

采用 Agilent 5977A 系列 GC/MSD 对多环芳烃 (PAH) 进行高灵敏度、高重现性分析

应用简报

环境

作者:

Shuang Feng
安捷伦科技 (中国) 有限公司
中国
广州 510613

Brian J. Hom
安捷伦科技公司
美国
加利福尼亚州圣克拉拉市 95051

摘要

通过 Agilent 5977A 系列 GC/MSD 开发了一种用于检测 16 种 PAH 的方法，方法检测限低至 5 ppb，并且具有优异的线性 ($R^2 > 0.995$) 和重现性 ($RSD \leq 2\%$)。

前言

多环芳烃 (PAH) 包括一大类化合物，存在于石油、煤炭、焦油渣中，会造成空气、水体及土壤污染。它们会通过环境吸收或因食品加工而存在于食物中。在众多的致癌物、诱变剂和致畸剂中，PAH 是已知毒性最大的化合物中的一类。不同国家/地区优先控制的 PAH 列表不尽相同，美国国家环境保护署 (USEPA) 和欧盟 (EU) 已经确认了需要优先监测的 16 种 PAH。

本应用简报将展示 5977A 系列 GC/MSD 能够在 15 分钟内对 PAH 进行高灵敏度、高重现性检测。其中，所有 16 种被监测的 PAH 在浓度为 5 ppb 时的相对标准偏差 (RSD) 均小于或等于 2%。



Agilent Technologies

实验部分

标准品和试剂

含 16 种被监测化合物的 PAH 标准品以及两种内标均通过商业购买获得。工作校准标准品则通过 Agilent 7696 样品前处理工作台在己烷中配制而成。

仪器

本研究通过配有分流/不分流进样口的 Agilent 7890B 系列气相色谱仪与 5977A 系列 GC/MSD 联用后进行，其中采集模式为选择离子监测 (SIM) 和电子电离 (EI)。离子源配有可选的 6 mm Extractor 透镜 (部件号 G3870-20448)。表 1 列出了仪器条件。

表 1. Agilent 7890/5977 气相色谱仪和质谱仪条件

GC 运行条件	
分析型色谱柱	Agilent HP-5 ms 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm (部件号 19191S-433UI)
进样量	1 μL
进样模式	脉冲不分流
进样口温度	290 °C
衬管	双锥形, 4 mm 内径衬管, 无玻璃棉 (部件号 5181-3315)
载气	氦气, 恒流, 1.5 mL/min
柱箱程序	在 55 °C 下保持 1 min 再以 25 °C/min 的速率升至 320 °C, 保持 3 min
传输线温度	290 °C
质谱条件	
溶剂延迟	4 min
采集模式	EI, SIM
调谐	Etune.u
增益因子	1
离子源温度	350 °C
四极杆温度	150 °C

采集参数

表 2 显示了用于采集的 SIM 离子。

表 2. 采集参数

内标	保留时间	定量离子	定性离子
氘代菲	8.375	188	
氘代蒽	10.921	240	236,120
目标化合物			
萘	5.208	128	127,129
蒎烯	6.75	152	153,151
二氢蒎	6.93	153	154,152
芴	7.419	166	165,167
菲	8.349	178	176,179
蒽	8.393	178	176,179
荧蒽	9.518	202	200,101
芘	9.736	202	200,101
苯并[a]蒽	10.902	228	226,229
蒹	10.943	228	226,229
苯并[b]荧蒽	12.222	252	263,126
苯并[k]荧蒽	11.933	252	263,126
苯并[a]芘	12.222	252	263,126
茚并[1,2,3-cd]芘	13.481	276	138,277
二苯并[a,h]蒽	13.494	278	139,279
苯并[g,h,i]花	13.813	276	138,277

结果与讨论

线性

采用两种内标，建立了浓度范围从 5 至 200 ppb 的校准曲线。图 1 显示了从 5 至 200 ppb 所有 8 个校准浓度下 PAH 标准混合物分离的总离子流 (TIC) 叠加色谱图，证明了优异的重现性。在增益因子为 1、离子源温度为 350 °C 的条件下，得到了 R^2 值非常高的校准曲线 (表 3)。

重现性

图 2 展示了即使在低浓度下通过 5977A 系列 GC/MSD 也能获得优异的重现性。在离子源温度为 350 °C、采用 Etune 模式以及增益因子为 1 的条件下，所有 16 种 PAH 化合物均得到了最低的相对标准偏差，10 次进样下的所有值均小于或等于 2% (表 4)。

表 3. 采用 Etune 模式、增益因子为 1、离子源温度为 350 °C 时的校准系数 (R^2)

化合物名称	R^2
萘	0.9999
蒽	0.9997
二氢蒽	0.9999
芴	0.9999
菲	0.9998
蒾	0.9999
荧蒾	0.9999
苊	0.9999
苯并[a]蒾	0.9998
蒽	0.9999
苯并[b]荧蒾	0.9957
苯并[k]荧蒾	0.9961
苯并[a]苊	0.9994
茚并[1,2,3-cd]苊	0.9985
二苯并[a,h]蒾	0.9986
苯并[g,h,i]苊	0.9983

8 个校准浓度：5、10、20、40、40、120、160、200 ppb 内标浓度 50 ppb

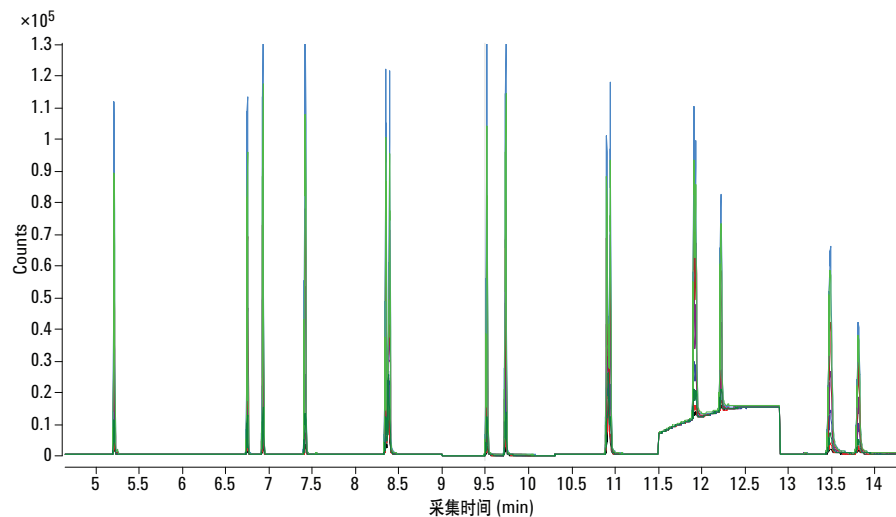


图 1. 5 至 200 ppb 的所有 8 个校准浓度下 PAH 标准混合物分离的叠加 TIC 图

结论

Agilent 5977A GC/MSD 为高灵敏度、高准确性、高重现性地分析浓度低至 5 ppb 的 PAH 提供了一款稳定的平台。采用新型 Extractor 离子源和 350 °C 的离子源温度可获得最低的相对标准偏差 (RSD)；采用如 7696A 样品前处理工作台的自动化设备制备标准品能获得高重现的校准系数 (R^2) 值。

更多信息

这些数据代表典型结果。有关我们的产品和服务的详细信息，请访问我们的网站：www.agilent.com/chem/cn。

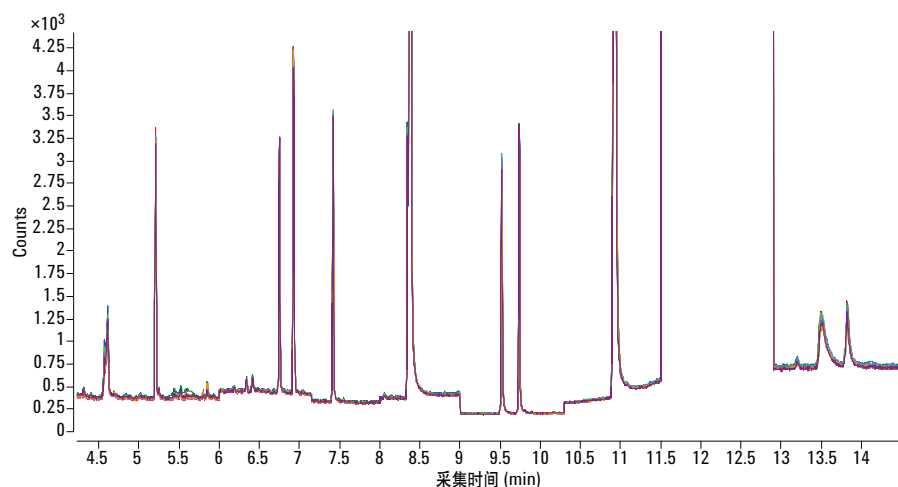


图 2. 浓度为 5 ppb 的 PAH 标准混合物 10 次连续分离的叠加 TIC 图，采用 Etune 模式和 350 °C 的离子源温度

表 4. 采用 Etune 模式、增益因子为 1、离子源温度为 350 °C 时的相对标准偏差 (RSD) 值

	RSD
萘	1.9%
苊烯	0.7
二氢苊	0.9
芴	0.7
菲	0.9
蒽	1.7
荧蒽	1.3
比	0.9
苯并[a]蒽	1.1
蒽	1.8
苯并[b]荧蒽	1.2
苯并[k]荧蒽	1.1
苯并[a]比	2.0
茚并[1,2,3-cd]比	1.9
二苯并[a,h]蒽	1.6
苯并[g,h,i]比	1.9

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。

© 安捷伦科技公司，2013

中国印制

2013 年 1 月 21 日

5991-1811CHCN



Agilent Technologies