

采用 Agilent 5975T LTM GC/MSD 快速测定水中硝基苯

应用说明

环境

作者

李晓华
安捷伦科技（上海）有限公司
英伦路 12
外高桥保税区
上海 200131
中国

摘要

最近，由石油化工厂爆炸引起的紧急水污染案件有所增加。因此，对移动式应急监测仪的需求不断增长。此应用文章使用车载式安捷伦 5975T LTM GC / MSD 建立了一个简单快速的监测水中硝基苯的方法。使用这种方法，在不到 5 分钟的时间范围内可以完成水中 ppb (ng / mL) 浓度的硝基苯的检测。对硝基苯标准溶液，计算所得的 MDL (方法检测限) 为 0.017 μ g/mL。使用有机溶剂萃取水中的硝基苯，样品制备很容易在移动实验室里进行。



Agilent Technologies

简介

硝基苯是一种广泛用于工业生产的重要原料，它还是一种对人体健康有害的剧毒化合物。在工业生产过程中它经常被排入水中，造成地表水和地下水的污染。随着工业的发展和工业废水排放量的增加，硝基苯的测定已成为世界主要河流最重要的监测指标之一。硝基苯也是 EPA 方法 625 中的一个目标化合物。

经过一个简单的样品萃取过程，开发了一种快速测定水中硝基苯的方法。该方法是在 Agilent 5975T LTM GC / MSD 平台上开发的，这个平台是一种集成的车载式仪器，由于使用了低热质量 (LTM) 技术具有快速分离的性能。实验证明，该方法准确、快速、对水

中低于 ppm 级的硝基苯具有足够的检测灵敏度，可以用于紧急情况中的监测。

实验

这种方法使用细口径 (0.18 mm 内径) 色谱柱，LTM 色谱柱技术提供快速加热和冷却功能，运行时间减少到了 4 分钟。此方法中，冷却时间 (从 250 °C 至 60 °C) 不超过 1 分钟，循环时间短 (约 5 分钟)，在有紧急监测任务时可为分析人员迅速提供定量分析报告。在这一解决方案中采用了一个简单而快速的样品制备方法。仪器参数列于表 1。

表 1. GC / MS 仪器条件

GC		MS	
进样口温度	200 °C	数据采集模式	Scan and SIM
进样体积	1 µL	扫描质量范围	50–300 amu
载气流量	1 mL/min (He)	扫描速度	快速
柱温	250 °C	SIM 离子	123,77,93
分流比	30:1	传输线温度	250 °C
LTM 程序	60 °C (0.25 min) >150 °C (0 min) at 50 °C/min >250 °C (1.8 min) at 100 °C/min	离子源	230 °C
LTM 色谱柱	HP-5ms 8.5 m × 0.18 mm, 0.18 µm	四级杆温度	150 °C
		溶剂延迟	1 min

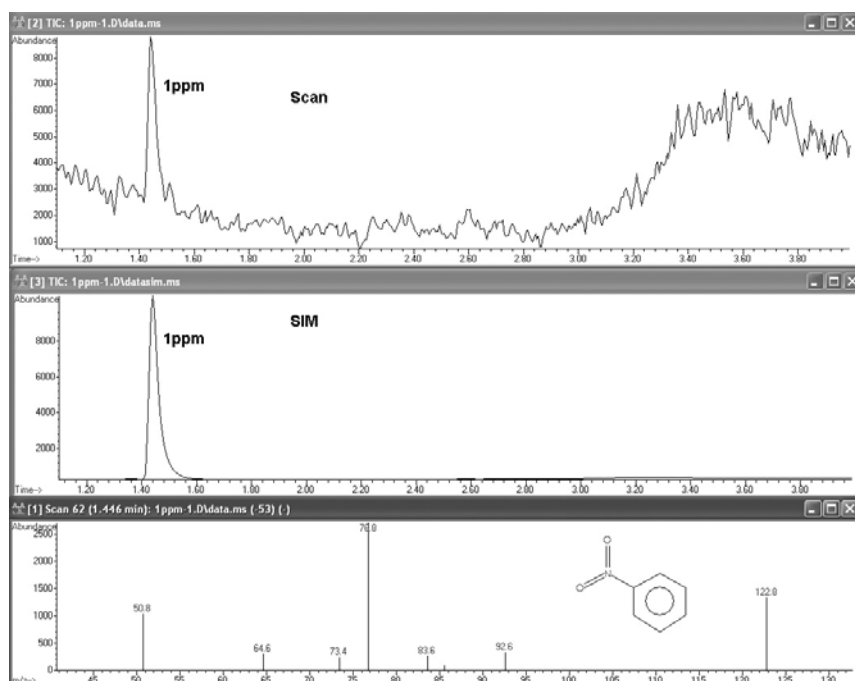


图 1. 硝基苯标准溶液色谱图 (1ppm)

方法性能

校正

校正曲线的浓度测量范围为 0.1~10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。五种不同浓度的标准溶液 (0.1, 0.5, 1, 5 和 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 通过用二氯甲烷稀释液体标样的方法得到。在图 2 中的硝基苯校正曲线显示了较宽的线性范围。

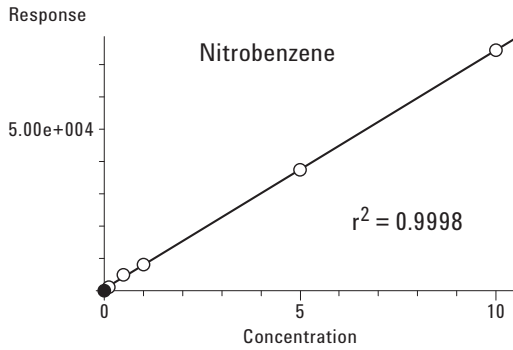


图 2. 硝基苯的校正曲线

方法的检测限

方法的检测限 (MDL) 是指一种物质能够被检测到的最低浓度, 该浓度值可采用大于 0 的浓度样品检测, 并根据 99%置信度系数

计算获得 (EPA625)。确立 MDL 时, 在预期的检测限浓度附近重复 7 次检测目标化合物, 计算七个浓度的标准偏差, 该值再乘以置信系数 3.14。使用这种方法计算得到硝基苯的方法检出限为 0.017 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。对给定的分析品, 实际达到的 MDL 将视仪器的灵敏度和基质效应而定。

重复性

通过测定两个不同浓度的硝基苯标准溶液, 每个样品运行十次, 试验了方法的重复性。表 2 中列出的是计算得到的 MSD 响应的相对标准偏差 (RSD)。

表 2. MSD 响应的相对标准偏差

ppm	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	% RSD
0.1	1218	1203	1226	1228	1156	1208	1205	1211	1206	1169	1.93
0.5	5259	5118	5313	5315	5175	5328	5298	5344	5100	5077	1.99

样品制备和回收率

50 mL 自来水样置于分液漏斗中, 然后加入 2mL 二氯甲烷。用手摇晃分液漏斗 1 分钟, 将硝基苯萃入二氯甲烷层, 分液收集二氯甲烷。抽取收集到的样品溶液 1 μL 注入 Agilent 5975T LTM GC/MSD。其色谱图见图 3。移取 2mL 2.5- $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液注入 50 mL 水中测试回收率。计算得到的回收率为 108%。

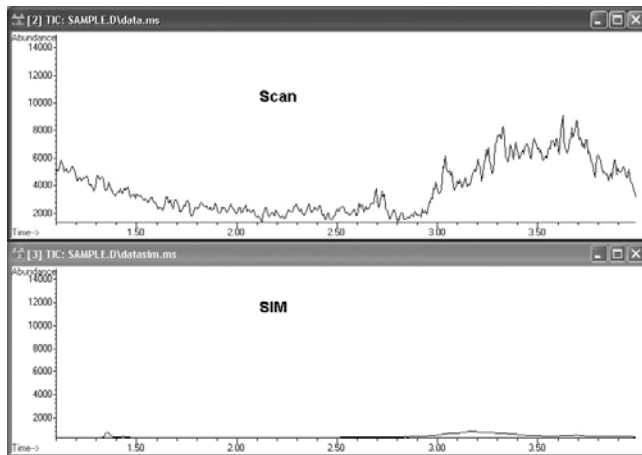


图 3. 自来水样品的色谱图 (计算浓度: 未检出)

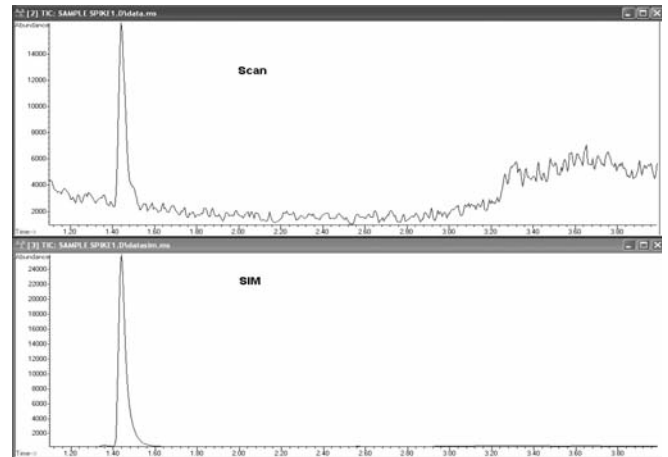


图 4. 加标样品的色谱图 (2.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

利用下列公式计算回收率：

$$\text{回收率 (\%)} = \frac{(\text{加标样品浓度} - \text{未加标样品浓度})}{\text{加入浓度 (2.5 } \mu\text{g/mL)}} \times 100$$

水中的硝基苯浓度计算公式如下：

$$\text{水中硝基苯浓度 (}\mu\text{g/mL)} = \frac{\text{校正曲线计算浓度 } \mu\text{g/mL}}{\text{样品体积 (50 mL)}} \times \text{溶剂体积 (2mL)}$$

结论

描述了一种使用细口径 LTM 色谱柱和易操作样品制备法在 Agilent 5975T LTM GC/MSD 上简单、快速测定在水中硝基苯的方法。这个解决方案是为野外突发事件开发的，进样周期仅为 5min。需要强调的是，该方法的灵敏度和准确性与实验室固定仪器上获得的数据相当。而过去，分析性能对于野外使用的移动 GC/MSD 一直是最大的挑战。

参考文献

美国 EPA 方法 625。

更多信息

如需了解我们有关产品和服务的更多信息，请访问我们的网站 www.agilent.com/chem。

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦公司对本材料中可能出现的错误或有关装备、性能或使用这一材料而带来的意外损害和问题不负任何责任。

本材料中的信息、说明和指标，如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技有限公司，2010

美国印刷

2010 年 8 月 20 日

5990-6322CHCN



Agilent Technologies