

与中国城市规划设计研究院合作，采用 Agilent 5975T LTM GC/MSD 系统对饮用水源中的挥发性有机化合物 (VOC) 进行现场检测

应用简报

环境

作者

Suli Zhao
安捷伦科技（上海）有限公司

摘要

本研究描述了在中国雅安地震后，使用紧凑型 Agilent 5975T 低热容气质联用系统对饮用水质量进行了分析。结果表明 5975T 凭借其优良车载性、分析周期短和精准检测，成为应急反应分析的最佳选择。

前言

在中国雅安大地震后，安捷伦的 5975T 车载气质联用仪被用于进行现场水质监测。在现场提供快速、可靠和实验室级分析结果非常必要，能够帮助工作人员作出决策，避免因可能污染的饮用水而导致对灾民健康的损害。

Agilent 5975T 低热容 (LTM) 气质联用系统配备吹扫捕集样品浓缩仪，是一款移动式气相色谱/质量选择检测器 (GC/MSD) 仪器组合，其车载性完全可用于现场检测，而且准确性与灵敏度足够提供可重现的实验室级分析结果。这些功能是遵从饮用水安全法规标准所必需的。

在 Agilent 5975T LTM GC/MSD 系统上开发了一种分析方法，可用于快速分析饮用水中潜在污染物。使用北京和天津饮用水源样品，在实验室外对该方法进行了检验。通过将分析结果与淮河环境监测站和北京水文环境监测站的结果（均使用 Agilent 5975T LTM GC/MSD 用于饮用水分析）相比较，验证了该方法的可靠性。



Agilent Technologies

实验部分

目标化合物

本应用分析了 22 种目标化合物。这些目标化合物均为中国相应区域中饮用水监管的典型化合物。以下 22 种化合物为本研究的目标化合物：

1. 1,1-二氯乙烷
2. 反式-1,2-二氯乙烷
3. 顺式-1,2-二氯乙烯
4. 氯乙烯
5. 二氯甲烷
6. 氯仿
7. 1,1,1-三氯乙烷
8. 四氯化碳
9. 1,2-二氯乙烷
10. 三氯乙烯
11. 溴二氯甲烷
12. 1,1,2-三氯乙烷
13. 二溴氯甲烷
14. 四氯乙烯
15. 氯苯
16. 溴仿
17. 1,4-二氯苯
18. 1,2-二氯苯
19. 1,2,4-三氯苯
20. 1,3,5-三氯苯
21. 六氯丁二烯
22. 1,2,3-三氯苯

仪器

通过 Agilent 5975T LTM GC/MSD 系统，采用低热容快速分析方法现场分析了饮用水污染物。仪器条件参见表 1。

试剂与化学品

- 校准标准品：22 种 VOC，1000 mg/L（采购自 J&K）
- 甲醇，HPLC 级
- 纯水

表 1. 仪器条件

吹扫捕集系统	Tekmar Stratum
吹扫温度	室温
质谱仪	车载式 5975T LTM GC/MSD
气相色谱柱	DB-624 LTM, 20 m × 0.18 mm, 1 μm
柱箱温度	45 °C (1.0 min), 50 °C/min, 150 °C, 100 °C/min, 220 °C (2.2 min)
恒定流速	1.4 mL/min
进样	220 °C, 20:1
质量数范围	<i>m/z</i> 45~300
EI	230 °C
离子源	150 °C
校准浓度	0.5、1、10、25、40 μg/L 水溶液
六通阀温度	140 °C
传输线温度	140 °C
样品塔温度	90 °C
吹扫就绪温度	35 °C
待机流速	10 mL/min
预吹扫时间	0.5 min
预吹扫流速	40 mL/min
吹扫时间	5 min
吹扫流速	40 mL/min
浓缩就绪温度	40 °C
浓缩吹扫温度	20 °C
干吹时间	0.5 min
干吹温度	20 °C
干吹流速	100 mL/min
气相色谱启动	脱附时
脱附预热温度	245 °C
脱附时间	2 min
脱附温度	250 °C
脱附流速	300 mL/min
烘烤时间	5.00 min
烘烤温度	280 °C
烘烤流速	400 mL/min
浓缩仪烘烤温度	200 °C

样品制备

校准浓度

1. 将 10 μL 1000 mg/L VOC 标样加至 1 mL 甲醇中，制备 10 mg/L 溶液
2. 稀释 100 μL 10 mg/L 溶液至 1 mL 1 mg/L 溶液
3. 用纯水将 1.0 mg/L 的溶液稀释至 0.5 和 1.0 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液
4. 用水稀释 10 mg/L 溶液至如下浓度：4、10、25 和 40 $\mu\text{g/L}$ ，以制备如下校准溶液：0.5、1.0、4.0、10、25 和 40 $\mu\text{g/L}$
5. 采用 5 mL 吹扫-捕集进样针进样标准溶液

结果与讨论

在位于水源附近的移动实验室对饮用水样品中 22 种浓度为 25 $\mu\text{g/L}$ 的目标化合物进行了分析。色谱图如图 1 所示。从图中可以看出，所有化合物都得到了很好的分离，且峰形良好。此次分析所有的检测平均运行时间不到 5 分钟。

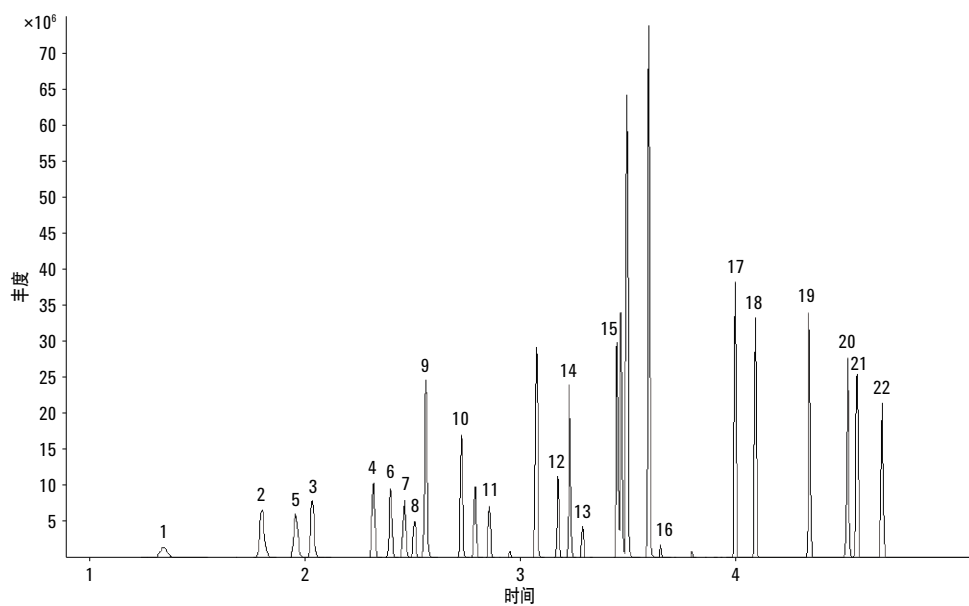


图 1. 水样中浓度为 25 $\mu\text{g/L}$ 的 22 种 VOC 的总离子色谱图

表 2 显示了与图 1 分析中相关的目标化合物的保留时间和相关系数 (R^2)。如数据所示, 所有保留时间均在 5 分钟内, 从而证明 5975T LTM GC/MSD 的分析周期为 5 分钟。所有 R^2 值均大于等于 0.9993, 表明在饮用水的检验中该仪器具有令人满意的准确性和数据重现性。

在对所有目标 VOC 的研究过程中绘制了校准曲线。图 2-5 显示了四种 VOC 的校准曲线示例: 1,1-二氯乙烷、反式-1,2-二氯乙烷、氯乙烯和氯仿。如图所示, 所有校准曲线都呈线性, 表明 5975T LTM GC/MSD 具有优良的仪器响应。

表 2. 废水中 22 种目标 VOC 的保留时间和校准系数

编号	峰名称	保留时间 (min)	R^2	编号	峰名称	保留时间 (min)	R^2
1.	1,1-二氯乙烷	1.81	0.9997	12.	1,1,2-三氯乙烷	3.18	0.9998
2.	反式-1,2-二氯乙烷	2.04	0.9999	13.	二溴氯甲烷	3.292	0.9996
3.	顺式-1,2-二氯乙烯	2.322	0.9999	14.	四氯乙烯	3.233	0.9999
4.	氯乙烯	1.359	0.9999	15.	氯苯	3.454	0.9999
5.	二氯甲烷	1.965	0.9996	16.	溴仿	3.653	0.9998
6.	氯仿	2.403	0.9997	17.	1,4-二氯苯	4.001	0.9999
7.	1,1,1-三氯乙烷	2.469	0.9988	18.	1,2-二氯苯	4.094	0.9999
8.	四氯化碳	2.515	0.9996	19.	1,2,4-三氯苯	4.343	0.9998
9.	1,2-二氯乙烷	2.565	0.9999	20.	1,3,5-三氯苯	4.523	0.9993
10.	三氯乙烯	2.733	0.9999	21.	六氯丁二烯	4.564	1.0000
11.	溴二氯甲烷	2.86	0.9994	22.	1,2,3-三氯苯	4.682	0.9998

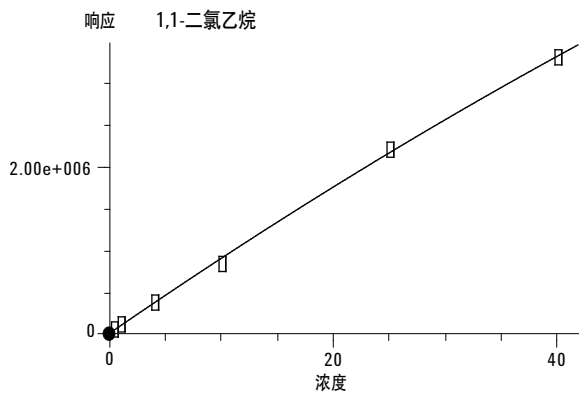


图 2. 1,1-二氯乙烷的校准曲线

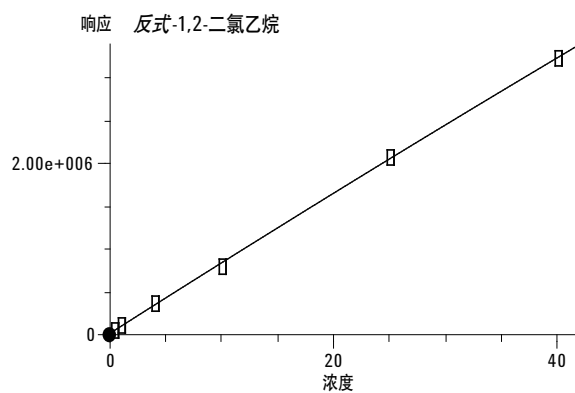


图 3. 反式-1,2-二氯乙烷的校准曲线

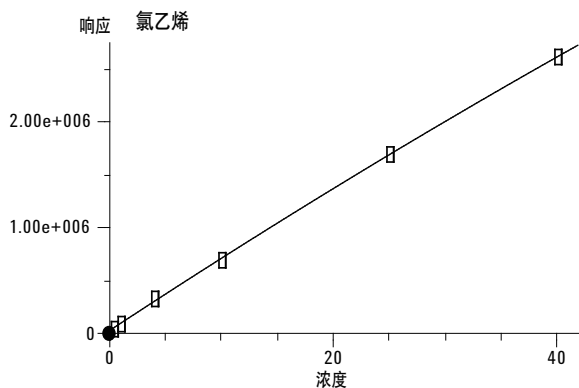


图 4. 氯乙烯的校准曲线

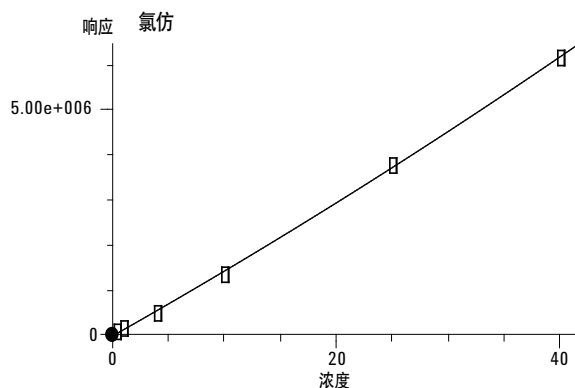


图 5. 氯仿的校准曲线

22 种目标 VOC 的平均检出浓度水平列于表 3。所有化合物的检出浓度水平在 0.06–0.18 $\mu\text{g/L}$ 之间，这些值低于饮用水中化合物的安全检出限浓度水平。这些数据表明，5975T LTM GC/MSD 能够在低检出浓度水平准确分析这些目标化合物。

结论

在中国雅安抗震救灾工作中，Agilent 5975T LTM GC/MSD 被一个国家级移动监测实验室选为主要仪器，用于监测饮用水的质量与安全。这是因为 5975T 是业内首款商用远程一体化气质联用系统，可提供与固定实验室相似质量的分析结果。本研究的结果验证了这一点。5975T GC/MSD 采用的低热容快速分析方法缩短了常规分析的运行周期，从原来的 30 多分钟缩短到 5-10 分钟，提供了高准确度、高灵敏度和高重现的结果。此外，5975T GC/MSD 的小体积和低能源消耗能为偏远的灾区提供多样化的分析。

更多信息

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

表 3. Agilent 5975T LTM GC/MSD 分析饮用水中 22 种 VOC 的检出浓度水平

编号	峰名称	方法检测限 ($\mu\text{g/L}$)
1.	1,1-二氯乙烷	0.13
2.	反式-1,2-二氯乙烷	0.09
3.	顺式-1,2-二氯乙烯	0.09
4.	氯乙烯	0.12
5.	二氯甲烷	0.10
6.	氯仿	0.10
7.	1,1,1-三氯乙烷	0.11
8.	四氯化碳	0.07
9.	1,2-二氯乙烷	0.10
10.	三氯乙烯	0.06
11.	溴二氯甲烷	0.18
12.	1,1,2-三氯乙烷	0.06
13.	二溴氯甲烷	0.14
14.	四氯乙烯	0.13
15.	氯苯	0.13
16.	溴仿	0.10
17.	1,4-二氯苯	0.09
18.	1,2-二氯苯	0.14
19.	1,2,4-三氯苯	0.11
20.	1,3,5-三氯苯	0.13
21.	六氯丁二烯	0.08
22.	1,2,3-三氯苯	0.13

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，2013

中国印刷

2013年9月13日

5991-3140CHCN



Agilent Technologies