



# 使用 Agilent 7696A 样品制备工作台制备符合 EPA 方法 8270 的 AQA 标样

## 应用简报

环境

### 作者

Darren DeBoo  
GEOAnalytical, Inc.  
俄亥俄州特温斯堡  
美国

Peter Mrozinski  
安捷伦科技（中国）有限公司  
特拉华州威明顿市  
美国

### 摘要

使用 Agilent 7696A 样品制备工作台制备的校准标样的相对响应因子的重现性和回收率符合 EPA 方法 8270 实验室制定的分析质量保证标准。

### 前言

分析质量保证 (AQA) 对于任何分析实验室的正确操作至关重要，无论是商业实验室、政府实验室还是科研实验室都如此。数据的可靠性取决于分析过程是否严格遵循各种不同的操作过程，尤其是那些受美国环境保护总署 (EPA) 管控的分析。其中最常见的两个过程是使用校准曲线和测量加标样品的回收率。

通过制备一系列标样来建立校准曲线，标样浓度接近于未知物中待测物的预测浓度。偏离最佳拟合线的单个校准点用于评估校准的精度。该精度直接取决于标样原材料的质量以及制备校准标样的准确性和重现性。测量加标样品中待测物的回收率是评估分析效率和精度的又一方法，该回收率也取决于所使用的校准标样的质量。

校准标样通常是手动制备，包括繁琐而耗时的移液步骤，其精度取决于操作者的技术水平和人为误差出现的几率。此外，操作人员可能会接触有毒化学品。自动剂量分配系统避免了操作过程中的人为误差，确保制备的校准标样的准确性和精度。



**Agilent Technologies**

本应用简报验证了 Agilent 7696A 样品制备工作台具有自动制备校准标样的能力，满足 AQA 对校准曲线精度和回收水平的要求。检测半挥发性有机化合物的 (SVOC) EPA 方法 8270 作为一种示范模型。该方法使用气质联用 (GC/MS) 技术分析 EPA 管控的 90 种 SVOC 固体、液体和气体样品。

按照该自动化方法制备的校准标样满足实验室 AQA 对 13 种校准检验化合物 (CCC) 的校准曲线平均相对响应因子 (RRF) 的相对标准偏差的要求。这 13 种化合物的回收率也在允许的限值内。此外，制备的样品也满足该方法对系统性能化合物 (SPCC) 和非 CCC 化合物的其他所有要求。

## 实验部分

### 标样和试剂

农药级和更高等级的二氯甲烷用于制备校准标样。SVOC 标样购自 Sigma-Aldrich 和 Restek，浓度为 1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。氘化内标和替代标样也购自 Restek。

### 仪器

在 Agilent 7696A 样品制备工作台上采用表 1 设置制备校准标样，然后采用 GC/MS 系统进行分析。

表 1. Agilent 7696A 样品制备工作台设置

前进样针	500 $\mu\text{L}$
后进样针	100 $\mu\text{L}$
加热器设定点	室温
加热器补偿	0 $^{\circ}\text{C}$
泵的数量	2
洗针体积	400 $\mu\text{L}$
抽吸速度	800 ( $\mu\text{L}/\text{min}$ )
分液速度	2500 ( $\mu\text{L}/\text{min}$ )
针取样深度偏移量	0 mm
粘度延迟	4 秒
针溢出	5% 的针容量
气隙	0% 的针容量
样品处理方案	顺序

### 在样品制备工作台上制备校准标样

在工作台上顺序地制备校准标样。首先将不同量的二氯甲烷移取到样品瓶中，然后将不同量的 SVOC 标准工作溶液移取到相同的样品瓶中，使每个样品瓶的总容量为 1 mL，八个校准标样的浓度范围为 0.5 到 80  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。在每次移取步骤前，都要用 400  $\mu\text{L}$  的二氯甲烷清洗进样针。

## 结果

### 校准曲线

图 1 为采用 GC/MS 分析 SVOC 校准标样的总离子流图，通过对每个峰进行积分，可以获得每个峰面积与浓度的关系。校准曲线上每个浓度的响应因子等于峰面积除以校准标样的浓度。RRF 等于校准标样的响应因子除以内标的响应因子。

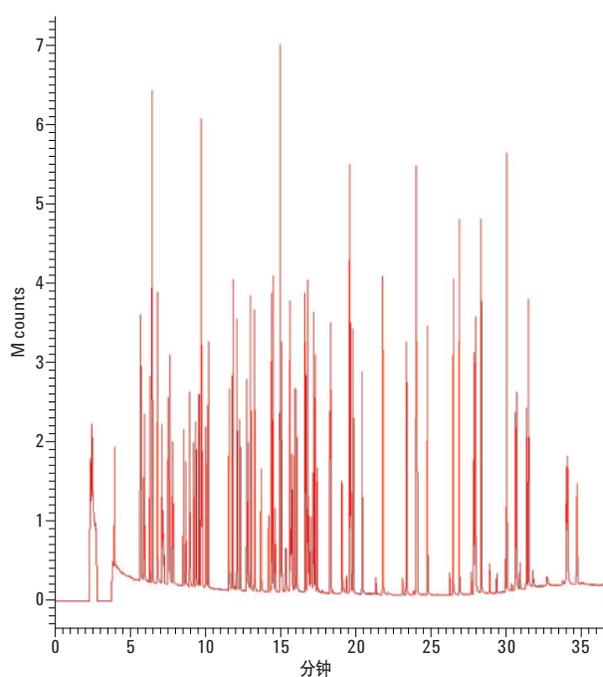


图 1. 遵循 EPA 方法 8270 的 GC/MS 总离子流图 (TIC)，校准混标浓度为 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$

通过计算用于生成校准曲线的所有浓度校准标样的 RFF 得出平均 RFF。通过重复分析获得每个平均 RFF，而相对标准偏差 (RSD) 也通过对每次重复分析计算得出。实验室的 AQA 标准要求计算 13 种 CCC 的 RSD，而且该值必须小于 30%。表 2 说明了使用工作台制备的 CCC 的所有 RFF 满足质量标准的标准。事实上，8/13 种 CCC 的 RSD ≤10%。

## 回收率

使用工作台制备的标样的校准曲线测得加标校准标样的回收率。实验室的 AQA 标准要求所有的回收率在 80% 到 120% 范围内。表 3 显示了所有回收率均满足此标准，7/13 种 CCC 的回收率在 95% 到 100% 的范围内。高回收率证明了使用自动化工作台系统制备的标样的校准曲线获得了高的定量准确性。

表 3. 加标校准标样的回收率

校准检验化合物	% 回收率
苯酚	114.21
1,4-二氯苯	97.28
2-硝基酚	99.69
1,2,4-二氯苯酚	108.1
六氯丁二烯	98.53
4-氯-3-甲基苯酚	96.33
2,4,6-三氯苯酚	95.71
萘烯	92.92
亚硝基二苯胺	97.70
五氯酚	115.06
荧蒽	89.91
邻苯二甲酸二正辛酯	108.55
苯并[a]芘	99.05

表 2. 校准曲线上的相对响应因子 (RRF)、平均 RRF 和 % RSD

校准检验化合物	校准曲线上每个浓度 (µg/mL) 的 RRF								平均 RRF	%RSD
	0.5	1.0	2.0	5.0	10	20	50	80		
苯酚	1.581	1.502	1.597	1.722	1.413	1.342	1.053	1.082	1.412	17.1
1,4-二氯苯	1.600	1.618	1.848	1.725	1.710	2.074	1.722	2.030	1.791	10.0
2-硝基酚	0.119	0.113	0.106	0.114	0.116	0.111	0.126	0.109	0.114	5.3
2,4-二氯酚	0.330	0.306	0.332	0.330	0.338	0.293	0.299	0.280	0.314	6.8
六氯丁二烯	0.227	0.230	0.241	0.265	0.283	0.261	0.283	0.312	0.263	11.2
4-氯-3-甲基苯酚	0.417	0.416	0.420	0.422	0.442	0.379	0.438	0.464	0.425	5.8
2,4,6-三氯苯酚	0.529	0.495	0.476	0.460	0.477	0.451	0.410	0.403	0.463	9.1
萘烯	2.195	2.137	1.960	2.012	2.062	1.914	1.962	2.389	2.079	7.6
亚硝基二苯胺	0.868	0.795	0.721	0.673	0.650	0.646	0.658	0.678	0.711	11.3
五氯酚	0.157	0.140	0.129	0.136	0.128	0.118	0.094	0.088	0.124	18.8
荧蒽	1.006	0.961	0.948	0.920	0.956	0.990	0.972	1.147	0.988	7.1
邻苯二甲酸二正辛酯	2.038	2.557	2.825	3.159	3.281	3.471	4.018	--	3.050	21.2
苯并[a]芘	1.092	1.080	1.069	0.984	0.951	0.914	0.987	1.060	1.017	6.6

## 结论

制备高准确性和精度的校准标样无疑是每个分析实验室所必需的。这特别适用于环境实验室的 EPA 方法。由于方法 8270 需要分析大量化学性质不同的化合物，因此该方法极具挑战性。安捷伦样品制备工作台为分析实验室提供了获得 EPA 方法 8270 报告结果所需的高精度和准确性，避免了繁琐而耗时的手动制备校准标样的过程以及随之产生的人为误差。

[www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)

安捷伦不对本文可能存在的错误或由于提供、展示或使用本文所造成的间接损失承担任何责任。

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 8 月 17 日，中国印刷  
5991-0973CHCN