用 6890N/5975 inert GC/MSD 进行 USEPA 8270 半挥发物的快速分析

应用

环境

作者

Mike Szelewski
安捷伦科技公司
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808

摘要

用 EPA 方法 8270 分析半挥发物存在着一定困难，因为要在较宽的浓度范围内同时测定酸、碱和中性化合物。基于高效的需要，实验室需要在保证活性最高化合物线性和灵敏度的前提下，使分析速度更快。6890N/5975 inert GC/MSD 系统正是为满足快速分析，同时最大限度地降低活性并保持线性的标准而设计的。

前言

半挥发物分析的 USEPA 方法 8270 用于同时测定酸、碱和中性混合物。大多数实验室在 25–40 分钟的一次色谱分析时间里要分析 70–100 个化合物。实验室都希望缩短这一过程的分析时间，从而提高效率。分析所需要的校正范围取决于特定实验室的工作状况。过去，曾用过 20–160 ppm（百万分之几）的范围。随着更新型 GC/MS 系统灵敏度的提高，实验室的最低检测限 (MDL) 更低，校正范围也相应地降低到 1 ppm。

6890N/5975 inert GC/MSD（气相色谱/质量选择检测器）系统就是为满足更快速分析和更低 MDL 的要求而设计的。现在可以使扫描速度更快，而不丢失信号。我们可以使用内径更小的色谱柱，如 0.18 mm，将分析时间缩短，同时使较窄的色谱峰获得足够的数据点。

惰性离子源在保持质谱性能的同时，允许更小的进样量。因此可以与 0.18-mm 色谱柱相匹配。有关使用惰性离子源后性能的比较，已经有了详尽的报导 [1，2，3]。

本篇应用报告是关于用 6890N/5975 inert 执行 USEPA 方法 8270。使用内径更小的色谱柱，扫描速度更快，在满足 8270 方法标准的同时，分析时间缩短到了 15 分钟。

仪器工作参数

推荐采用的仪器工作参数列于表 1。这些都是初始条件，还可以再优化。

使用脉冲不分流进样，以最大限度地减少分析物在衬管中的残留时间，从而减少活性化合物的损失。如果不使用脉冲进样，靠载气吹扫 900-μL 的衬管中的样品将要花费很长时间。

惰性衬管（安捷伦部件号 G1544-80700）对低浓度活性化合物具有最好的性能。它没有造成活性化合物降解的玻璃毛。也可以使用其它衬管，有关这方面的深入探讨请参见参考文献 1。

以 25 °C/min 速率升温至最终温度 320 °C/min 需使用 6890N 240 V 柱温箱。120 V 柱温箱也可以在这样的较高温度下以 20 °C/min 升温，但分析时间要稍长一些。

DB-5.625 最近推出了各种尺寸。这种色谱柱适合 0.5-μL 的进样体积。这种柱子允许的初始温度要比普通柱子高（55 °C，普通为 40 °C)。较高的温度使冷却时间缩短了 5 分钟以上，从而提高了实验室效率。在 80-ppm 甚至更低校正水平的苯并 [b] 荧蒽和苯并 [k] 荧蒽都能符合 EPA 方法 8270 对分辨率的要求，操作参数见表 1。

该系统使用 8.700 分钟出峰的菲-d10 作为保留锁定的化合物。有关 GC/MSD 系统的保留时间锁定 (RTL) 原理见参考文献 4。环境实验室采用 RTL 的主要优点是，色谱柱截取或更换后仍能保持保留时间。定量数据库和积分事件表都不用改变。这就使进行 SIM 实验时，组切换时间不用改。有关 RTL 更详尽的优点还可以从其它应用报告通过网上下载获得 www.agilent.com/chem/cn。

已有的工作 [1] 表明，用 6-mm 抽出式透镜代替标准的 3-mm 透镜，可以改善宽校正范围的线性。虽然这里没有显示相应的结果，但是这种情况在 5975 系统上仍能有效重现。用户可以通过订购安捷伦工具包（部件号 G2860A）更换 6-mm 透镜。

5975 inert 用 DFTPP 目标调谐物进行自动调谐。以前的文献 [3] 报导了做该调谐时改动相应采样速率的具体步骤。在 5975inert 系统中不需要再进行这些步骤。它将会根据不同的采样速率储存相应的调谐参数。当一个方法被调用时，这些参数将会根据具体的方法采集速率自动调出。

前面的工作表明，用 25 微安发射电流代替 35 微安默认值，可在宽校正范围内改善线性。发射电流是由用户在 Tune Wizard 中设定。在 Tune Wizard 还要设定质量 50 目标 = 0.7%。

将采集速率从默认值 2 改为 1，以保证足够的灵敏度。得到的 5.92 扫描次数/s，一般能从一个色谱峰上得到 10 个数据点。

表 1.　气相色谱和质谱条件

GC	安捷伦科技公司 6890N		
进样口	EPC 分流／不分流		
模式	脉冲不分流，进样 0.5-µL		
进样口温度	250 °C		
压力	21.29 psi		
脉冲压力	40.0 psi		
脉冲时间	0.20 min		
吹扫流速	30.0 mL/min		
吹扫时间	0.75 min		
总流量	34.0 mL/min		
气体节省	关		
气体种类	氦气		
进样口衬管	安捷伦直接连接，双锥形，4-mm 内径，部件号 G1544-80700		
柱温箱	240 V		
程序升温	°C/min	下一个 °C	持续时间 min
初始		55	1.00
升温阶次 1	25	320	3.80
总分析时间	15.4 min		
平衡时间	0.5 min		
最高炉温	325 °C		
色谱柱	安捷伦科技公司 DB-5.625，部件号 121-5622		
柱长	20.0 m		
直径	0.18 mm		
膜厚	0.36 µm		
模式	恒流 = 1.0 mL/min		
进口	前		
出口	MSD		
出口压力	真空		
RTL	系统保留时间锁定在 8.700 min 菲-d10		
MSD	安捷伦科技公司 5975 inert		
抽出式透镜	6-mm 大孔抽出式透镜部件号 G2589-20045		
溶剂延迟	1.90 min		
EM 电压	DFTPP 调谐电压 - 153 V 下运行 = 1282 V		
最低质量数	35 amu		
最高质量数	500 amu		
阈值	0		
采样	1		
扫描次数/s	5.92		
四极杆温度	180 °C		
离子源温度	230 °C		
传输管线温度	280 °C		
发射电流	DFTPP 调谐 @ 25 µamp		
校正标准	Accustandard 标准样，New Haven, CT. 部件号 M-8270-IS-WL 0.25X 到 10X，77 个化合物，10 个浓度水平，6 个 40 ppm 的内标		

结果

在 50 ppm 和 5 ppm，5975 inert 采用 DFTPP 调谐均通过了 EPA 方法 8270 标准

系统在以下 10 个水平上进行了校正：1，2，5，10，20，50，80，120，160 和 200 ppm。10-ppm 的 TIC（总离子色谱图）见图 1。每个校正浓度都包含 77 个化合物和六个 40 ppm 的 ISTD（内标）。

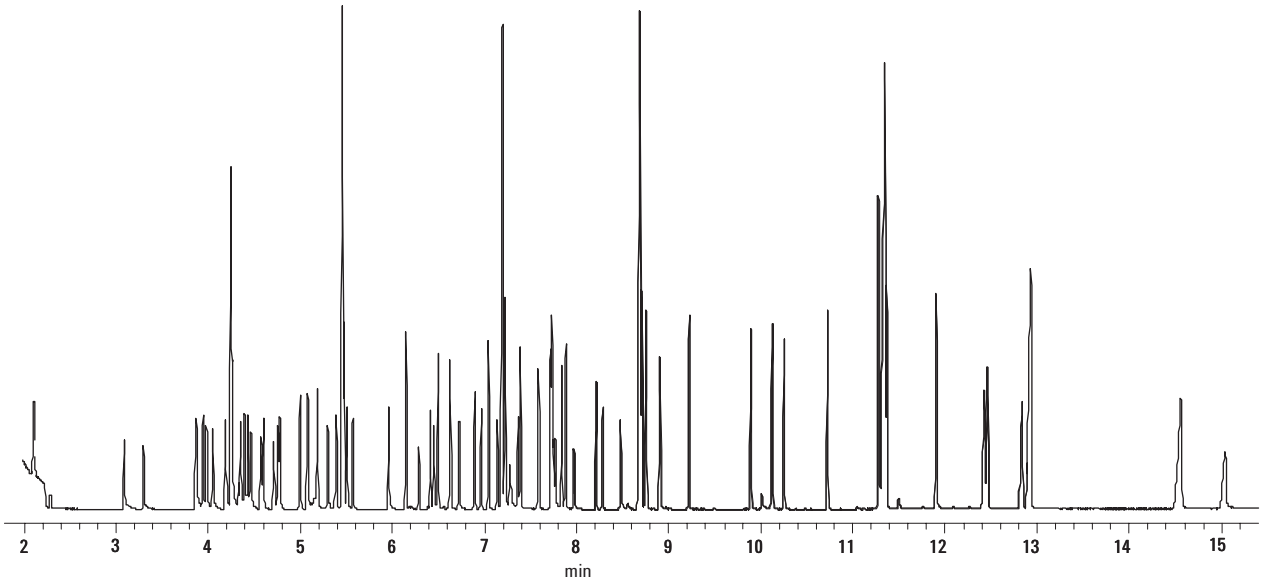


图 1.　　10 ppm 浓度的 8270 半挥发物 TIC。

GC/MSD 化学工作站软件对每个化合物的 RRF（相对响应因子）进行了自动计算。计算每个化合物校正范围 RRF 的 %RSD（百分相对标准偏差），测定线性。也可以结合 Excel 软件单独进行计算。

USEPA 方法 8270D 指定了相应的 RRF 和 %RSD 标准。最低系统性能用四种活性化合物，SPCC（系统性能测试化合物）的平均 RRF 测定。

表 2 列出了方法 8270D 的 SPCC 标准和 5975 inert 性能。5975 inert 的数据大大超过了 8270D 标准，在校正范围的低端也非常好。2,4-二硝基酚的平均 RRF 为 0.156，其它系统很难达到这一数值。这一性能优越性使系统在进行必要的维护之前可以分析更多的样品。

表 2. SPCCs，平均 RRF 的比较

	8270 D 标准	1-200 ppm 5975 inert
N-亚硝基-二-丙胺	0.050	1.270
六氯环戊二烯	0.050	0.243
2,4-二硝基苯酚	0.050	0.156
4-硝基苯酚	0.050	0.172

线性结果见表 3。方法 8270D 规定，这组校正测试化合物 (CCC) 应符合 30% RSD 的标准。测定每个校正浓度的 RRF，在此基础上计算出 %RSD。用 1–200 ppm 全校正范围，所有 CCC 都符合标准。其中五氯苯酚是很难通过标准的化合物。所有 77 种化合物的 %RSDs 平均值为 7%，明显优于方法规定的 15%。

表 3. 1–200 ppm CCC RRF 的 %RSD

	%RSD
苯酚	6
1,4-二氯苯	3
2-硝基苯酚	5
2,4-二氯苯酚	8
六氯丁二烯	3
4-氯-3-甲基苯酚	9
2,4,6-三氯苯酚	16
二氢苊	6
二苯胺	5
五氯苯酚	25
荧蒽	5
苯并 [a] 芘	3

这里显示的良好系统线性归功于以下许多因素：调谐、大孔抽出式透镜和新的电子系统。新的电子系统可以使用 2^1 的扫描速率，最大限度地提高了灵敏度。不仅通过一个峰上更多的数据点提高了信噪比，还使峰的积分更容易、更重复。

结论

6890N/5975 inert 符合 USEPA 方法 8270D 标准。扫描速率更快，因而能够使用 0.18-mm 内径色谱柱，使分析更快速，冷却时间更短。77 种分析物和 6 种 ISTD 的分析可以在 15 分钟内完成。能够满足 USEPA 方法 8270D 调谐标准。在比以往所用的更宽的校正范围内，SPCC 性能和 CCC 线性均能符合要求。通过更快速的分析、更快速的冷却、更容易的积分，以及宽校正范围的使用，使实验室的效率得到了提高。

参考文献

1. M. Szelewski, B. Wilson, and P. Perkins, "Improvements in the Agilent 6890/5973 GC/MSD System for Use with USEPA Method 8270", Agilent Technologies, publication 5988-3072EN, www.agilent.com/chem/cn.
2. M. Szelewski, "Fast Semivolatiles Analysis using the Agilent Technologies 6890/5973 inert GC/MSD", Agilent Tecnologies, publication 5989-0207EN, www.agilent.com/chem/cn.
3. M. Szelewski, "Fast USEPA 8270 Semivolatiles Analysis using the 6890/5973 inert GC/MSD with Performance Electronics ", Agilent Technologies, publication 5989-1510EN, www.agilent.com/chem/cn.
4. K. Weiner, N. Mata and P. Wylie, "Retention Time Locking with the G1701BA MSD Productivity ChemStation" Agilent Technologies, publication 5968-3433E, www.agilent.com/chem/cn.

更多信息

要了解有关我们产品和服务的更多信息，请访问我们的网站 www.agilent.com/chem/cn。

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本资料中出现的错误，以及由于提供或使用本资料所造成的有关损失不承担责任。

本资料中所涉及的信息、说明，如有更改，恕不另行通告。

© 安捷伦科技公司，2005 年 6 月

中国印刷

5989-2981CHCN

Agilent Technologies