

# 使用安捷伦特殊设计的 J&W DB-UI 8270D 色谱柱分析半挥发性组分

## 应用报告

环境

### 作者

Ken Lynam  
安捷伦科技有限公司

### 摘要

使用 0.25 mm 内径和 0.18 mm 内径的安捷伦 J&W DB-UI 8270D 色谱柱分析具有挑战性的半挥发性分析物可获得极佳的峰形和色谱性能。通过采用 20 m × 0.18 mm, 0.36 μm DB-UI 8270D 毛细管气相柱在 16 min 内完成了对 29 种半挥发性分析物混标的分析，充分证明了该色谱柱的实用性。另外，对在 0.18 mm 内径高效气相柱上使用带有玻璃棉的超高惰性衬管的优势也进行了验证。

### 前言

世界各地的水源存在大量以多种途径进入的挥发性和半挥发性污染物。在美国（US），这些污染物依据针对半挥发性有机物的 US-EPA 8270 方法进行分析 [1]。在欧盟（EU），这类化合物中的大部分被认为是挥发性有机物，其沸点低于 250 °C，并按照 European Water Framework Directive 2000/60EC 进行分析 [2]。虽然这些目标分析物从监管的角度看检测方法各不相同，但很显然，在全球范围内对水质进行监测是十分必要的。现代高灵敏度的 GC/MS 仪器，使用惰性验证的耗材部件，为这些化合物的监测提供了便利而可靠的分析手段。



**Agilent Technologies**

很多 US EPA 8270 列表上的同类化合物作为优先物质或者倍受关注的化学品也同时出现在 European Water Framework Directive 里 [3], 其沸点和化学性质各异。大量的活性化学基团包括碱性、酸性和含磷官能团, 都会对实现准确色谱分析形成挑战 [4]。含活性官能团的分析物可能会吸附在流路中的任何活性位点上, 造成峰拖尾、检测限升高, 或者出现最糟糕的情况: 未检测到目标分析物。

为满足这些活性物质和问题组分的分析要求, 使用特殊设计的色谱柱对实现持久的惰性非常重要。惰性验证测试对于获得尖锐的峰形、低检测限和分析者所追求的可靠系统性能都非常必要 [5]。每根安捷伦 J&W DB-UI 8270D 气相柱在出厂时都已使用强活性测试混标进行测试, 以确保分析活性半挥发性分析物时获得尖锐峰形和低检测限。

## 超高惰性测试

使用严格的半挥发物测试混标特殊设计了一种半挥发超高惰性混标专门用于 DB-UI 8270D 色谱柱测试。测试混标包括丙酸、吡啶、间二甲苯、对二甲苯和 1-氯-2-氟苯。使用这些混标同时评价了酸碱行为、芳香族异构体和卤素的选择性等。为彻底探查惰性效果, 测试同时在低浓度(色谱柱上各组分 5-10 ng)和低温(45 °C 恒温)的苛刻条件下进行。图 1 为 DB-UI 8270D 色谱柱典型的测试谱图。包括测试色谱图在内的每根色谱柱检测结果为其出厂提供了惰性能支持。

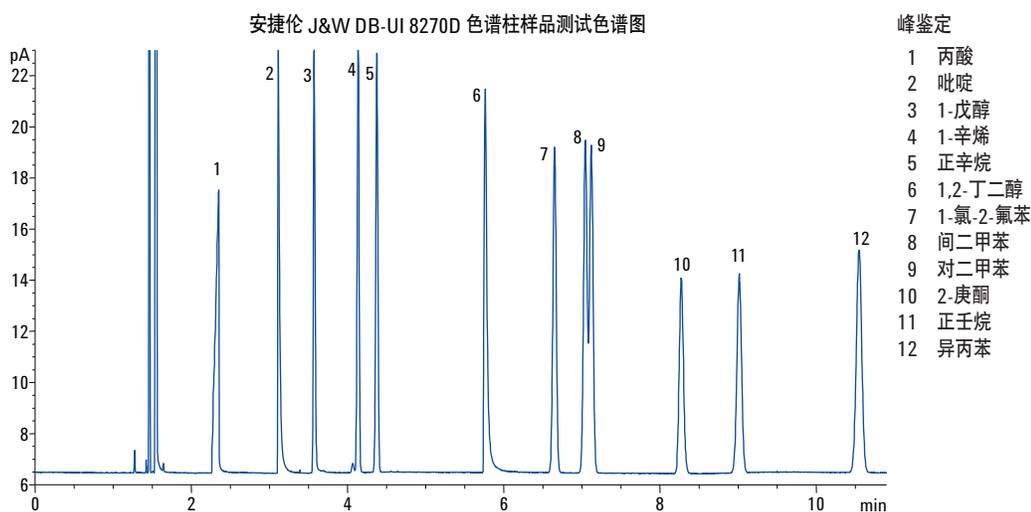


图 1. 采用安捷伦 J&W DB-UI 8270D 色谱柱测试半挥发性样品的色谱图

进样口衬管的去活处理是分析半挥发物时获得最可靠系统性能的另一关键因素。安捷伦超高惰性衬管同样采用了严格的测试混标进行测试，以保证比常规去活处理的衬管持久地获得更高惰性和更尖锐的峰形。新型去活技术可以保证采用填充了玻璃棉的超高惰性衬管实现活性酸、碱和有机磷等分析物的完美分析。

## 总工作流程解决方案

先进的软件特性如同步 SIM/SCAN、保留时间锁定、反吹计算器，以及半挥发物数据库等作为工具可帮助加速半挥发物分析并获得最终结果。一整套半挥发物分析系统出厂前经过了测试，提供的总工作流程解决方案可在装机第一天就立即投入运行。

## 实验部分

GC/MS 系统 1 是一套由安捷伦 7890 系列气相色谱仪和带三轴检测器的 5975C 系列 GC/MSD 组成的联用系统。该系统使用的色谱柱为 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm DB-UI 8270D (表 1)。使用包含各分析物标称浓度均为 10 ng/μL 的 78 种分析物的混标来评价所用色谱柱的色谱性能。

GC/MS 系统 2 也是一套 7890/5975C 气质联用系统，但色谱柱为 20 m × 0.18 mm, 0.36 μm DB-UI 8270D (表 2)。使用的混标包含了 29 种组分，各组分的标称浓度均为 10 ng/μL。

表 3 列出了用于两个 GC/MS 系统的流路耗材。

表 1. 系统 1 的色谱条件

色谱柱:	安捷伦 J&W DB-UI 8270D, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm (部件号 122-9732)
载气:	氦气, 1.2 mL/min 恒流, 隔垫吹扫 3 mL/min, 吹扫时间 0.7 min 50 mL/min, 载气节省关闭
柱温箱:	30 °C (保持 1.0 min), 以 15 °C/min 升至 100 °C, 以 20 °C/min 升至 240 °C (保持 0.5 min), 以 15 °C/min 升至 325 °C (保持 6.7 min)
进样口:	MMI, 非脉冲不分流模式, 1 μL, 275 °C
进样口衬管:	双锥形直接连接衬管 (部件号 G1544-80700)
MSD:	传输线 325 °C, 离子源 280 °C, 四极杆 150 °C 质量范围 35-500 AMU
GC/MSD:	Agilent 7890 系列 GC/5975C 系列 GC/MSD
进样器:	Agilent 7693, 10.0 μL 进样针 (部件号 G4513-80216)

表 2. 系统 2 的色谱条件

色谱柱 1:	安捷伦 DB-UI 8270D, 20 m × 0.18 mm, 0.36 μm (部件号 121-9723)
色谱柱 2:	1.0 m × 0.15 mm 内径去活熔融石英管 (部件号 160-1625-10)
载气:	氦气, 恒流 1.58 mL/min, 40 °C
柱温箱:	40 °C (保持 2.5 min), 以 25 °C/min 升至 320 °C (保持 4.8 min)
进样口:	S/SL 1 μL 脉冲不分流: 300 °C, 44 psi 脉冲 1.4 min, 1.42 min 时吹扫流量 50 mL/min, 载气节省关闭
进样口衬管:	安捷伦超高惰性单锥衬管, 内装玻璃棉 (部件号 5190-2293)
MSD:	传输线 325 °C, 离子源 300 °C, 四极杆 150 °C, 质量范围 30-550 AMU
GC/MSD:	Agilent 7890 系列 GC/5975C 系列 GC/MSD
进样器:	Agilent 7683B, 5.0 μL 进样针 (部件号 G4513-80206)
Aux EPC:	运行期间 5 mL/min 时 2 psi
反吹:	后运行 3.5 min, 75 psi Aux EPC, 进样口压力 2 psi

表 3. 流路耗材

样品瓶:	琥珀色硅烷化螺纹口样品瓶 (部件号 5183-2072)
样品瓶盖:	蓝色螺口盖 (部件号 5185-5820)
样品瓶内插管:	250 μL 带玻璃/聚合物支脚 (部件号 5181-8872)
注射器:	5 μL (部件号 5181-1273)
进样口隔垫:	高级绿色隔垫 (部件号 5183-4759)
进样口衬管:	超高惰性单细径锥衬管 (部件号 5190-3162)
分流平板:	带垫圈的进样口分流平板 (10/包, 部件号 5190-2209)
垫圈:	0.4 mm 内径, 短型; 85/15 Vespel/石墨 (部件号 5181-3323)
PCT 接头:	内部螺母 (部件号 G2855-20530)
PCT 垫圈:	SiTite 垫圈, 0.25mm 内径 (部件号 5188-5361)
放大器:	20 倍放大器环 (部件号 430-1020)

## 标准溶液制备

含 78 种组分，单组分标称浓度均为 10 ng/μL 的 EPA-83270 混标购于 AccuStandard 公司 (New Haven, CT)，移取至样品瓶中进样。

含 29 种组分，单组分标称浓度为 10 ng/μL 的 GC/MS 半挥发物分析仪校检混标来自安捷伦科技有限公司 (Santa Clara, CA) (部件号 5190-0473)，移取至样品瓶中直接进样，或用 Ultra Resi-analyzed 级的二氯甲烷 (J. T. Baker, Phillipsburg, NJ) 稀释后进样，Ultra Resi-analyzed 级的二氯甲烷也用于清洗进样针。

## 结果和讨论

图 2 为进样 1  $\mu\text{L}$  标称浓度为 10  $\text{ng}/\mu\text{L}$  的 78 种半挥发物混标时获得的色谱图。在该载样量下（色谱柱上 10  $\text{ng}$ ），可清晰分辨出各组峰形，SCAN 信号足够用于谱库检索。24  $\text{min}$  内所有目标组分均峰形良好，并完成了定性和定量分析。此条件下酸性组分五氯苯酚峰形良好，USP 峰拖尾因子小于 1.3。

图 3 显示了图 2 总离子流图中苯并 [b] 芘和苯并 [k] 芘同分异构体共流出的放大部分。上述两峰的分辨率为 1.20，显示了优异的分​​离效果。

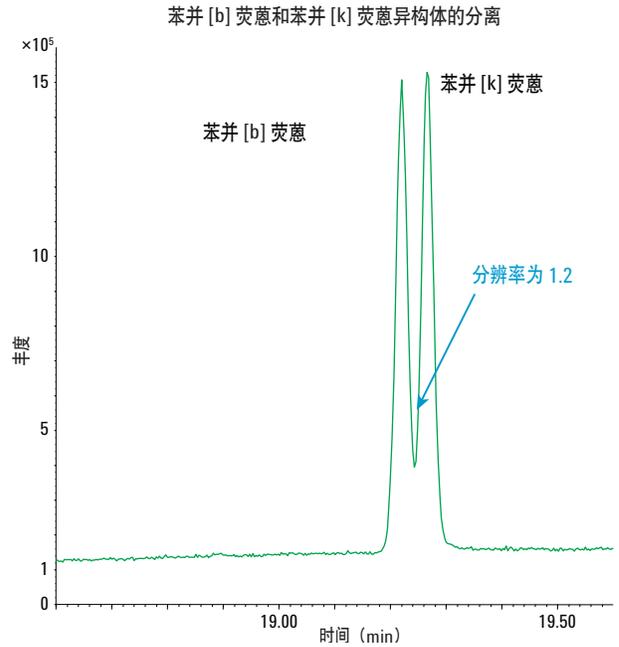


图 3. 苯并 [b] 芘和苯并 [k] 芘同分异构体的分离。分析条件见表 1

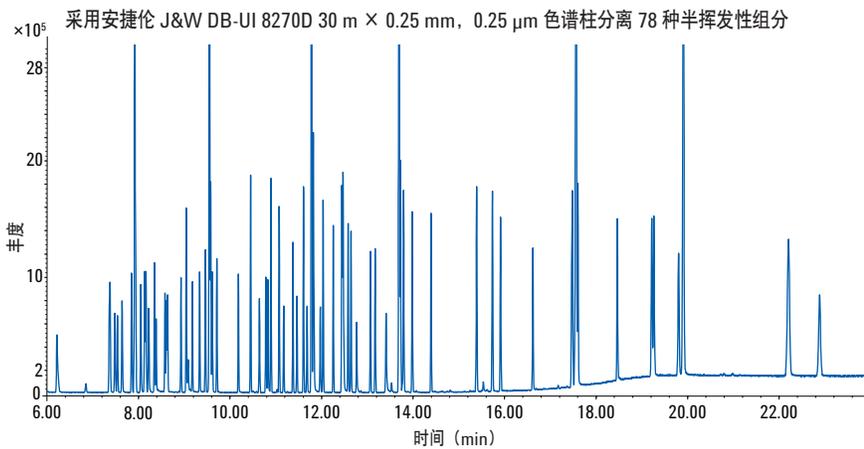


图 2. 78 种半挥发性组分混标的总离子流图。每个组分进样后的柱上载样量均为 10  $\text{ng}$ 。分析条件见表 1

图 4 展示了 29 种半挥发性混标中组分的分离，各组峰形完美。该分离采用安捷伦 J&W DB-UI 8270D，20 m × 0.18 mm，0.36 μm 色谱柱，16 min 内即可获得结果。该混标包含了沸点范围跨度很大的不同化合物，从 N-亚硝基二甲胺到菲-d 12。无论是最早出峰的 N-亚硝基二甲胺还是最晚出峰的菲-d 12 均获得了尖锐而对称的峰形。

29 种组分混标中包含了多种化学活性的分析物，如酸性酚类、有机碱、有机磷和有机氯农药。在使用 DB-UI 8270D，20 m × 0.18 mm，0.36 μm 毛细管气相柱和填充了玻璃棉的超高惰性衬管的这一系统上，2,4-二硝基苯酚、4-硝基苯酚和五氯苯酚均获得了良好的峰形和响应。碱类分析物如 N-亚硝基二甲胺、苯胺和 3,3'-二氯联苯胺的响应和峰形也非常良好。DDT 和异狄氏剂

等有机氯农药易和表面活性位点反应发生分解，尤其易发生在进样口处。经过上百次溶剂空白和标准品进样后，异狄氏剂和 DDT 的分解产物才分别降至各自总峰面积的 1.5% 以下。有机磷农药，如速灭磷、西玛津、阿特拉津和特丁硫磷，由于其与衬管相互作用，故峰形也会有些拖尾。但使用带有玻璃棉的超高惰性衬管分析这些具有挑战性的农药，可获得极佳的峰形。

从监管的角度来看，这 29 种组分代表了欧盟 Directive 76/464/EEC 附录列表 1 或 Directive 2008/105/EC 附录 II，以及针对半挥发物分析的 US-EPA 8270D 方法中一大批重要的目标分析物。水质的确是全球范围关注的问题，需要使用可靠的分析方法严格监控。

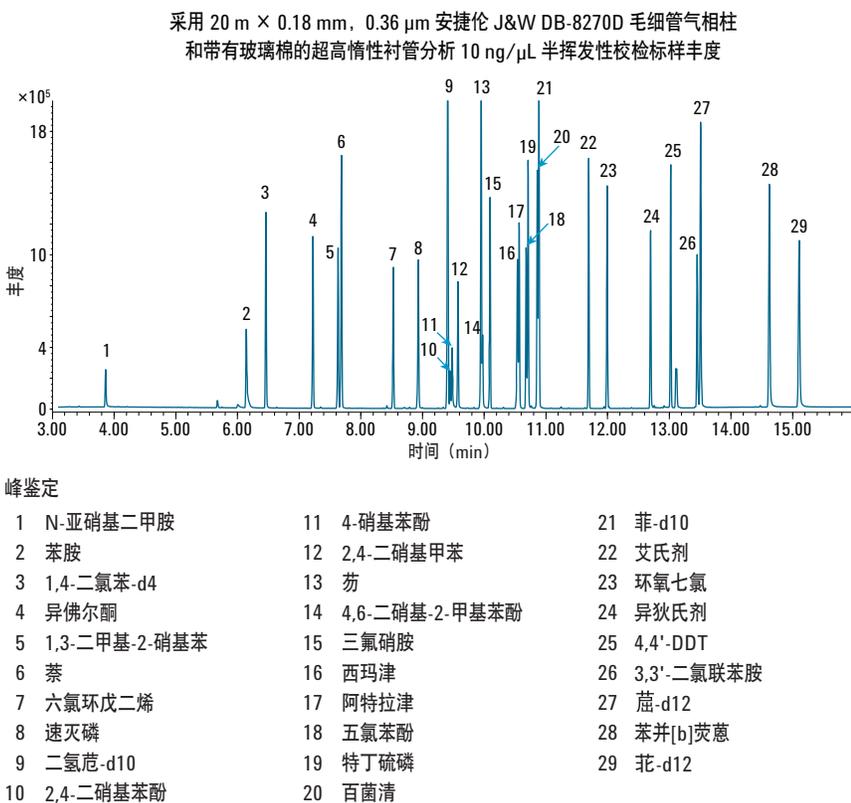


图 4. 采用安捷伦 J&W DB-UI 8270D 20 m × 0.18 mm，0.36 μm 色谱柱（部件号 121-9723）分析 29 种组分混标的色谱图。分析条件见表 2

图 5 展示了图 4 中保留时间从 9.3 min 到 9.8 min 内的放大色谱图。2,4-二硝基苯酚是特别具有挑战性的化合物，经常表现为峰扭曲和低响应。而此处可观察到一个尖锐对称、响应强度大的色谱峰。

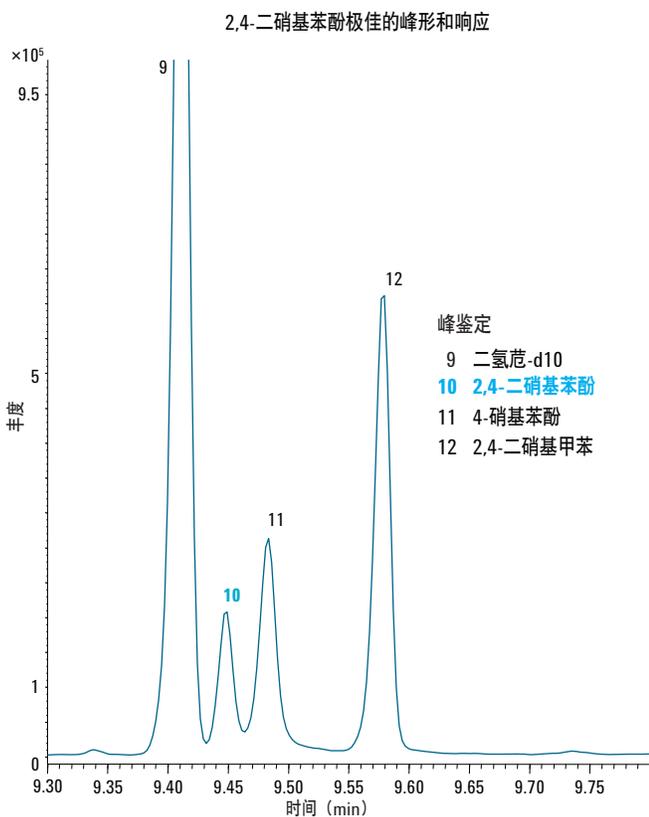


图 5. 2,4-二硝基苯酚的放大色谱图。分析条件见表 2

## 结论

本文展示了使用内径分别为 0.25 mm 和 0.18 mm 两种规格的安捷伦 J&W DB-UI 8270D 色谱柱分析半挥发性有机物的显著效果。活性组分如酸性酚类、有机碱、异狄氏剂、DDT 和有机磷农药等在两种色谱柱上均获得了良好的峰形。在 0.18 mm 内径的色谱柱上结合使用了带有玻璃棉的超高惰性衬管，发现异狄氏剂和 DDT 的分解程度大幅降低，同时 29 种半挥发性测试混标中的有机磷农药也获得了尖锐对称的峰形。

含 29 种组分的半挥发性测试混标对于 EU 和 US 监控实验室进行水质检验系统性能评价非常有效。混标中包含了两种监管体系中的分析物，它们中的大多数进行色谱分析时具有相当挑战性，制成混标后可作为一个整体快速方便地评估系统性能。

## 客户致谢

“在我 30 年的经历中，我几乎运行过所有 USEPA 半挥发物分析方法，如方法 608、625、508、525.2，当然，还有 8270 系列。安捷伦 J&W DB-UI 8270D 气相柱的性能使半挥发有机物的分析提升到了一个新的高度。无论是采用传统的进样口技术（分流/不分流和 LVI 进样口）还是柱上直接进样，都充分证明了 DB-UI 8270D 具有以下优势：

- 更高的色谱分离度（分析 PAHs 时尤其明显！）
- 更高的惰性（具有低 pKa 值的酸性组分如 2,4-二硝基苯酚和 4-硝基苯酚的反应活性极小）
- 更佳的防降解特性（4,4'-DDT 和异狄氏剂的降解率低于所有方法要求，在多种情况下均低于 5%！）
- 更好的防五氯苯酚和联苯胺峰拖尾特性（联苯胺峰形完全符合高斯分布）

在我以后针对客户的研究和工作中，采用 USEPA 方法进行半挥发性有机物分析时，安捷伦 J&W DB-UI 8270D 气相柱会成为我继续工作的首选，同时也是我向客户推荐使用的色谱柱首选。”

*Jeffery S. Hollis*

所有人/顾问

*AnalySense - Sacramento, CA*

## 参考文献

1. US-EPA Method 8270D Revision 4 (February 2007).
2. Directive 2000/60EC of the European Parliament and of the Council Establishing a Framework for Community Action in the Field of Water Policy (23 October 2000).
3. Priority Substances and Certain Other Pollutants Annex 2 of Directive 2008/105/EC (2008).
4. D. Rood. *The Troubleshooting and Maintenance Guide for Gas Chromatographers*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany (2007).
5. J. Luong, R. Gas, W. Jennings. *J. Sep. Sci.* 30, 2480 (2007).

## 更多信息

此数据仅代表典型结果，有关我们产品和服务的更多信息，请访问 [www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)。

[www.agilent.com/chem/cn](http://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4月16日，中国印刷

5991-0250CHCN



**Agilent Technologies**