77	79	97	
顺式-1,2-二氯乙烯	5.34	96	98	61	
2-丁酮	5.43	72	43	57	
乙酸乙酯	5.45	61	70	88	
丙腈	5.41	54	53	55	50
甲基丙烯腈	5.81	67	66	52	41
溴氯甲烷	5.64	128	49	130	
四氢呋喃	5.77	71	72	42	
氯仿	5.77	83	85	47	
环己烷	6.01	56	84	69	
1,1,1-三氯乙烷	5.96	97	99	61	
二溴氟甲烷	5.96	113	111	192	
四氯化碳	5.96	117	119	121	
1,1-二氯丙烯	6.02	75	110	77	

化合物	保留时间	信号	Q1 信号	Q2 信号	Q3 信号
叔丁基醇	6.4	43	41	42	
1,2-二氯乙烷-d4	6.35	65	67	51	
苯	6.41	78	52	51	
1,2-二氯乙烷	6.44	62	64	49	98
叔戊基甲基醚	6.57	55	73	87	
三氯乙烯	7.15	95	132	130	97
甲基环己烷	7.39	83	55	98	
1,2-二氯丙烷	7.39	63	62	41	112
二溴甲烷	7.51	93	95	174	172
甲基丙烯酸甲酯	7.5	69	100	59	39
1,4-二氧六环	7.6	88	58		
溴代二氯甲烷	7.7	83	85	127	
2-硝基丙烷	8.28	41	43	39	38
2-氯乙基乙烯基醚	8.04	63	106	65	
顺式-1,3-二氯丙烷	8.17	75	77	39	
4-甲基-2-戊酮 (MIBK)	8.37	58	43	85	100
甲苯-d8	8.44	98	99	70	
甲苯	8.51	92	91	65	
氯苯-d5 (ISTD)	9.89	82	117	119	
正辛烷	8.51	85	57	71	
反式-1,3-二氯丙烷	8.74	75	77	39	
甲基丙烯酸乙酯	8.78	69	86	99	41
1,1,2-三氯乙烷	8.92	83	97	85	99
四氯乙烯	9.06	164	129	131	166
2-己酮	9.22	57	43	100	53
1,3-二氯丙烷	9.09	76	78	63	
二溴氯甲烷	9.31	129	206	208	
1,2-二溴乙烷 (EDB)	9.42	107	109	188	
1-氯己烷	9.91	91	41	69	
氯苯	9.92	112	114	77	
乙苯	10.04	106	91	77	
1,1,1,2-四氯乙烷	10	131	133	119	
间/对二甲苯	10.16	106	91	77	
邻二甲苯	10.54	106	91	65	
苯乙烯	10.56	103	104	78	
溴仿	10.73	173	171	175	254
异丙苯	10.92	105	120	77	
顺式-1,4-二氯-2-丁烯	10.91	89	62	75	124
4-溴氟苯	11.06	95	174	176	
1,4-二氯苯-d4 (ISTD)	12.13	152	150	115	
1,1,2,2-四氯乙烷	11.21	83	85	131	
反式-1,4-二氯-2-丁烯	91	126	63		
叔丁基苯	11.83	119	91	134	
1,2,4-三甲苯	11.87	105	120	77	
仲丁基苯	12.05	105	134	91	
对异丙基甲苯	12.19	119	134	91	
1,3-二氯苯	12.15	146	111	148	
1,4-二氯苯	12.15	146	111	148	

化合物	保留时间	信号	Q1 信号	Q2 信号	Q3 信号
正丁基苯	12.6	91	92	134	
1,2-二氯苯	12.61	146	111	148	
1,2-二溴-3-氯丙烷 (DBCP)	13.38	155	157	75	
1,3,5-三氯苯	13.546	180	182	145	
1,2,4-三氯苯	14.21	180	182	145	
六氯丁二烯	14.39	225	223	227	
萘	14.45	128	127	102	
1,2,3-三氯苯	14.7	180	182	145	

附录 E

Teledyne Tekmar Teklink Atomx 方法

方法：方法 524_5 mL - VOCARB

方法类型：水

仪器： Atomx

注释： Teklink 方法用于 Atomx，5 mL 吹扫瓶，VOCARB 3000 (#K) 捕集阱

吹扫

阀炉温度	125 °C
传输线温度	125 °C
样品装载温度	40 °C
水样加热器温度	80 °C
样品瓶温度	20 °C
样品平衡时间	0.00 min
土壤阀温度	110 °C
待机吹扫流速	10 mL/min
冷凝器待机温度	40 °C
待机温度	45 °C
预扫描时间	0.25 min
样品填充量	3.0 mL
样品体积	5.0 mL
样品扫描时间	0.25 min
样品扫描流量	100 mL/min
吹扫管加热器	关闭
吹扫管温度	20 °C
预吹扫时间	0.00 min
预吹扫流量	0 mL/min
吹扫时间	11.0 min
吹扫流量	40 mL/min
吹扫温度	20 °C
冷凝吹扫温度	20 °C
干吹扫时间	2.00 min
干吹扫流量	100 mL/min
干吹扫温度	20 °C

解吸

取样针用甲醇冲洗	关闭
取样针用甲醇冲洗体积	0.0 mL
取样针用水冲洗体积	7.0 mL
取样针吹扫时间	0.25 min
解吸预热温度	245 °C
GC 启动	解吸启动
解吸时间	4.00 min
排放流量	100 mL/min
解吸温度	250 °C

烘烤

甲醇玻璃容器冲洗	关闭
甲醇玻璃容器冲洗次数	0
甲醇玻璃容器冲洗体积	0.0 mL
水烘烤淋洗次数	3
水烘烤淋洗体积	7.0 mL
烘烤淋洗吹扫时间	0.40 min
烘烤淋洗吹扫流量	100 mL/min
烘烤淋洗排放时间	0.60 min
烘烤时间	6.00 min
烘烤流量	200 mL/min
烘烤温度	260 °C
冷凝器烘烤温度	200 °C

冷聚焦

聚焦温度	未使用
进样时间	未使用
进样温度	未使用
待机温度	未使用

方法：“方法 524_25 mL – VOCARB”

方法类型：水

仪器： Atomx

注释： Teklink 方法用于 Atomx，25 mL 吹扫瓶，VOCARB 3000 (#K) 捕集阱

吹扫

阀炉温度	125 °C
传输线温度	125 °C
样品装载温度	40 °C
水样加热器温度	80 °C
样品瓶温度	20 °C
样品平衡时间	0.00 min
土壤阀温度	110 °C
待机吹扫流速	10 mL/min
冷凝器待机温度	40 °C
待机温度	45 °C
预扫描时间	0.25 min
样品填充量	3.0 mL
样品体积	25.0 mL
样品扫描时间	0.25 min
样品扫描流量	100 mL/min
吹扫管加热器	关闭
吹扫管温度	20 °C
预吹扫时间	0.00 min
预吹扫流量	0 mL/min
吹扫时间	11.0 min
吹扫流量	40 mL/min
吹扫温度	20 °C
冷凝吹扫温度	20 °C
干吹扫时间	2.00 min
干吹扫流量	100 mL/min
干吹扫温度	20 °C

解吸

取样针用甲醇冲洗	关闭
取样针用甲醇冲洗体积	0.0 mL
取样针用水冲洗体积	27.0 mL
取样针吹扫时间	0.25 min
解吸预热温度	245 °C
GC 启动	解吸启动
解吸时间	4.00 min
排放流量	100 mL/min
解吸温度	250 °C

烘烤

甲醇玻璃容器冲洗	关闭
甲醇玻璃容器冲洗次数	0
甲醇玻璃容器冲洗体积	3.0 mL
水烘烤淋洗次数	3
水烘烤淋洗体积	27.0 mL
烘烤淋洗吹扫时间	0.40 min
烘烤淋洗吹扫流量	100 mL/min
烘烤淋洗排放时间	0.60 min
烘烤时间	6.00 min
烘烤流量	200 mL/min
烘烤温度	260 °C
冷凝器烘烤温度	200 °C

冷聚焦

聚焦温度	未使用
进样时间	未使用
进样温度	未使用
待机温度	未使用

方法：“方法 8260_5 mL – VOCARB”

方法类型：水

仪器： Atomx

注释： Teklink 方法用于 Atomx，5 mL 吹扫瓶，VOCARB 3000 (#K) 捕集阱

吹扫

阀炉温度	125 °C
传输线温度	125 °C
样品装载温度	40 °C
水样加热器温度	80 °C
样品瓶温度	20 °C
样品平衡时间	0.00 min
土壤阀温度	110 °C
待机吹扫流速	10 mL/min
冷凝器待机温度	40 °C
待机温度	45 °C
预扫描时间	0.25 min
样品填充量	3.0 mL
样品体积	25.0 mL
样品扫描时间	0.25 min
样品扫描流量	100 mL/min
吹扫管加热器	关闭
吹扫管温度	20 °C
预吹扫时间	0.00 min
预吹扫流量	0 mL/min
吹扫时间	11.0 min
吹扫流量	40 mL/min
吹扫温度	20 °C
冷凝吹扫温度	20 °C
干吹扫时间	2.00 min
干吹扫流量	100 mL/min
干吹扫温度	20 °C

解吸

取样针用甲醇冲洗	关闭
取样针用甲醇冲洗体积	0.0 mL
取样针用水冲洗体积	27.0 mL
取样针吹扫时间	0.25 min
解吸预热温度	245 °C
GC 启动	解吸启动
解吸时间	0.50 min
排放流量	100 mL/min
解吸温度	250 °C

烘烤

甲醇玻璃容器冲洗	关闭
甲醇玻璃容器冲洗次数	0
甲醇玻璃容器冲洗体积	0.0 mL
水烘烤淋洗次数	3
水烘烤淋洗体积	27.0 mL
烘烤淋洗吹扫时间	0.40 min
烘烤淋洗吹扫流量	100 mL/min
烘烤淋洗排放时间	0.60 min
烘烤时间	6.00 min
烘烤流量	200 mL/min
烘烤温度	260 °C
冷凝器烘烤温度	200 °C

冷聚焦

聚焦温度	未使用
进样时间	未使用
进样温度	未使用
待机温度	未使用

方法：“Cold Standby_5 mL – VOCARB”

方法类型：水

仪器： Atomx

注释： Teklink 方法用于 Atomx，5 mL 吹扫瓶，VOCARB 3000 (#K) 捕集阱

吹扫

阀炉温度	20 °C
传输线温度	20 °C
样品装载温度	20 °C
水样加热器温度	80 °C
样品瓶温度	20 °C
样品平衡时间	0.00 min
土壤阀温度	20 °C
待机吹扫流速	10 mL/min
冷凝器待机温度	40 °C
待机温度	45 °C
预扫描时间	0.25 min
样品填充量	3.0 mL
样品体积	5.0 mL
样品扫描时间	0.25 min
样品扫描流量	100 mL/min
吹扫管加热器	关闭
吹扫管温度	20 °C
预吹扫时间	0.00 min
预吹扫流量	0 mL/min
吹扫时间	11.0 min
吹扫流量	40 mL/min
吹扫温度	20 °C
冷凝吹扫温度	20 °C
干吹扫时间	2.00 min
干吹扫流量	100 mL/min
干吹扫温度	20 °C

解吸

取样针用甲醇冲洗	关闭
取样针用甲醇冲洗体积	0.0 mL
取样针用水冲洗体积	10.0 mL
取样针吹扫时间	0.25 min
解吸预热温度	245 °C
GC 启动	解吸启动
解吸时间	4.00 min
排放流量	100 mL/min
解吸温度	250 °C

烘烤

甲醇玻璃容器冲洗	关闭
甲醇玻璃容器冲洗次数	0
甲醇玻璃容器冲洗体积	0.0 mL
水烘烤淋洗次数	2
水烘烤淋洗体积	7.0 mL
烘烤淋洗吹扫时间	0.40 min
烘烤淋洗吹扫流量	100 mL/min
烘烤淋洗排放时间	0.60 min
烘烤时间	4.00 min
烘烤流量	200 mL/min
烘烤温度	260 °C
冷凝器烘烤温度	200 °C

冷聚焦

聚焦温度	未使用
进样时间	未使用
进样温度	未使用
待机温度	未使用

方法：“Cold Standby_25 mL – VOCARB”

方法类型：水

仪器： Atomx

注释： Teklink 方法用于 Atomx，25 mL 吹扫瓶，VOCARB 3000 (#K) 捕集阱

吹扫

阀炉温度	20 °C
传输线温度	20 °C
样品装载温度	20 °C
水样加热器温度	80 °C
样品瓶温度	20 °C
样品平衡时间	0.00 min
土壤阀温度	20 °C
待机吹扫流速	10 mL/min
冷凝器待机温度	40 °C
待机温度	45 °C
预扫描时间	0.25 min
样品填充量	3.0 mL
样品体积	25.0 mL
样品扫描时间	0.25 min
样品扫描流量	100 mL/min
吹扫管加热器	关闭
吹扫管温度	20 °C
预吹扫时间	0.00 min
预吹扫流量	0 mL/min
吹扫时间	11.0 min
吹扫流量	40 mL/min
吹扫温度	20 °C
冷凝吹扫温度	20 °C
干吹扫时间	2.00 min
干吹扫流量	100 mL/min
干吹扫温度	20 °C

解吸

取样针用甲醇冲洗	关闭
取样针用甲醇冲洗体积	0.0 mL
取样针用水冲洗体积	10.0 mL
取样针吹扫时间	0.25 min
解吸预热温度	245 °C
GC 启动	解吸启动
解吸时间	4.00 min
排放流量	100 mL/min
解吸温度	250 °C

烘烤

甲醇玻璃容器冲洗	关闭
甲醇玻璃容器冲洗次数	0
甲醇玻璃容器冲洗体积	0.0 mL
水烘烤淋洗次数	2
水烘烤淋洗体积	27.0 mL
烘烤淋洗吹扫时间	0.40 min
烘烤淋洗吹扫流量	100 mL/min
烘烤淋洗排放时间	0.60 min
烘烤时间	4.00 min
烘烤流量	200 mL/min
烘烤温度	260 °C
冷凝器烘烤温度	200 °C

冷聚焦

聚焦温度	未使用
进样时间	未使用
进样温度	未使用
待机温度	未使用

附录 F

Teledyne Tekmar Teklink 方法用于 StratUm + AquaTEK 70

方法：方法 524_5 mL - VOCARB

Stratum 方法 (AQUATEk 70) , VOCARB 3000 (#K) 捕集阱

参数	设置
阀炉温度	125 °C
传输线温度	125 °C
样品装载温度	40 °C
吹扫准备温度	45 °C
待机流速	10 mL/min
加压时间	0.25 min
填充 IS 时间	0.04 min
样品传输时间	0.50 min
预吹扫时间	0.50 min
预吹扫流速	40 mL/min
样品加热器	关闭
样品预热时间	1.00 min
样品温度	40 °C
吹扫时间	11.00 min
吹扫温度	0 °C
吹扫流量	40 mL/min
冷凝器准备温度	40 °C
冷凝器吹扫温度	20 °C
样品环淋洗时间	0.25 min
样品环吹扫时间	0.50 min
干吹扫时间	2.00 min
干吹扫温度	20 °C
干吹扫流量	100 mL/min
GC 启动	解吸启动
解吸预热温度	245 °C
解吸排放	开启
解吸时间	4.00 min
解吸温度	250 °C
解吸流量	100 mL/min
烘烤冲洗	开启
烘烤冲洗次数	3
烘烤排放时间	0.25 minutes
烘烤排放流量	400 mL/min
烘烤时间	6.00 min
烘烤温度	260 °C
烘烤流量	200 mL/min
冷凝器烘烤温度	200 °C
聚焦温度	未使用
进样时间	未使用
进样温度	未使用
待机温度	未使用

方法：方法 524_25 mL - VOCARB

Stratum 方法 (AQUATEk 70) , VOCARB 3000 (#K) 捕集阱

参数	设置
阀炉温度	125 °C
传输线温度	125 °C
样品装载温度	40 °C
吹扫准备温度	45 °C
待机流速	10 mL/min
加压时间	0.60min
填充 IS 时间	0.04 min
样品传输时间	1.50 min
预吹扫时间	0.50 min
预吹扫流速	40 mL/min
样品加热器	关闭
样品预热时间	1.00 min
样品温度	40 °C
吹扫时间	11.00min
吹扫温度	0 °C
吹扫流量	40 mL/min
冷凝器准备温度	40 °C
冷凝器吹扫温度	20 °C
样品环淋洗时间	0.75 min
样品环吹扫时间	1.50 min
干吹扫时间	2.00 min
干吹扫温度	20 °C
干吹扫流量	100 mL/min
GC 启动	解吸启动
解吸	预热温度 245 °C
解吸排气	开启
解吸时间	4.00 min
解吸温度	250 °C
解吸流量	100 mL/min
烘烤冲洗	开启
烘烤冲洗次数	3
烘烤排放时间	0.75 min
烘烤排放流量	400 mL/min
烘烤时间	6.00 min
烘烤温度	260 °C
烘烤流量	200 mL/min
冷凝器烘烤温度	200 °C
聚焦温度	未使用
进样时间	未使用
进样温度	未使用
待机温度	未使用

方法：8260_5 mL - VOCARB

Stratum 方法 (AQUATek 70) , VOCARB 3000 (#K) 捕集阱

参数	设置
阀炉温度	125 °C
传输线温度	125 °C
样品装载温度	40 °C
吹扫准备温度	45 °C
待机流速	10 mL/min
加压时间	0.25 min
填充 IS 时间	0.04 min
样品传输时间	0.50 min
预吹扫时间	0.50 min
预吹扫流速	40 mL/min
样品加热器	关闭
样品预热时间	1.00 min
样品温度	40 °C
吹扫时间	11.00 min
吹扫温度	0 °C
吹扫流量	40 mL/min
冷凝器准备温度	40 °C
冷凝器吹扫温度	20 °C
样品环淋洗时间	0.25 min
样品环吹扫时间	0.50 min
干吹扫时间	2.00 min
干吹扫温度	20 °C
干吹扫流量	100 mL/min
GC 启动	解吸启动
解吸预热温度	245 °C
解吸排气	开启
解吸时间	0.50 min
解吸温度	250 °C
解吸流量	100 mL/min
烘烤冲洗	开启
烘烤冲洗次数	3
烘烤排放时间	0.25 min
烘烤排放流量	400 mL/min
烘烤时间	6.00 min
烘烤温度	260 °C
烘烤流量	200 mL/min
冷凝器烘烤温度	200 °C
聚焦温度	未使用
进样时间	未使用
进样温度	未使用
待机温度	未使用

方法：8260_25 mL - VOCARB

Stratum 方法 (AQUATek 70) , VOCARB 3000 (#K) 捕集阱

参数	设置
阀炉温度	125 °C
传输线温度	125 °C
样品装载温度	40 °C
吹扫准备温度	45 °C
待机流速	10 mL/min
加压时间	0.60 min
填充 IS 时间	0.04 min
样品传输时间	1.50 min
预吹扫时间	0.50 min
预吹扫流速	40 mL/min
样品加热器	关闭
样品预热时间	1.00 min
样品温度	40 °C
吹扫时间	11.00 min
吹扫温度	0 °C
吹扫流量	40 mL/min
冷凝器准备温度	40 °C
冷凝器吹扫温度	20 °C
样品环淋洗时间	0.75 min
样品环吹扫时间	1.50 min
干吹扫时间	2.00 min
干吹扫温度	20 °C
干吹扫流量	100 mL/min
GC 启动	解吸启动
解吸预热温度	245 °C
解吸排气	开启
解吸时间	0.50 min
解吸温度	250 °C
解吸流量	200 mL/min
烘烤冲洗	开启
烘烤冲洗次数	3
烘烤排放时间	0.75 min
烘烤排放流量	400 mL/min
烘烤时间	6.00 min
烘烤温度	260 °C
烘烤流量	200 mL/min
冷凝器烘烤温度	200 °C
聚焦温度	未使用
进样时间	未使用
进样温度	未使用
待机温度	未使用

方法: Cold Standby_5 mL - VOCARB

Stratum 方法 (AQUATek 70), VOCARB 3000 (#K) 捕集阱

参数	设置
阀炉温度	20 °C
传输线温度	20 °C
样品装载温度	20 °C
吹扫准备温度	20 °C
待机流速	0 mL/min
加压时间	0.25 min
填充 IS 时间	0.04 min
样品传输时间	0.50 min
预吹扫时间	0.50 min
预吹扫流速	40 mL/min
样品加热器	关闭
样品预热时间	1.00 min
样品温度	40 °C
吹扫时间	11.00 min
吹扫温度	0 °C
吹扫流量	40 mL/min
冷凝器准备温度	20 °C
冷凝器吹扫温度	20 °C
样品环淋洗时间	0.25 min
样品环吹扫时间	0.50 min
干吹扫时间	2.00 min
干吹扫温度	40 °C
干吹扫流量	200 mL/min
GC 启动	解吸启动
解吸预热温度	245 °C
解吸排气	0n
解吸时间	4.00 min
解吸温度	250 °C
解吸流量	100 mL/min
烘烤冲洗	开启
烘烤冲洗次数	1
烘烤排放时间	0.25 min
烘烤排放流量	400 mL/min
烘烤时间	6.00 min
烘烤温度	260 °C
烘烤流量	200 mL/min
冷凝器烘烤温度	200 °C
聚焦温度	未使用
进样时间	未使用
进样温度	未使用
待机温度	未使用

方法: Cold Standby_25 mL - VOCARB

Stratum 方法 (AQUATek 70), VOCARB 3000 (#K) 捕集阱

参数	设置
阀炉温度	20 °C
传输线温度	20 °C
样品装载温度	20 °C
吹扫准备温度	20 °C
待机流速	0 mL/min
加压时间	0.60 min
填充 IS 时间	0.04 min
样品传输时间	1.50 min
预吹扫时间	0.50 min
预吹扫流速	40 mL/min
样品加热器	关闭
样品预热时间	1.00 min
样品温度	40 °C
吹扫时间	11.00 min
吹扫温度	0 °C
吹扫流量	40 mL/min
冷凝器准备温度	20 °C
冷凝器吹扫温度	20 °C
样品环淋洗时间	0.75 min
样品环吹扫时间	1.50 min
干吹扫时间	2.00 min
干吹扫温度	40 °C
干吹扫流量	200 mL/min
GC 启动	解吸启动
解吸预热温度	245 °C
解吸排气	开启
解吸时间	4.00 min
解吸温度	250 °C
解吸流量	100 mL/min
烘烤冲洗	开启
烘烤冲洗次数	1
烘烤排放时间	0.75 min
烘烤排放流量	400 mL/min
烘烤时间	6.00 min
烘烤温度	260 °C
烘烤流量	200 mL/min
冷凝器烘烤温度	200 °C
聚焦温度	未使用
进样时间	未使用
进样温度	未使用
待机温度	未使用

附录 G

方法 8260B-ICAL

化合物	0.25000 浓度 1	0.50000 浓度 2	1.000 浓度 3	4.000 浓度 4	20.000 浓度 5	40.000 浓度 6	60.000 浓度 7	80.000 浓度 8	RRF	%RSD
8. 二氯二氟甲烷	0.34054	0.32883	0.31235	0.42528	0.41838	0.40534	0.39518	0.38404	0.37624	11.477
9. 氯甲烷 (**)	0.50701	0.44283	0.39135	0.43214	0.39398	0.38491	0.37392	0.37243	0.41232	11.183
10. 氯乙烯 (*)	0.37353	0.32909	0.38365	0.41448	0.39844	0.38986	0.37795	0.35849	0.37819	6.862
11. 溴甲烷	+++++	0.29372	0.19802	0.23361	0.20475	0.22141	0.21065	0.21717	0.22562	14.261
12. 氯乙烷	0.23582	0.19971	0.22573	0.24434	0.21540	0.21818	0.20800	0.21158	0.21985	6.717
13. 三氯氟甲烷	0.58258	0.59444	0.50895	0.55473	0.53940	0.52228	0.51544	0.49372	0.53894	6.656
15. 三氯三氟乙烷	0.33586	0.29722	0.30380	0.32937	0.29805	0.28793	0.28376	0.27627	0.30153	7.011
17. 1,1-二氯乙烯 (*)	0.36693	0.30018	0.34161	0.35170	0.32497	0.30486	0.30203	0.29625	0.32357	8.347
18. 丙酮	+++++	+++++	+++++	0.20374	0.20235	0.19494	0.18732	0.18789	0.19525	3.964
21. 二硫化碳	1.09419	1.03008	0.99721	1.07853	0.98246	0.95236	0.94433	0.92458	1.00047	6.244
31. 醋酸乙烯酯	+++++	0.77985	0.71755	0.84031	0.77711	0.73544	0.71843	0.71068	0.75420	6.281
22. 二氯甲烷	0.31745	0.34951	0.35783	0.38429	0.34684	0.33316	0.33926	0.33192	0.34503	5.834
23. 叔丁醇	0.14286	0.13429	0.12444	0.13519	0.12231	0.11764	0.11394	0.11315	0.12548	8.687
25. 甲基叔丁基醚	0.96439	1.02300	0.95850	1.06853	0.95791	0.91416	0.92313	0.92509	0.96684	5.540
26. 反式-1,2-二氯乙烯	0.29336	0.40553	0.37764	0.39099	0.36397	0.35042	0.34776	0.34137	0.35888	9.641
27. 丙烯腈	0.24006	0.22783	0.23137	0.25382	0.23640	0.22904	0.22784	0.23414	0.23506	3.715
30. 1,1-二氯乙烷 (**)	0.69013	0.70848	0.67984	0.72079	0.66661	0.63283	0.63595	0.62699	0.67020	5.340
33. 2,2-二氯丙烷	0.57176	0.59340	0.54055	0.56170	0.51466	0.47754	0.47232	0.45268	0.52308	9.905
35. 顺式-1,2-二氯乙烯	0.47801	0.52877	0.42189	0.43850	0.41024	0.38637	0.39012	0.38440	0.42979	11.851
38. 2-丁酮	+++++	+++++	0.42879	0.34666	0.33205	0.32803	0.32521	0.32447	0.34753	11.691
40. 溴代氯甲烷	+++++	+++++	0.20272	0.20572	0.19675	0.18114	0.18361	0.18309	0.19217	5.668
41. 氯仿 (*)	+++++	0.62212	0.63520	0.67729	0.63984	0.61394	0.61219	0.60416	0.62925	3.926
42. 1,1,1-三氯乙烷	0.61786	0.57410	0.58272	0.61973	0.57669	0.54677	0.54434	0.53548	0.57471	5.580
43. 四氯化碳	0.59278	0.53642	0.53099	0.55774	0.52058	0.50300	0.50351	0.49239	0.52968	6.265
44. 1,1-二氯丙烯	0.65875	0.54076	0.52106	0.57393	0.52341	0.50907	0.50694	0.49943	0.54167	9.759
47. 苯	1.53791	1.44549	1.40623	1.49558	1.43492	1.40384	1.40025	1.40732	1.44144	3.499
48. 1,2-二氯乙烷	0.50770	0.44387	0.46611	0.46986	0.45238	0.43474	0.44404	0.43859	0.45716	5.239
49. 三氯乙烯	0.40789	0.38258	0.41269	0.42306	0.40198	0.38747	0.39061	0.38609	0.39905	3.661
51. 1,2-二氯丙烷 (*)	0.35136	0.37070	0.34038	0.37379	0.36086	0.34441	0.34830	0.34800	0.35472	3.479
52. 二溴甲烷	0.27656	0.27396	0.23080	0.24449	0.22880	0.22101	0.22154	0.22046	0.23970	9.723
53. 1,4-二氧六环	+++++	0.00665	0.00686	0.00730	0.00658	0.00583	0.00481	+++++	0.00634	14.004
54. 溴代二氯甲烷	0.50463	0.48486	0.44358	0.47389	0.45642	0.44111	0.45084	0.44663	0.46274	4.931
55. 2-氯乙基乙烯基醚	0.25055	0.24377	0.22546	0.23840	0.23473	0.23667	0.23756	0.24129	0.23855	3.045
56. 顺式-1,3-二氯丙烷 (xtr)	0.62883	0.57568	0.51216	0.53851	0.52698	0.51680	0.52608	0.52474	0.54372	7.279
57. 4-甲基-2-戊酮	0.60482	0.64669	0.65514	0.58200	0.57700	0.56518	0.56479	0.55924	0.59436	6.345
58. 甲苯 (*)	0.94889	0.92042	0.82292	0.90067	0.88503	0.85842	0.87079	0.85925	0.88330	4.485
60. 反式-1,3-二氯丙烷 (xt)	0.55910	0.47078	0.43113	0.48910	0.48072	0.47056	0.47671	0.47433	0.48155	7.416
61. 1,1,2-三氯乙烷	+++++	0.25262	0.30965	0.29899	0.30355	0.28960	0.29366	0.29014	0.29117	6.351
62. 四氯乙烯	0.42639	0.48062	0.40806	0.44374	0.43233	0.42542	0.41702	0.42540	0.43237	5.110
63. 1,3-二氯丙烷	0.60404	0.51274	0.50988	0.52912	0.53231	0.51849	0.51925	0.53084	0.53209	5.685
64. 2-己酮	+++++	0.57036	0.47718	0.51047	0.47741	0.46341	0.45102	0.45284	0.48610	8.688

化合物	0.25000 浓度 1	0.50000 浓度 2	1.000 浓度 3	4.000 浓度 4	20.000 浓度 5	40.000 浓度 6	60.000 浓度 7	80.000 浓度 8	RRF	%RSD
65. 二溴氯甲烷	0.38508	0.33835	0.34641	0.37578	0.38024	0.36437	0.36807	0.37830	0.36707	4.559
66. 1,2-二溴乙烷	0.35967	0.37417	0.35581	0.34281	0.34634	0.33914	0.33794	0.34648	0.35029	3.499
67. 1-氯己烷	+++++	0.58814	0.54853	0.55296	0.51070	0.49985	0.48664	0.49088	0.52539	7.287
68. 氯苯 (**)	0.96667	0.91848	1.00862	1.01542	0.98865	0.98310	0.97858	0.99366	0.98165	3.053
69. 乙苯 (*)	0.48166	0.61758	0.53947	0.58841	0.54732	0.54695	0.53601	0.54320	0.55007	7.233
70. 1,1,1,2-四氯乙烷	0.38843	0.37476	0.35974	0.37736	0.36125	0.34829	0.34694	0.35344	0.36378	4.111
71. 二甲苯 (间/对)	0.68620	0.66850	0.66455	0.70890	0.68194	0.67369	0.66115	0.67500	0.67749	2.244
72. 二甲苯 (邻)	0.66009	0.60812	0.63083	0.68003	0.65309	0.63433	0.63067	0.63450	0.64146	3.441
73. 苯乙烯	1.05218	1.01902	1.02298	1.11333	1.06150	1.04165	1.04274	1.06017	1.05170	2.793
74. 溴仿 (**)	0.31866	0.33307	0.29824	0.31310	0.30990	0.30272	0.30120	0.30478	0.31021	3.680
75. 异丙苯	1.70424	1.76441	1.76368	1.89950	1.80721	1.76833	1.73658	1.76879	1.77659	3.249
77. 溴苯	0.70170	0.74450	0.79777	0.75695	0.73628	0.72449	0.74866	0.75597	0.74579	3.734
78. 1,1,2,2-四氯乙烷 (**)	0.94965	1.00798	0.87034	0.98105	0.93952	0.90843	0.91815	0.93621	0.93892	4.542
79. 正丙苯	3.72507	3.73928	3.77536	4.00119	3.76395	3.79613	3.84690	3.90084	3.81859	2.451
80. 1,2,3-三氯丙烷	0.36902	0.34779	0.34639	0.31888	0.31096	0.30188	0.29985	0.30156	0.32454	8.122
81. 2-氯甲苯	1.99411	2.15852	2.14837	2.17295	2.11289	2.08588	2.11367	2.14066	2.11588	2.679
82. 1,3,5-三乙苯	2.71917	2.70981	2.59186	2.70105	2.54855	2.55629	2.57620	2.61602	2.62692	2.741
83. 4-氯甲苯	2.48753	2.32733	2.37602	2.54098	2.42554	2.39238	2.43979	2.47058	2.43252	2.788
84. 叔丁基苯	2.40875	2.13786	2.20930	2.40179	2.28049	2.29813	2.30034	2.33033	2.29632	3.956
85. 1,2,4-三乙苯	2.68061	2.44280	2.41069	2.60898	2.53239	2.53223	2.53100	2.57114	2.53873	3.390
86. 仲丁基苯	3.32992	3.36793	3.37067	3.64648	3.42537	3.41540	3.41839	3.49025	3.43305	2.875
87. 1,3-二氯苯	1.33554	1.43268	1.39572	1.47391	1.39238	1.38835	1.41153	1.41364	1.40547	2.818
88. 对异丙基甲苯	2.59450	2.96811	2.78355	3.03347	2.89197	2.89542	2.86107	2.94415	2.87153	4.680
89. 1,4-二氯苯	1.54755	1.37173	1.37625	1.52487	1.39961	1.39631	1.42161	1.40908	1.43088	4.700
90. 正丁基苯	2.40501	2.58999	2.59695	2.79921	2.66904	2.67884	2.61014	2.68299	2.62902	4.290
91. 1,2-二氯苯	1.33664	1.32903	1.33766	1.36646	1.30666	1.26875	1.27878	1.29849	1.31531	2.508
92. 1,2-二溴-3-氯丙烷	0.28997	0.35435	0.26477	0.27844	0.26191	0.25209	0.23719	0.24365	0.27280	13.651
93. 1,2,4-三氯苯	0.92975	0.80247	0.74702	0.92807	0.89751	0.88191	0.77593	0.82462	0.84841	8.299
94. 六氯丁二烯	0.51650	0.48834	0.44919	0.54584	0.51395	0.51651	0.44029	0.46489	0.48194	7.620
95. 萘	2.78606	2.57762	2.71709	2.96419	2.88263	2.74830	2.42534	2.64624	2.71843	6.276
96. 1,2,3-三氯苯	0.86396	0.70228	0.77820	0.85926	0.83005	0.79633	0.68078	0.72953	0.78005	9.005
M 97. 1,2-二氯乙烯 (总)	0.38569	0.46717	0.39978	0.41475	0.38710	0.36840	0.36894	0.36289	0.39434	8.671
M 98. 二甲苯 (总)	0.67750	0.64838	0.65332	0.69928	0.67232	0.66057	0.65099	0.66150	0.66548	2.555
S 4. 二溴氯甲烷	+++++	0.40755	0.40799	0.35369	0.34457	0.34025	0.34004	0.34015	0.36203	8.732
S 5. 1,2-二氯乙烷-d4	+++++	0.43999	0.39597	0.38119	0.36329	0.35701	0.35724	0.35803	0.37896	8.101
S 6. 甲苯-d8	+++++	1.40981	1.40176	1.31237	1.29428	1.29787	1.30131	1.31277	1.33288	3.776
S 7. 4-溴氯苯	+++++	0.53168	0.49163	0.45964	0.47071	0.45906	0.45144	0.46149	0.47509	5.913
S 136 三氟甲苯	+++++	0.72900	0.69072	0.63774	0.63783	0.63267	0.63224	0.61097	0.65302	6.336

%RSD 平均值:

%RSD 计算均值 = 6.38856

%RSD 最大均值 = 15.00000

*通过 %RSD 均值测试

附录 H

方法 8260B - MDL

数据分析

仪器

5975C MSD

方法 ID/描述

8260 AQ

注释

Agilent BFB Autotune – 5 mL – 增益因子 = 5

化合物	加标 ug/L	MDL #1 ug/L	MDL #2 ug/L	MDL #3 ug/L	MDL #4 ug/L	MDL #5 ug/L	MDL #6 ug/L	MDL #7 ug/L	Avg ug/L	%R	SD ug/L	MDL ug/L	RL ug/L
1,1,1,2-四氯乙烷	0.250	0.296	0.254	0.249	0.264	0.256	0.269	0.297	0.269	1.077	0.019	0.061	1.0
1,1,1-三氯乙烷	0.250	0.238	0.212	0.244	0.240	0.259	0.265	0.266	0.246	0.985	0.019	0.060	1.0
1,1,2,2-四氯乙烷	0.250	0.262	0.228	0.284	0.271	0.256	0.293	0.257	0.264	1.057	0.021	0.067	1.0
1,1,2-三氯乙烷	0.250	0.253	0.293	0.272	0.266	0.266	0.280	0.252	0.269	1.076	0.014	0.045	1.0
1,1-二氯乙烷	0.250	0.236	0.222	0.229	0.255	0.280	0.275	0.240	0.248	0.993	0.023	0.071	1.0
1,1-二氯乙烯	0.250	0.238	0.224	0.262	0.227	0.281	0.306	0.265	0.257	1.030	0.030	0.094	1.0
1,1-二氯丙烯	0.250	0.235	0.233	0.229	0.248	0.271	0.297	0.263	0.254	1.015	0.025	0.077	1.0
1,2,3-三氯苯	0.250	0.226	0.236	0.225	0.197	0.246	0.257	0.278	0.238	0.952	0.026	0.081	1.0
1,2,3-三氯丙烷	0.250	0.292	0.323	0.272	0.272	0.272	0.271	0.250	0.279	0.1.116	0.023	0.072	1.0
1,2,4-三氯苯	0.250	0.271	0.239	0.229	0.188	0.264	0.274	0.254	0.245	0.982	0.030	0.095	1.0
1,2,4-三乙苯	0.250	0.252	0.274	0.272	0.261	0.264	0.257	0.266	0.264	1.055	0.008	0.024	1.0
1,2-二溴-3-氯丙烷	0.250	0.335	0.335	0.298	0.214	0.354	0.269	0.366	0.310	1.241	0.054	0.168	2.0
1,2-二溴乙烷	0.250	0.252	0.249	0.228	0.305	0.242	0.247	0.282	0.257	1.030	0.027	0.083	2.0
1,2-二氯苯	0.250	0.235	0.231	0.267	0.239	0.250	0.255	0.243	0.246	0.982	0.012	0.039	1.0
1,2-二氯乙烷	0.250	0.218	0.266	0.235	0.258	0.269	0.264	0.236	0.249	0.996	0.020	0.062	1.0
1,2-二氯丙烷	0.250	0.236	0.247	0.267	0.267	0.280	0.281	0.253	0.262	1.047	0.017	0.053	1.0
1,3,5-三乙苯	0.250	0.243	0.246	0.271	0.248	0.280	0.271	0.231	0.256	1.023	0.018	0.057	1.0
1,3-二氯苯	0.250	0.281	0.258	0.264	0.275	0.265	0.291	0.279	0.273	1.093	0.012	0.037	1.0
1,3-二氯丙烷	0.250	0.288	0.247	0.234	0.231	0.253	0.254	0.257	0.252	1.008	0.019	0.059	1.0
1,4-二氯苯	0.250	0.291	0.269	0.251	0.265	0.262	0.269	0.254	0.266	1.064	0.013	0.041	1.0
1,4-二氧六环	0.250	5.828	3.240	3.928	4.968	5.902	6.215	5.666	5.107	0.817	1.124	3.531	50.0
1-氯己烷	0.250	0.325	0.310	0.347	0.328	0.322	0.288	0.257	0.311	1.244	0.030	0.094	2.0
2,2-二氯丙烷	0.250	0.259	0.206	0.276	0.213	0.265	0.296	0.288	0.257	1.030	0.035	0.110	1.0
2-丁酮	0.250	0.509	0.477	0.552	0.577	0.666	0.525	0.599	0.558	2.231	0.063	0.197	2.0
2-氯乙基乙烯基醚	0.250	0.229	0.273	0.303	0.295	0.235	0.249	0.242	0.261	1.044	0.029	0.092	2.0
2-氯甲苯	0.250	0.265	0.272	0.261	0.264	0.284	0.288	0.258	0.270	1.081	0.012	0.036	1.0
2-己酮	0.250	0.254	0.258	0.306	0.286	0.289	0.283	0.306	0.283	1.132	0.020	0.064	2.0
4-氯甲苯	0.250	0.271	0.284	0.266	0.244	0.267	0.249	0.273	0.265	1.059	0.014	0.044	1.0
4-甲基-2-戊酮	0.250	0.253	0.251	0.198	0.251	0.266	0.280	0.239	0.248	0.993	0.025	0.081	2.0
丙酮	2.000	2.456	2.542	2.523	2.451	2.274	2.332	2.085	2.380	1.190	0.162	0.509	10.0
丙烯腈	2.500	2.437	2.302	2.299	2.298	2.580	2.456	2.226	2.371	0.948	0.124	0.388	20.0
苯	0.250	0.237	0.236	0.255	0.247	0.259	0.247	0.238	0.246	0.982	0.009	0.029	1.0
溴苯	0.250	0.278	0.291	0.257	0.276	0.235	0.280	0.259	0.268	1.072	0.019	0.059	1.0
溴氯甲烷	0.250	0.228	0.281	0.267	0.293	0.325	0.278	0.262	0.276	0.1.104	0.030	0.093	1.0
溴代二氯甲烷	0.250	0.251	0.232	0.258	0.232	0.217	0.243	0.259	0.242	0.967	0.016	0.049	1.0
溴仿	0.250	0.217	0.214	0.229	0.260	0.206	0.225	0.230	0.226	0.904	0.017	0.054	1.0
溴甲烷	0.250	0.370	0.211	0.206	0.230	0.324	0.397	0.290	0.290	1.160	0.077	0.243	1.0
二硫化碳	0.250	0.274	0.265	0.288	0.286	0.327	0.335	0.286	0.295	1.179	0.026	0.083	2.0

化合物	加标 ug/L	MDL #1 ug/L	MDL #2 ug/L	MDL #3 ug/L	MDL #4 ug/L	MDL #5 ug/L	MDL #6 ug/L	MDL #7 ug/L	Avg ug/L	SD %R	MDL ug/L	RL ug/L	ug/L
四氯化碳	0.250	0.203	0.258	0.269	0.268	0.276	0.283	0.263	0.260	1.040	0.026	0.083	1.0
氯苯	0.250	0.242	0.237	0.275	0.238	0.248	0.244	0.263	0.250	0.999	0.014	0.045	1.0
氯乙烷	0.250	0.245	0.187	0.298	0.211	0.284	0.348	0.168	0.249	0.995	0.065	0.204	1.0
氯仿	0.250	0.269	0.275	0.236	0.262	0.259	0.234	0.248	0.254	1.018	0.016	0.050	1.0
氯甲烷	0.250	0.209	0.199	0.216	0.205	0.282	0.255	0.251	0.231	0.924	0.032	0.099	1.0
顺式-1,2-二氯乙烯	0.250	0.256	0.263	0.272	0.262	0.250	0.274	0.249	0.261	1.043	0.010	0.031	1.0
顺式-1,3-二氯丙烷	0.250	0.244	0.237	0.238	0.224	0.221	0.242	0.232	0.234	0.936	0.009	0.028	1.0
二溴氯甲烷	0.250	0.244	0.258	0.223	0.222	0.253	0.253	0.279	0.247	0.988	0.020	0.063	1.0
二溴甲烷	0.250	0.206	0.237	0.252	0.242	0.254	0.255	0.233	0.240	0.960	0.017	0.055	1.0
二氯二氟甲烷	0.250	0.184	0.1774	0.210	0.181	0.215	0.185	0.172	0.189	0.756	0.017	0.059	1.0
乙苯	0.250	0.270	0.259	0.245	0.264	0.270	0.255	0.270	0.262	1.047	0.010	0.030	1.0
六氯丁二烯	0.250	0.225	0.210	0.192	0.196	0.277	0.307	0.300	0.244	0.975	0.050	0.156	1.0
异丙苯	0.250	0.231	0.236	0.239	0.243	0.252	0.261	0.263	0.246	0.985	0.012	0.039	1.0
二氯甲烷	0.250	0.230	0.322	0.310	0.297	0.302	0.222	0.277	0.280	1.119	0.039	0.124	1.0
甲基叔丁基醚	0.250	0.240	0.241	0.258	0.252	0.265	0.274	0.245	0.253	1.014	0.013	0.041	2.0
萘	0.250	0.219	0.223	0.239	0.215	0.262	0.276	0.272	0.244	0.974	0.026	0.081	1.0
正丁基苯	0.250	0.231	0.229	0.231	0.242	0.267	0.270	0.244	0.245	0.979	0.017	0.054	1.0
正丙苯	0.250	0.253	0.243	0.277	0.257	0.282	0.264	0.256	0.262	1.047	0.014	0.043	1.0
对异丙基甲苯	0.250	0.262	0.248	0.257	0.241	0.272	0.259	0.249	0.255	1.021	0.011	0.033	1.0
仲丁基苯	0.250	0.268	0.243	0.254	0.245	0.270	0.270	0.248	0.257	1.027	0.012	0.038	1.0
苯乙烯	0.250	0.247	0.255	0.245	0.264	0.247	0.249	0.223	0.247	0.989	0.012	0.039	1.0
叔丁醇	6.250	6.041	6.209	6.315	5.583	6.312	6.667	6.212	6.191	0.329	1.039	1.033	50.0
叔丁基苯	0.250	0.248	0.255	0.245	0.248	0.267	0.290	0.257	0.258	1.034	0.016	0.050	1.0
四氯乙烯	0.250	0.253	0.258	0.248	0.250	0.259	0.289	0.254	0.259	1.034	0.014	0.044	1.0
甲苯	0.250	0.253	0.289	0.260	0.268	0.262	0.267	0.243	0.263	1.053	0.014	0.045	1.0
反式-1,2-二氯乙烯	0.250	0.285	0.262	0.290	0.266	0.268	0.278	0.269	0.274	1.096	0.011	0.033	1.0
反式-1,3-二氯丙烷	0.250	0.235	0.239	0.269	0.229	0.237	0.212	0.228	0.235	0.942	0.017	0.054	1.0
三氯乙烯	0.250	0.254	0.266	0.257	0.281	0.257	0.271	0.215	0.257	1.029	0.021	0.066	1.0
三氯氟甲烷	0.250	0.228	0.225	0.236	0.211	0.259	0.277	0.218	0.236	0.945	0.024	0.074	1.0
三氯三氟乙烷	0.250	0.204	0.222	0.221	0.231	0.124	0.046	0.250	0.185	0.741	0.073	0.230	2.0
醋酸乙烯酯	0.250	0.246	0.232	0.264	0.267	0.234	0.266	0.227	0.248	0.992	0.018	0.055	2.0
氯乙烯	0.250	0.215	0.218	0.263	0.276	0.296	0.326	0.263	0.205	1.061	0.040	0.125	1.0
二甲苯(邻)	0.250	0.240	0.246	0.284	0.240	0.280	0.262	0.279	0.262	1.046	0.020	0.062	1.0
二甲苯(间/对)	0.500	0.492	0.494	0.523	0.528	0.543	0.524	0.489	0.513	1.026	0.021	0.067	2.0

附录 I

方法 8260B – ICV

化合物	RRF/Amount	RF20	CCAL RRF20	Min RRF	%D/%Drift	Max %D/%Drift	曲线类型
§ 4. 二溴氟甲烷	0.36203	0.31146	0.31146	0.010	-13.96831	40.00000	均值
§ 5. 1,2-二氯乙烷-d4	0.37896	0.32994	0.32994	0.010	-12.93545	40.00000	均值
§ 6. 甲苯-d8	1.33288	1.14283	1.14283	0.010	-14.25917	40.00000	均值
§ 7. 4-溴氟苯	0.47509	0.47790	0.47790	0.010	0.59161	40.00000	均值
§ 1,3,6 三氟甲苯	0.65302	0.59608	0.59608	0.010	-8.72073	40.00000	均值
8. 二氯二氟甲烷	0.37624	0.39228	0.39228	0.010	4.26154	40.00000	均值
9. 氯甲烷 (**)	0.41232	0.38716	0.38716	0.100	-6.10304	40.00000	均值
10. 氯乙烯 (*)	0.37819	0.41265	0.41265	0.010	9.11202	20.00000	均值
11. 溴甲烷	0.22562	0.23083	0.23083	0.010	2.30808	40.00000	均值
12. 氯乙烷	0.21985	0.22480	0.22480	0.010	2.25157	40.00000	均值
13. 三氯氟甲烷	0.53894	0.52253	0.52253	0.010	-3.04429	40.00000	均值
15. 三氯三氟乙烷	0.30153	0.31627	0.31627	0.010	4.88828	40.00000	均值
17. 1,1-二氯乙烯 (*)	0.32357	0.32182	0.32182	0.010	-0.54020	20.00000	均值
18. 丙酮	0.19525	0.19889	0.19889	0.010	1.86219	40.00000	均值
21. 二硫化碳	1.00047	1.00882	1.00882	0.010	0.83467	40.00000	均值
31. 醋酸乙烯酯	0.75420	0.59999	0.59999	0.010	-20.44608	40.00000	均值
22. 二氯甲烷	0.34503	0.35196	0.35196	0.010	2.00644	40.00000	均值
23. 叔丁醇	0.12548	0.10968	0.10968	0.001	-12.58837	40.00000	均值
25. 甲基叔丁基醚	0.96684	0.95800	0.95800	0.010	-0.91396	40.00000	均值
26. 反式-1,2-二氯乙烯	0.35888	0.36820	0.36820	0.010	2.59783	40.00000	均值
27. 丙烯腈	0.23506	0.22755	0.22755	0.010	-3.19806	40.00000	均值
30. 1,1-二氯乙烷 (**)	0.67020	0.64941	0.64941	0.100	-3.10245	40.00000	均值
33. 2,2-二氯丙烷	0.52308	0.47549	0.47549	0.010	-9.09677	40.00000	均值
35. 顺式-1,2-二氯乙烯	0.42979	0.38896	0.38896	0.010	-9.50003	40.00000	均值
38. 2-丁酮	0.34753	0.32082	0.32082	0.010	-7.68757	40.00000	均值
40. 溴氯甲烷	0.19217	0.18758	0.18758	0.010	-2.39117	40.00000	均值
41. 氯仿 (*)	0.62925	0.62438	0.62438	0.010	-0.77408	20.00000	均值
42. 1,1,1-三氯乙烷	0.57471	0.56931	0.56931	0.010	-0.93907	40.00000	均值
43. 四氯化碳	0.52968	0.51289	0.51289	0.010	-3.16859	40.00000	均值
44. 1,1-二氯丙烯	0.54167	0.52360	0.52360	0.010	-3.33563	40.00000	均值
47. 苯	1.44144	1.43003	1.43003	0.010	-0.79210	40.00000	均值
48. 1,2-二氯乙烷	0.45716	0.43019	0.43019	0.010	-5.90039	40.00000	均值
49. 三氯乙烯	0.39905	0.40022	0.40022	0.010	0.29331	40.00000	均值
51. 1,2-二氯丙烷 (*)	0.35472	0.34473	0.34473	0.010	-2.81753	20.00000	均值
52. 二溴甲烷	0.23970	0.22263	0.22263	0.010	-7.12274	40.00000	均值
53. 1,4-二氧六环	0.00634	0.00461	0.00461	0.000	-27.26887	40.00000	均值
54. 溴代二氯甲烷	0.46274	0.44347	0.44347	0.010	-4.16635	40.00000	均值
55. 2-氯乙基乙烯基醚	0.23855	0.23628	0.23628	0.010	-0.95187	40.00000	均值
56. 顺式-1,3-二氯丙烷 (xt)	0.54372	0.53208	0.53208	0.010	-2.14022	40.00000	均值
57. 4-甲基-2-戊酮	0.59436	0.56758	0.56758	0.010	-4.50512	40.00000	均值
58. 甲苯 (*)	0.88330	0.85362	0.85362	0.010	-3.36029	20.00000	均值
60. 反式-1,3-二氯丙烷 (x)	0.48155	0.47230	0.47230	0.010	-1.92272	40.00000	均值

化合物	RRF/Amount	RF20	CCAL RRF20	Min RRF	%D/%Drift	Max %D/%Drift	曲线类型
61. 1,1,2-三氯乙烷	0.29117	0.29250	0.29250	0.010	0.45508	40.00000	均值
62. 四氯乙烯	0.43237	0.40519	0.40519	0.010	-6.28733	40.00000	均值
63. 1,3-二氯丙烷	0.53209	0.49650	0.49650	0.010	-6.68691	40.00000	均值
64. 2-己酮	0.48610	0.44823	0.44823	0.010	-7.79089	40.00000	均值
65. 二溴氯甲烷	0.36707	0.35325	0.35325	0.010	-3.76495	40.00000	均值
66. 1,2-二溴乙烷	0.35029	0.33132	0.33132	0.010	-5.41790	40.00000	均值
67. 1-氯己烷	0.52539	0.48746	0.48746	0.010	-7.21841	40.00000	均值
68. 氯苯 (**)	0.98165	0.94114	0.94114	0.300	-4.12685	40.00000	均值
69. 乙苯 (*)	0.55007	0.52974	0.52974	0.010	-3.69605	20.00000	均值
70. 1,1,1,2-四氯乙烷	0.36378	0.34747	0.34747	0.010	-4.48263	40.00000	均值
71. 二甲苯 (间/对)	0.67749	0.65347	0.65347	0.010	-3.54641	40.00000	均值
72. 二甲苯 (邻)	0.64146	0.62527	0.62527	0.010	-2.52332	40.00000	均值
73. 苯乙烯	1.05170	1.02909	1.02909	0.010	-2.14974	40.00000	均值
74. 溴仿 (**)	0.31021	0.28663	0.28663	0.010	-7.60009	40.00000	均值
75. 异丙苯	1.77659	1.72665	1.72665	0.010	-2.81090	40.00000	均值
77. 溴苯	0.74579	0.72435	0.72435	0.010	-2.87530	40.00000	均值
78. 1,1,2,2-四氯乙烷 (*)	0.93892	0.88917	0.88917	0.300	-5.29862	40.00000	均值
79. 正丙苯	3.81859	3.75426	3.75426	0.010	-1.68474	40.00000	均值
80. 1,2,3-三氯丙烷	0.32454	0.29340	0.29340	0.010	-9.59680	40.00000	均值
81. 2-氯甲苯	2.11588	2.09275	2.09275	0.010	-1.09318	40.00000	均值
82. 1,3,5-三乙苯	2.62692	2.53695	2.53695	0.010	-3.42492	40.00000	均值
83. 4-氯甲苯	2.43252	2.36035	2.36035	0.010	-2.96675	40.00000	均值
84. 叔丁基苯	2.29632	2.27240	2.27240	0.010	-1.04174	40.00000	均值
85. 1,2,4-三乙苯	2.53873	2.52059	2.52059	0.010	-0.71440	40.00000	均值
86. 仲丁基苯	3.43305	3.41617	3.41617	0.010	-0.49163	40.00000	均值
87. 1,3-二氯苯	1.40547	1.38582	1.38582	0.010	-1.39822	40.00000	均值
88. 对异丙基甲苯	2.87153	2.80363	2.80363	0.010	-2.36437	40.00000	均值
89. 1,4-二氯苯	1.43088	1.38580	1.38580	0.010	-3.15027	40.00000	均值
90. 正丁基苯	2.62902	2.58521	2.58521	0.010	-1.66640	40.00000	均值
91. 1,2-二氯苯	1.31531	1.29441	1.29441	0.010	-1.58919	40.00000	均值
92. 1,2-二溴-3-氯丙烷	0.27280	0.24717	0.24717	0.010	-9.39397	40.00000	均值
93. 1,2,4-三氯苯	0.84841	0.77579	0.77579	0.010	-8.55990	40.00000	均值
94. 六氯丁二烯	0.49194	0.45576	0.45576	0.010	-7.35499	40.00000	均值
95. 萘	2.71843	2.51048	2.51048	0.010	-7.64987	40.00000	均值
96. 1,2,3-三氯苯	0.78005	0.69988	0.69988	0.010	-10.27695	40.00000	均值
M 97. 1,2-二氯乙烯 (总)	0.39434	0.37858	0.37858	0.010	-3.99575	40.00000	均值
M 98. 二甲苯 (总)	0.66548	0.64407	0.64407	0.010	-3.21804	40.00000	均值

%D/Drift 均值

%D/Drift 计算均值 = 4.64924

%D/Drift 最大均值 = 15.00000

* 通过 %D/Drift 均值测试

附录 J

方法 8260B - CCV

化合物	RRF/Amount	RF20	CCAL RRF20	MIN RRF	%D/%Drift	Max%D/\$Drift	曲线类型
\$ 4. 二溴氟甲烷	0.36203	0.30793	0.30793	0.010	-14.94400	40.00000	均值
\$ 5. 1,2-二氯乙烷-d4	0.37896	0.33032	0.33032	0.010	-12.83532	40.00000	均值
\$ 6. 甲苯-d8	1.33288	1.14804	1.14804	0.010	-13.86768	40.00000	均值
\$ 7. 4-溴氟苯	0.47509	0.50135	0.50135	0.010	5.52653	40.00000	均值
\$ 1,3,6 三氟甲苯	0.65302	0.56932	0.56932	0.010	-12.81811	40.00000	均值
8. 二氯二氟甲烷	0.37624	0.36928	0.36928	0.010	-1.85114	40.00000	均值
9. 氟甲烷 (**)	0.41232	0.40187	0.40187	0.100	-2.53470	40.00000	均值
10. 氯乙烯 (*)	0.37819	0.40335	0.40335	0.010	6.65290	20.00000	均值
11. 溴甲烷	0.22562	0.21861	0.21861	0.010	-3.10544	40.00000	均值
12. 氯乙烷	0.21985	0.21516	0.21516	0.010	-2.13141	40.00000	均值
13. 三氟氟甲烷	0.53894	0.50758	0.50758	0.010	-5.81909	40.00000	均值
15. 三氯三氟乙烷	0.30153	0.30394	0.30394	0.010	0.79949	40.00000	均值
17. 1,1-二氯乙烯 (*)	0.32357	0.29751	0.29751	0.010	-8.05290	20.00000	均值
18. 丙酮	0.19525	0.19197	0.19197	0.010	-1.67941	40.00000	均值
21. 二硫化碳	1.00047	1.09580	1.09580	0.010	9.52828	40.00000	均值
31. 醋酸乙烯酯	0.75420	0.73831	0.73831	0.010	-2.10624	40.00000	均值
22. 二氟甲烷	0.34503	0.32268	0.32268	0.010	-6.47865	40.00000	均值
23. 叔丁醇	0.12548	0.11780	0.11780	0.001	-6.12193	40.00000	均值
25. 甲基叔丁基醚	0.96684	0.95180	0.95180	0.010	-1.55603	40.00000	均值
26. 反式-1,2-二氯乙烯	0.35888	0.33219	0.33219	0.010	-7.43626	40.00000	均值
27. 丙烯腈	0.23506	0.23304	0.23304	0.010	-0.85920	40.00000	均值
30. 1,1-二氯乙烷 (**)	0.67020	0.60576	0.60576	0.100	-9.61609	40.00000	均值
33. 2,2-二氯丙烷	0.52308	0.45812	0.45812	0.010	-12.41860	40.00000	均值
35. 顺式-1,2-二氯乙烯	0.42979	0.37067	0.37067	0.010	-13.75593	40.00000	均值
38. 2-丁酮	0.34753	0.33514	0.33514	0.010	-3.56773	40.00000	均值
40. 溴氯甲烷	0.19217	0.17708	0.17708	0.010	-7.85416	40.00000	均值
41. 氯仿 (*)	0.62925	0.58323	0.58323	0.010	-7.31386	20.00000	均值
42. 1,1,1-三氯乙烷	0.57471	0.50924	0.50924	0.010	-11.39145	40.00000	均值
43. 四氯化碳	0.52968	0.47581	0.47581	0.010	-10.17013	40.00000	均值
44. 1,1-二氯丙烯	0.54167	0.48439	0.48439	0.010	-10.57539	40.00000	均值
47. 苯	1.44144	1.33789	1.33789	0.010	-7.18415	40.00000	均值
48. 1,2-二氯乙烷	0.45716	0.40972	0.40972	0.010	-10.37868	40.00000	均值
49. 三氯乙烯	0.39905	0.36261	0.36261	0.010	-9.13196	40.00000	均值
51. 1,2-二氯丙烷 (*)	0.35472	0.32903	0.32903	0.010	-7.24287	20.00000	均值
52. 二溴甲烷	0.23970	0.21247	0.21247	0.010	-11.35898	40.00000	均值
53. 1,4-二氧六环	0.00634	0.00653	0.00653	0.000	2.95924	40.00000	均值
54. 溴代二氯甲烷	0.46274	0.41117	0.41117	0.010	-11.14472	40.00000	均值
55. 2-氯乙基乙烯基醚	0.23855	0.23045	0.23045	0.010	-3.39685	40.00000	均值
56. 顺式-1,3-二氯丙烷 (xt)	0.54372	0.48707	0.48707	0.010	-10.41955	40.00000	均值
57. 4-甲基-2-戊酮	0.59436	0.55308	0.55308	0.010	-6.94548	40.00000	均值
58. 甲苯 (*)	0.88330	0.81971	0.81971	0.010	-7.19920	20.00000	均值
60. 反式-1,3-二氯丙烷 (x)	0.48155	0.44470	0.44470	0.010	-7.65230	40.00000	均值
61. 1,1,2-三氯乙烷	0.29117	0.27479	0.27479	0.010	-5.62833	40.00000	均值

化合物	RRF/Amount	RF20	CCAL RRF20	MIN RRF	%D/%Drift	Max%D/\$Drift	曲线类型
62. 四氯乙烯	0.43237	0.42795	0.42795	0.010	-1.02370	40.00000	均值
63. 1,3-二氯丙烷	0.53209	0.52244	0.52244	0.010	-1.81311	40.00000	均值
64. 2-己酮	0.48610	0.48886	0.48886	0.010	0.56779	40.00000	均值
65. 二溴氯甲烷	0.36707	0.35835	0.35835	0.010	-2.37560	40.00000	均值
66. 1,2-二溴乙烷	0.35029	0.34097	0.34097	0.010	-2.66247	40.00000	均值
67. 1-氯己烷	0.52539	0.52604	0.52604	0.010	0.12412	40.00000	均值
68. 氯苯 (**)	0.98165	0.97600	0.97600	0.300	-0.57501	40.00000	均值
69. 乙苯 (*)	0.55007	0.54904	0.54904	0.010	-0.18763	20.00000	均值
70. 1,1,1,2-四氯乙烷	0.36378	0.34529	0.34529	0.010	-5.08217	40.00000	均值
71. 二甲苯 (间/对)	0.67749	0.67448	0.67448	0.010	-0.44459	40.00000	均值
72. 二甲苯 (邻)	0.64146	0.64343	0.64343	0.010	0.30744	40.00000	均值
73. 苯乙烯	1.05170	1.01640	1.01640	0.010	-3.35604	40.00000	均值
74. 溴仿 (**)	0.31021	0.29775	0.29775	0.010	-4.01697	40.00000	均值
75. 异丙苯	1.77659	1.75886	1.75886	0.010	-0.99792	40.00000	均值
77. 溴苯	0.74579	0.75576	0.75576	0.010	1.33683	40.00000	均值
78. 1,1,2,2-四氯乙烷 (*)	0.93892	0.97358	0.97358	0.300	3.69186	40.00000	均值
79. 正丙苯	3.81859	3.89748	3.89748	0.010	2.06583	40.00000	均值
80. 1,2,3-三氯丙烷	0.32454	0.31495	0.31495	0.010	-2.95645	40.00000	均值
81. 2-氯甲苯	2.11588	2.17685	2.17685	0.010	2.88168	40.00000	均值
82. 1,3,5-三乙苯	2.62692	2.60407	2.60407	0.010	-0.86973	40.00000	均值
83. 4-氯甲苯	2.43252	2.47865	2.47865	0.010	1.89658	40.00000	均值
84. 叔丁基苯	2.29632	2.38196	2.38196	0.010	3.72921	40.00000	均值
85. 1,2,4-三乙苯	2.53873	2.59629	2.59629	0.010	2.26723	40.00000	均值
86. 仲丁基苯	3.43305	3.46989	3.46989	0.010	1.07319	40.00000	均值
87. 1,3-二氯苯	1.40547	1.45803	1.45803	0.010	3.73953	40.00000	均值
88. 对异丙基甲苯	2.87153	2.89984	2.89984	0.010	0.98605	40.00000	均值
89. 1,4-二氯苯	1.43088	1.43038	1.43038	0.010	-0.03493	40.00000	均值
90. 正丁基苯	2.62902	2.67808	2.67808	0.010	1.86624	40.00000	均值
91. 1,2-二氯苯	1.31531	1.30647	1.30647	0.010	-0.67216	40.00000	均值
92. 1,2-二溴-3-氯丙烷	0.27280	0.25308	0.25308	0.010	-7.22822	40.00000	均值
93. 1,2,4-三氯苯	0.84841	0.80204	0.80204	0.010	-5.46552	40.00000	均值
94. 六氯丁二烯	0.49194	0.45181	0.45181	0.010	-8.15651	40.00000	均值
95. 萘	2.71843	2.54349	2.54349	0.010	-6.43538	40.00000	均值
96. 1,2,3-三氯苯	0.78005	0.72478	0.72478	0.010	-7.08498	40.00000	均值
97. 1,2-二氯乙烯 (总)	0.39434	0.35143	0.35143	0.010	-10.88090	40.00000	均值
98. 二甲苯 (总)	0.66548	0.66413	0.66413	0.010	-0.20330	40.00000	均值

%D/Drift 均值

%D/Drift 计算均值 = 4.76143

%D/Drift 最大均值 = 15.00000

* 通过 %D/Drift 均值测试

更多信息

本文中的数据仅代表测定的典型结果。有关产品和服务的更多信息，请访问 www.agilent.com/chem/cn。

www.agilent.com/chem/cn

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。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2012

2012年6月11日，中国印刷

5991-0029CHCN



Agilent Technologies