



使用静态顶空系统、Agilent 5977B GC/MSD 和高效离子源改善挥发性化合物的分析

作者

Peter Gautschi 和 Harry Prest
高级应用科学家和
高级研发科学家
安捷伦科技有限公司

应用简报

环境

前言

使用 Agilent 7697A 顶空进样器、Agilent 7890B GC 和配备高效离子源 (HES) 的 Agilent 5977B GC/MSD 系统通过静态顶空分析对水中的环境挥发物进行初步评估。HES 的革命性设计能够使许多化合物得到更高的离子流效率 (更高的灵敏度)，为样品分析提供了灵活的方法，例如降低检测限、减小样品尺寸、加快分析速度等等。

通过静态顶空进行挥发性有机物分析 (VOA) 是一种应用广泛的技术，但也由于各种潜在分析物的响应因子差异极大而极具挑战。本应用简报介绍了一项研究，其中通过选择目标环境化合物表明该方法中利用 5977B GC/MSD 所实现的目的。

在选择离子监测模式下，对反渗透 (RO) 水中加入的 VOA 化合物的混合物进行分析，采用的校准范围为 0.02-20 $\mu\text{g/L}$ 。对 0.04 $\mu\text{g/L}$ 标准品重复进样以评估方法检测限 (MDL)。通过重复分析当地自来水样品，证明该方法对某些天然存在的化合物具有长期稳定性。



Agilent Technologies

材料与amp;方法

样品前处理

将 10 mL 水加入每个样品瓶中。将等量储备标准溶液（以甲醇配制）和储备内标溶液（以甲醇配制）加标至溶液中，并将样品瓶密封。配制 0.02、0.05、0.1、0.2、0.5、1、10 和 20 µg/L 的标准品溶液。

表 1 总结了仪器采集条件。

表 1. 顶空条件和质谱条件

顶空参数	Agilent 7697A 顶空进样器	气相色谱参数	Agilent 7890B GC
仪器设置		进样口	
定量环规格	1 mL	进样口类型	分流/不分流进样口 (SSL)
传输线类型	去活熔融石英管线 (部件号 160-2535-5)	模式	分流
传输线直径	0.53 mm	进样口衬管	直型, 内径 2 mm, 250 µL (部件号 5181-8818)
HSS-GC 连接器	传输线接口 (G3520A)	加热器	125 °C
载气控制	气相色谱仪	色谱柱流速	1.5 mL/min, 恒流模式
加压气体	氦气	总流速	25 mL/min
样品瓶待机流速	20 mL/min	隔垫吹扫流速	1.0 mL/min
温度设置		载气节省模式	关闭
柱温箱温度	75 °C	分流比	15:1
定量环温度	75 °C	分流流速	22.5 mL/min
传输线温度	110 °C	柱温箱	
传输线接口 (Aux1)	115 °C	色谱柱	Agilent VF-624 MS
时间设置		色谱柱规格	60 m × 0.25 mm, 1.4 µm
样品瓶平衡时间	12 min	平衡时间	0.25 min
进样持续时间	0.3 min	升温程序	32 °C (2 min), 以 12 °C/min 升温至 220 °C (5 min)
气相色谱循环时间	30 min	质量选择检测器参数 Agilent 5977B	
样品瓶和定量环设置		类型	高效离子源 (HES EI)
样品瓶规格	20 mL	离子源温度	300 °C
样品瓶振荡	7 级	四极杆温度	150 °C
吸样压力	10 psi	传输线温度	280 °C
吸样时间	0.2 min	调谐文件	HES 自动调谐 (HES_Atune.u)
定量环充气速率	20 psi/min	采集类型	SIM (见表 2)
定量环最终压力	7 psi	溶剂延迟	3.95 min
定量环平衡时间	0.01 min	增益因子	3
进样后吹扫	100 mL/min, 持续 2 min		
泄漏检查	默认, 0.2 mL/min		
模式	单次提取		

结果与讨论

表 2 列出了通过对 0.04 µg/L 样品重复分析九次得到的 MDL 研究结果。请注意，除两种化合物的 MDL 低于 30 ppt 以外，所有 MDL 均低于 0.025 µg/L 或 25 ppt。大多数化合物（包括一些响应相对较低的化合物）的 MDL 低于 0.015 µg/L。

表 2. 所选化合物的采集参数总结，包括以分钟为单位的保留时间、目标定量离子 (SIM) 以及对 0.04 µg/L 的样品重复分析九次计算得到的 MDL

名称	RT	定量离子	MDL	名称	RT	定量离子	MDL
氯乙烯	4.934	62	0.004	1,2-二溴乙烷	13.427	106.9	0.006
溴甲烷	5.611	93.9	0.003	氯苯	13.969	112	0.015
氯乙烷	5.806	64	0.003	乙苯	14.03	91	0.014
1,1-二氯乙烯	7.007	95.9	0.008	1,1,1,2-四氯乙烷	14.049	130.9	0.005
反式-1,2-二氯乙烯	8.007	95.9	0.009	邻二甲苯	14.664	91	0.018
1,1-二氯乙烷	8.554	63	0.004	苯乙烯	14.683	104	0.015
顺式-1,2-二氯乙烯	9.19	95.9	0.011	三溴甲烷	14.975	170.8	0.006
2,2-二氯丙烷	9.208	77	0.013	1,1,2,2-四氯乙烷	15.45	82.9	0.041
溴氯甲烷	9.47	127.8	0.004	1,2,3-三氯丙烷	15.567	110	0.007
1,1,1-三氯乙烷	9.769	96.9	0.005	溴苯	15.573	155.9	0.017
1,1-二氯-1-丙烯	9.921	75	0.012	正丙苯	15.63	91	0.017
四氯化碳	9.94	116.9	0.003	2-氯甲苯	15.768	91	0.016
苯* (空白问题)	10.165	78	0.009	1,3,5-三甲苯	15.84	105	0.018
1,2-二氯乙烷	10.202	62	0.006	4-氯甲苯	15.914	91	0.018
三氯乙烯	10.848	129.9	0.009	叔丁基苯	16.225	134	0.017
1,2-二氯丙烷	11.165	63	0.005	仲丁基苯	16.499	105	0.016
二溴甲烷	11.275	173.8	0.006	4-异丙基甲苯	16.67	119	0.017
溴二氯甲烷	11.421	82.9	0.005	1,3-二氯苯	16.719	145.9	0.020
顺式-1,3-二氯丙烯	11.89	75	0.014	1,4-二氯苯	16.841	145.9	0.023
反式-1,3-二氯丙烯	12.506	75	0.013	正丁基苯	17.194	134	0.020
1,1,2-三氯乙烷	12.762	96.9	0.011	1,2-二氯苯	17.316	145.9	0.021
四氯乙烯	12.884	163.8	0.009	1,2-二溴-3-氯丙烷	18.334	154.9	0.010
1,3-二氯丙烷	12.963	76	0.009	1,2,4-三氯苯	19.493	179.9	0.028
二溴氯甲烷	13.238	126.8	0.004	六氯丁二烯	19.651	224.8	0.006

*空白表明存在低浓度的苯污染。

图 1 展示了几种代表性化合物在 0.02-20 $\mu\text{g/L}$ 的浓度范围内获得的线性示例。图 2 和 3 显示了几种目标化合物的系统稳定性。值得注意的是，这些初步结果并未受益于内标校正（即外标校准等）的使用，可以预计内标校正能够改善分析的各个方面。

结论

这些初步结果表明，在 VOA 应用中利用 Agilent 5977B GC/MSD 的 HES 能够显著改善检测限。所实现的信号增强不受干扰的影响，检测结果明显得到了改善。

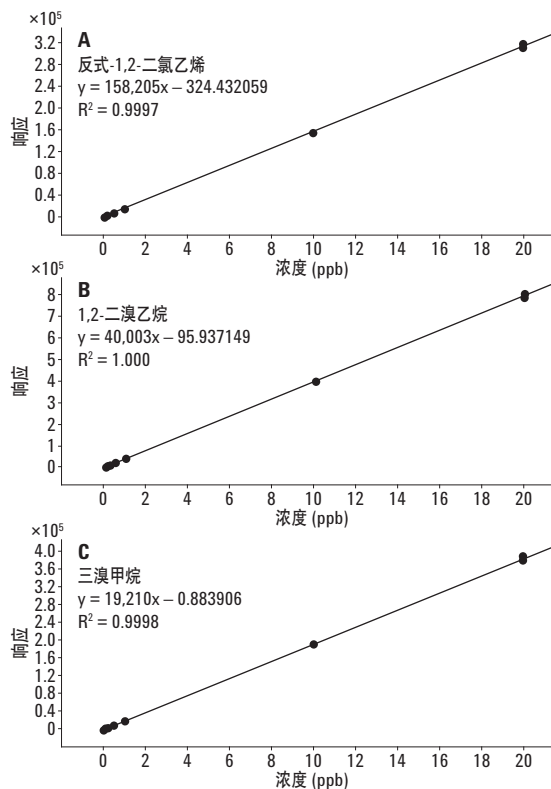


图 1. 20 $\mu\text{g/L}$ (外标) 反式-1,2-二氯乙烯 (A)、1,2-二溴乙烷 (B) 和三溴甲烷 (C) 的线性

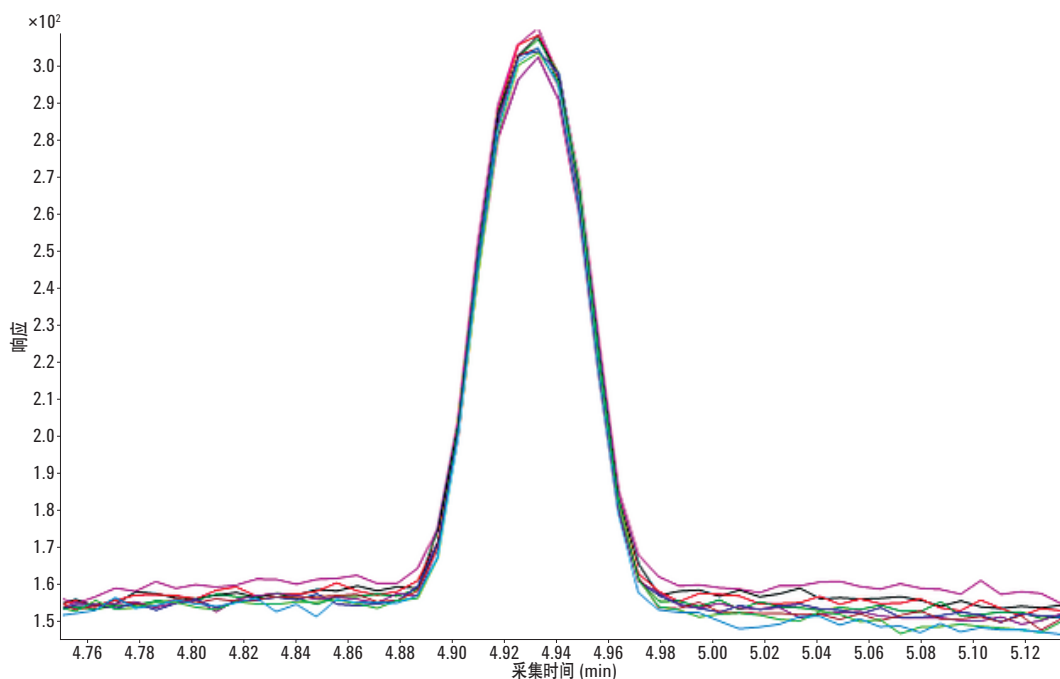


图 2. 对 0.04 $\mu\text{g/L}$ 氯乙烯重复进样九次得到的 EIC 的叠加色谱图

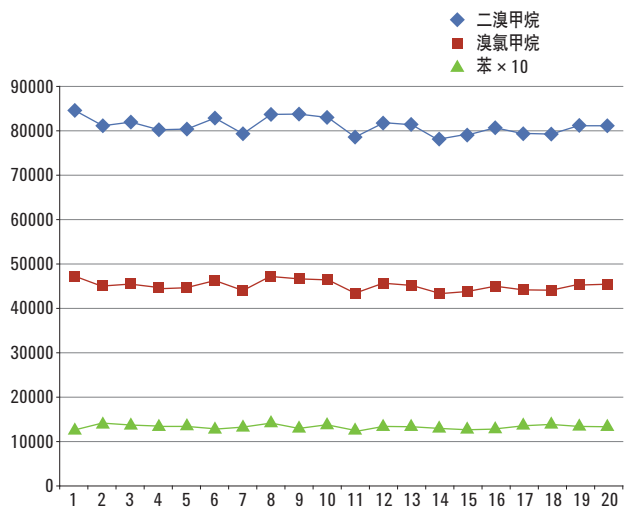


图 3. 对所选化合物重复进样 ($n = 20$) 得到的峰面积响应表明了系统的时间稳定性: 苯、二溴甲烷和溴氯甲烷分别为 0.01 ppb 左右、1.5 ppb 和 0.8 ppb

更多信息

这些数据仅代表典型的结果。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。

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

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。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2016
2016年1月7日，中国出版
5991-6539CHCN



Agilent Technologies