

按 HJ810-2016 分析水中的挥发性 有机化合物

使用 Agilent 8697 顶空进样器-XL Tray 以及
Agilent 8860 气相色谱系统和 5977B MSD

作者

Zhang Jie
安捷伦科技（上海）有限公司

摘要

在本应用简报中，实验团队使用 Agilent 8697 顶空进样器-XL Tray 以及 Agilent 8860 气相色谱 (GC) 和 Agilent 5977B 单四极杆质谱 (MSD) 系统对水中 55 种具有代表性的挥发性有机化合物 (VOCs) 进行了分析。根据 HJ810-2016 方法对系统的重现性、线性和检测性能进行了评估。结果表明系统性能出色，达到甚至超过 HJ810 标准要求。

前言

确保水质是现代社会面临的一项巨大挑战。水质不仅受到自然现象的影响，还受到人类活动的影响。水质是指包括物理、化学和生物特性在内的水条件。VOCs 是衡量水质的重要化学指标之一。VOCs 是具有高蒸气压和低水溶性的有机化合物。大多数 VOCs 都因工业排放、泄漏或溢出进入自然水域。一些 VOCs 是消毒处理的副产物，易从水中蒸发。这种蒸发作用契合顶空工作原理，使顶空技术成为将 VOCs 从水中提取并引入气相色谱仪或气相色谱/质谱联用系统 (GC/MSD) 进行鉴定和定量的理想方法。吹扫捕集 (P&T) 是另一种广泛应用于水质分析的 VOC 引入技术。P&T 从水样中吹扫出 VOCs，经浓缩处理后进行分析。与顶空技术相比，P&T 可以对水中的 VOCs 提取得更彻底，实现更高的灵敏度。但 P&T 仪器的设计较为复杂，仪器的使用和维护需要更小心谨慎、对专业技能的要求也更高^[1]。相比之下，顶空进样器更易于使用和维护。在中国和欧洲，顶空进样器已广泛应用于水中 VOCs 的分析^[2,3]。

8697 顶空进样器是第二代安捷伦顶空产品。这一代产品提供 8697 和 8697-XL Tray 两种型号，主要的区别在于样品通量（分别可以容纳 48 和 120 个样品瓶）和样品瓶冷却功能。两种型号均搭载智能平台，可以为用户提供易于访问和执行的多种智能功能，例如用户引导式维护、气源压力检查、传输线限流和泄漏测试、用户样品瓶泄漏测试等。这些智能维护和诊断测试的设计综合了我们对顶空产品使用体验的测评和分析，直击客户的代表性问题和痛点。这些测试可以帮助用户了解仪器状态，快速准确地找到故障区域，及时有效地维护仪器。

本应用简报根据中国 HJ810-2016 方法，使用 8697-XL Tray 以及 8860 气相色谱仪和 5977B MSD 系统对水中 VOCs 进行了分析^[4]。从重现性、线性、检测限 (LOD)、定量限 (LOQ) 和方法回收率等方面对系统性能进行了评估。

实验

试剂与标准品

所有化学品和标准品均购自 Alta Scientific Co. Ltd.。这些化学品包括 1000 mg/L VOCs 的甲醇溶液、1000 mg/L 氟代苯和 1,4-二氯苯-d₄ 的内部校准标样（甲醇溶液）以及氯化钠（分析级）。

VOCs 标准工作溶液

用甲醇将 VOC 储备液稀释至 100 mg/L 和 10 mg/L。用甲醇将 IS 储备液稀释至 200 mg/L 和 25 mg/L 备用。

校准标样和水样前处理

首先，称取 4 g NaCl 置于 20 mL 顶空样品瓶中，然后加入 10 mL 去离子水。将 VOCs 标样和 IS 工作溶液加标至盐溶液后，立即盖上样品瓶盖，并剧烈涡旋 10–20 秒。

通过 MSD 扫描模式分析的校准标样包含 6 个校准浓度：约为 10、20、40、100、200 和 400 µg/L，内标浓度为 200 µg/L。制备浓度范围为 1–40 µg/L（即 1、2、4、10、20、40 µg/L）并含有 20 µg/L IS 的校准标样，用于选择离子监测 (SIM) 模式分析。对于每组校准标样，在 3 个不同的校准浓度下制备 6 个重复标样进行重现性测试。在扫描和 SIM 模式下，使用 8 个 4 µg/L 和 0.5 µg/L 的标样进行 LOQ 评估。

根据 HJ810-2016 中所述的样品采集/前处理程序，从当地湖泊中采集并制备水样。以中、高浓度对实际水样进行加标，用于回收率测试。

仪器和分析条件

结合使用 8697-XL Tray 和 8860/5977B GC/MSD 系统进行分析（图 1）。结合使用 Extractor 离子源和 6 mm 拉出透镜。使用 Agilent J&W DB-624 气相色谱柱，60 m × 250 μm, 1.4 μm 进行 VOCs 分离。

顶空和 GC/MSD 测试参数见表 1。本实验符合 HJ810-2016 的建议，结果如下图所示。

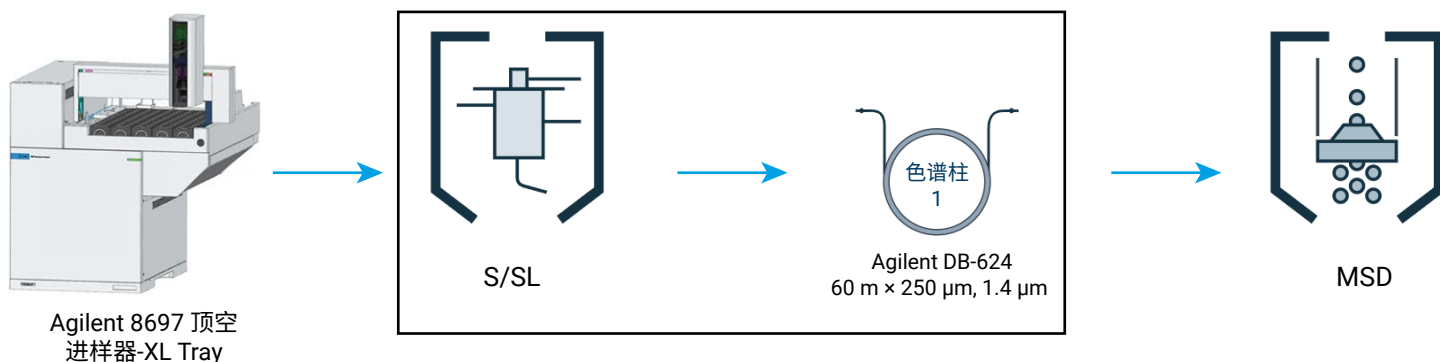


图 1. Agilent 8697-XL Tray 和 Agilent 8860/5977B GC/MSD 系统示意图

使用安捷伦 GC/MS 系统 MassHunter 采集软件 10.0 版进行数据采集。使用 MassHunter 定性分析软件 10.0 版和 MassHunter 定量分析软件 10.0 版进行数据分析。扫描法和 SIM 法的定量基于同一组目标离子。

表 1. Agilent 8697-XL Tray 和 Agilent 8860/5977B GC/MSD 系统的分析条件

配备惰性 Extractor 离子源的 Agilent 8860 GC 和 5977B MSD 系统	
参数	设定值
进样口温度	250 °C
衬管	去活石英衬管，不分流，内径 2 mm (货号 5181-8818)
载气	氮气
色谱柱流速	恒流模式，1.2 mL/min
分流比	5:1
柱温箱升温程序	40 °C (2 min)，以 5 °C/min 的速率升至 120 °C (3 min)，然后以 10 °C/min 的速率升至 230 °C (4 min)
色谱柱	Agilent J&W DB-624 气相色谱柱，60 m × 0.25 mm, 1.4 μm (货号 121-1364)
MSD 传输线	250 °C
质谱离子源	280 °C
质谱四极杆	150 °C
扫描范围	35–350 Da
SIM 法中离子的驻留时间	20 ms
增益因子	0.4
拉出极	6 mm，惰性 (货号 G2589-20045)

Agilent 8697 顶空进样器-XL Tray	
参数	设定值
8697 定量环体积	1 mL
样品瓶加压气体	N ₂
顶空加热炉温度	65 °C
顶空定量环温度	80 °C
顶空传输线温度	120 °C
样品瓶平衡时间	40 min
样品瓶规格	20 mL，PTFE/硅胶隔垫 (货号 8010-0413)
样品瓶振荡	7 级，136 次振荡/min，加速度 530 cm/s ²
样品瓶填充模式	默认
样品瓶填充压力	15 psi
定量环填充模式	定制
定量环升压速率	20 psi/min
定量环最终压力	3 psi
定量环平衡时间	0.1 min
载气控制模式	GC 载气控制
萃取后排空	开启

结果与讨论

用户样品瓶泄漏测试

样品瓶泄漏会导致响应重现性差。然而，市场上并不存在绝对不泄漏的样品瓶。因此，将样品瓶泄漏率控制在适当的水平对于获得高精度的结果至关重要。8697 顶空进样器可以对 5 个加盖样品瓶进行自动化泄漏测试，并根据统计结果给出可接受的泄漏率阈值建议。在后续分析中，用户可以将测试方法中的泄漏率阈值设为建议阈值，用于实时系统泄漏检查。泄漏检查合格意味着样品瓶密封有效。如果泄漏检查失败，系统将自动对测试样品瓶执行预设操作，包括中止、继续或跳过。如果执行中止或跳过，珍贵的样品将得以保留下来，泄漏问题得到解决后还可重新用于分析。样品瓶泄漏测试有助于根据特定的应用条件找到合适的泄漏阈值，从而确保分析精度并降低泄漏检

查失败的风险。这项测试对于合规认证实验室而言非常重要，因为可以帮助他们规避测试结果良好，但泄漏测试失败的恼人情况。泄漏率阈值设置不当导致的泄漏测试失败，使分析人员不得不耗费时间排查不合规问题。样品瓶泄漏测试功能可以显著减少这种情况。

本实验在表 1 所述的分析条件下测试了 5 个加盖的 40 µg/L 校准样品。5 个样品的响应和精度均满足分析要求。然后，又使用 8860 气相色谱仪浏览器用户界面启动了用户样品瓶泄漏测试，对另一组 5 个加盖样品自动运行了用户样品瓶泄漏测试。

测试完成后，系统建议使用的泄漏率阈值为 0.2 mL/min。因此，分析人员将分析方法中的泄漏率阈值设为了建议值，后续的分析均在此值下执行，生成的分析结果也令人满意，没有出现泄漏测试失败的情况。

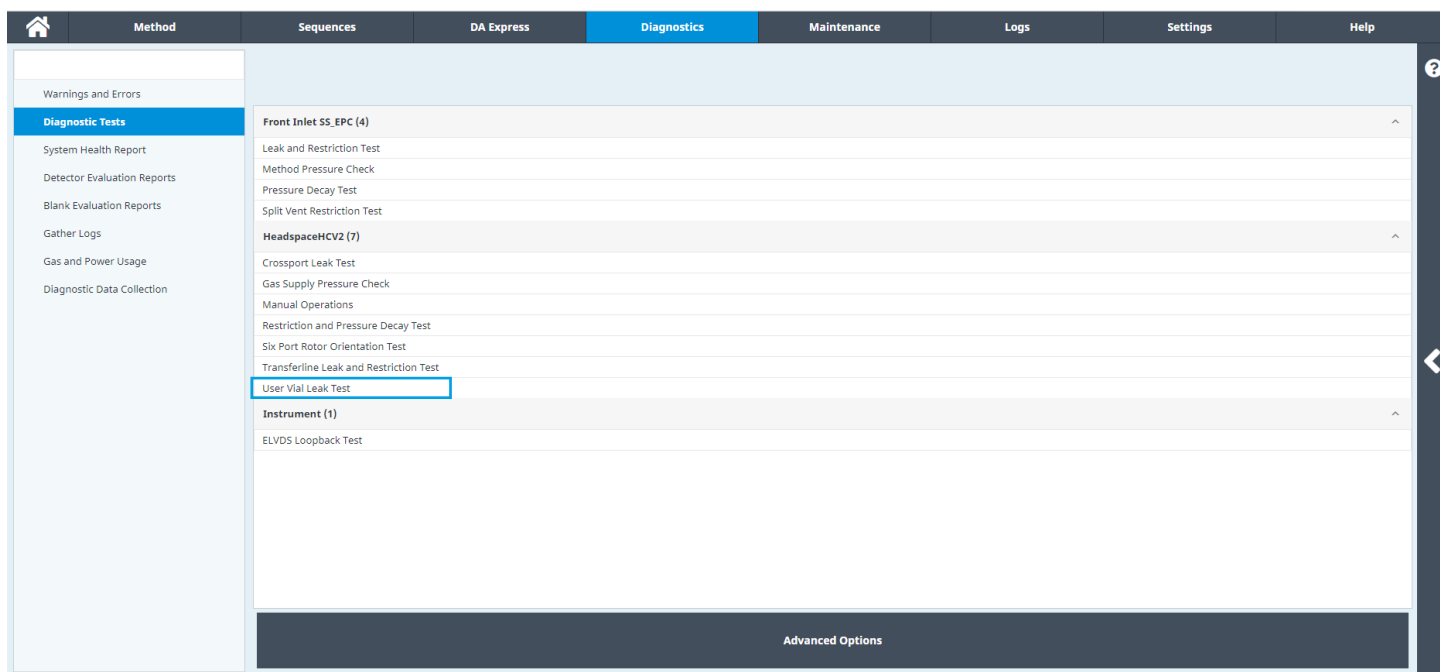


图 2. 从浏览器用户界面启动用户样品瓶泄漏测试

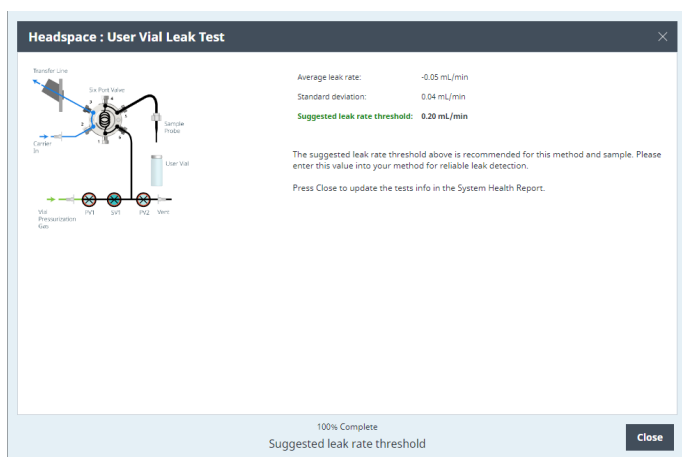


图 3. 用户样品瓶泄漏测试建议的泄漏率阈值

MSD 性能评估

根据 HJ810-2016，分析每批实际样品前都应检查 MSD 性能，以此确保 MS 数据的有效性和可靠性。本实验选择了 Etune 方法对 MSD 进行自动调谐。然后，将 20 μL 25 $\mu\text{g/mL}$ 的 BFB 样品加标至 10 mL 无 VOC 水样中，并加盖进行分析。表 2 列出了 BFB 的调谐评估结果。

表 2. MSD Etune 调谐结果一致性评估

目标质量数	相对质量数	下限 %	上限 %	相对丰度%	原始丰度	合格/不合格
95	95	100	100	100.0	10,603	合格
96	95	5	9	5.8	617	合格
173	174	0	2	0.0	0	合格
174	95	50	100	74.8	7,936	合格
175	174	5	9	7.0	553	合格
176	174	95	105	95.1	7,550	合格
177	176	5	10	6.2	466	合格

如 HJ810-2016 所述，MSD 扫描模式是水中 VOCs 分析的主要检测模式。如果灵敏度不足以检测目标 VOCs，则使用基于 SIM 模式的检测。本实验基于两组校准标样，在两种 MSD 检测模式下进行了全面的性能评估。

扫描结果

40 $\mu\text{g/L}$ 校准标样的总离子流色谱图 (TIC) 如图 4 所示。大多数化合物实现了基线分离。六对化合物共洗脱，具体可参见附录表 A1 中以上标记的化合物。这些共洗脱化合物的鉴定和定量则是根据其特有的定性离子和定量离子。表 A1 按洗脱顺序列出了这些化合物的峰归属。

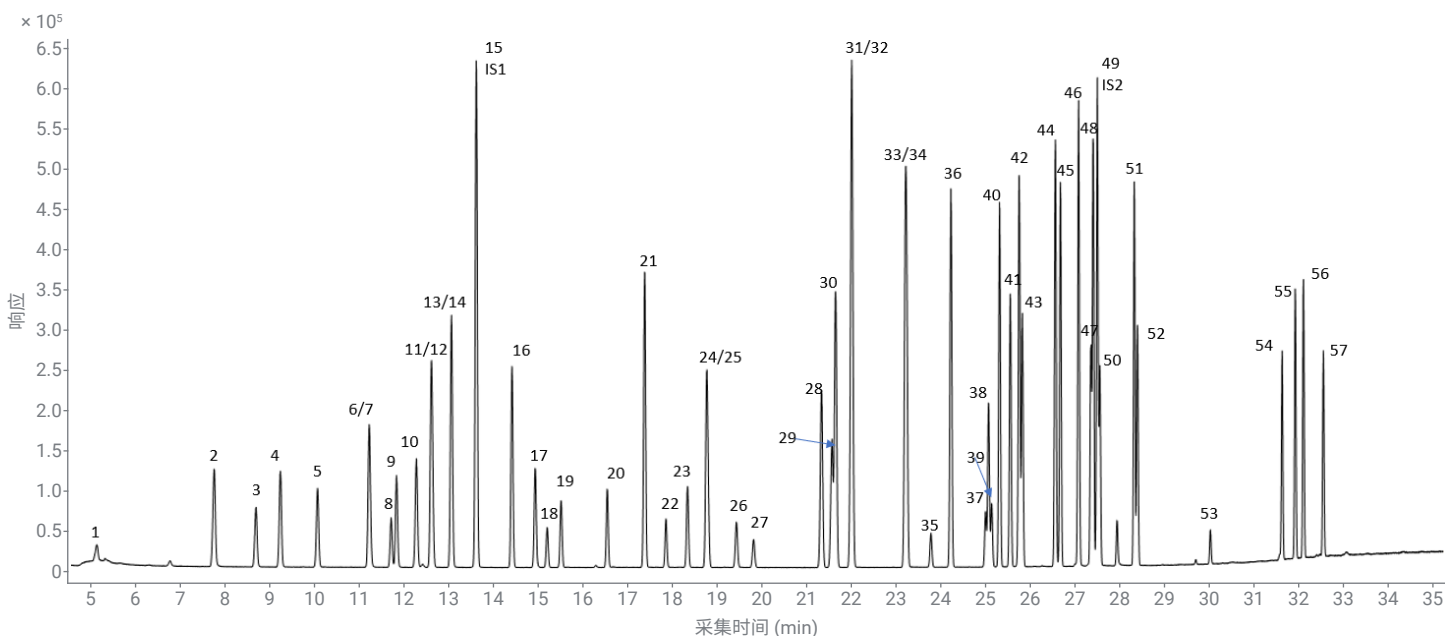


图 4. 扫描模式下获得的 40 $\mu\text{g/L}$ VOCs 标样 TIC

系统的重现性评估基于分析物绝对响应。根据目标离子的 EIC，测出了每种化合物的定量（见表 A1）。然后对 10、40 和 200 $\mu\text{g/L}$ 校准标样的 6 份重复试样进行了分析。55 种 VOCs 的平均响应 %RSD 为 1.8%，范围为 0.8%–6.2%

(图 5)。200 $\mu\text{g/L}$ 氟代苯 (IS1) 和三种校准浓度下 1,4-二氯苯- d_4 (IS2) 的平均响应 RSD% 分别为 1.5% 和 2.9%。结果表明，系统具有出色的重现性能，采样和检测精度优异。

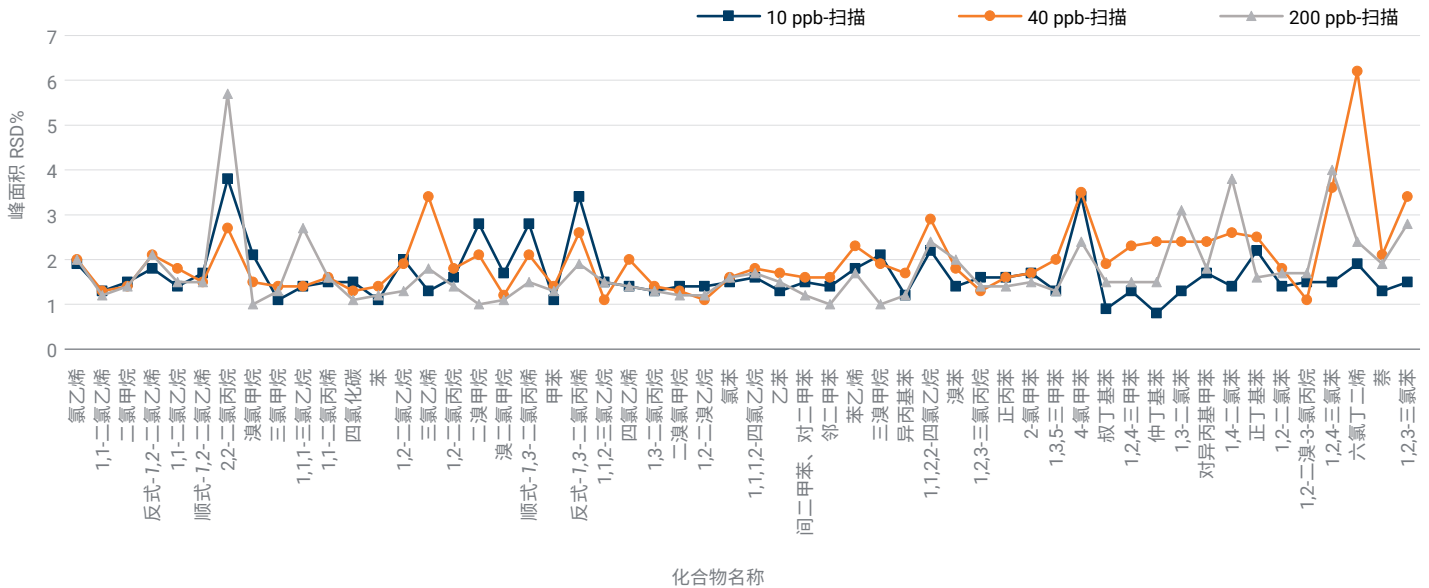


图 5. 扫描模式下 55 种不同浓度 VOCs 的峰面积 %RSD

系统的线性表现则是在 10–400 µg/L 的测试浓度范围内，根据每种分析物与内标的相对响应来评估。目标分析物的相关系数 R^2 为 0.9947–0.9999，平均值为 0.9990。其中，只有一种化合物 2,2-二氯丙烷的 R^2 低于 0.9950。线性符合 HJ810-2016 中 $R^2 \geq 0.990$ 的要求。四种代表性化合物的线性图如图 6 所示。本实验还在六种校准浓度下，计算了每种分析物的相对响应因子 (RRF) %RSD。平均 RRF %RSD 为 5.2%，范围为 0.98%–12.7%，符合 HJ810-2016 方法中 RRF %RSD 不高于 20% 的阈值要求 (RRF %RSD 结果详见表 A1)。

在 8 个 4 µg/L 标样的试验分析中，应用公式 1 计算了 55 种目标 VOCs 的 MDLs。计算得出的 MDLs 范围为 0.132–1.105 µg/L (对应实际水样中的 µg/kg)。LOQs 为 0.44–3.68 µg/L。

公式 1. MDL 计算公式。

$$MDL = S \times t(n - 1, 1 - \alpha = 99)$$

n: 试验次数 (n = 8)

S: n 次试验的标准偏差

t: 自由度为 n - 1，置信水平为 99% 的 t 值 (当 n = 8 时, t = 2.998)

方法回收率的评估使用了 40 µg/L 和 100 µg/L 加标湖水样品。40 µg/L 加标样品的回收率为 90.8%–122.3%，100 µg/L 加标样品的回收率为 90.9%–105.7%。回收性能与 HJ810-2016 方法中提供的参考回收率结果相当。

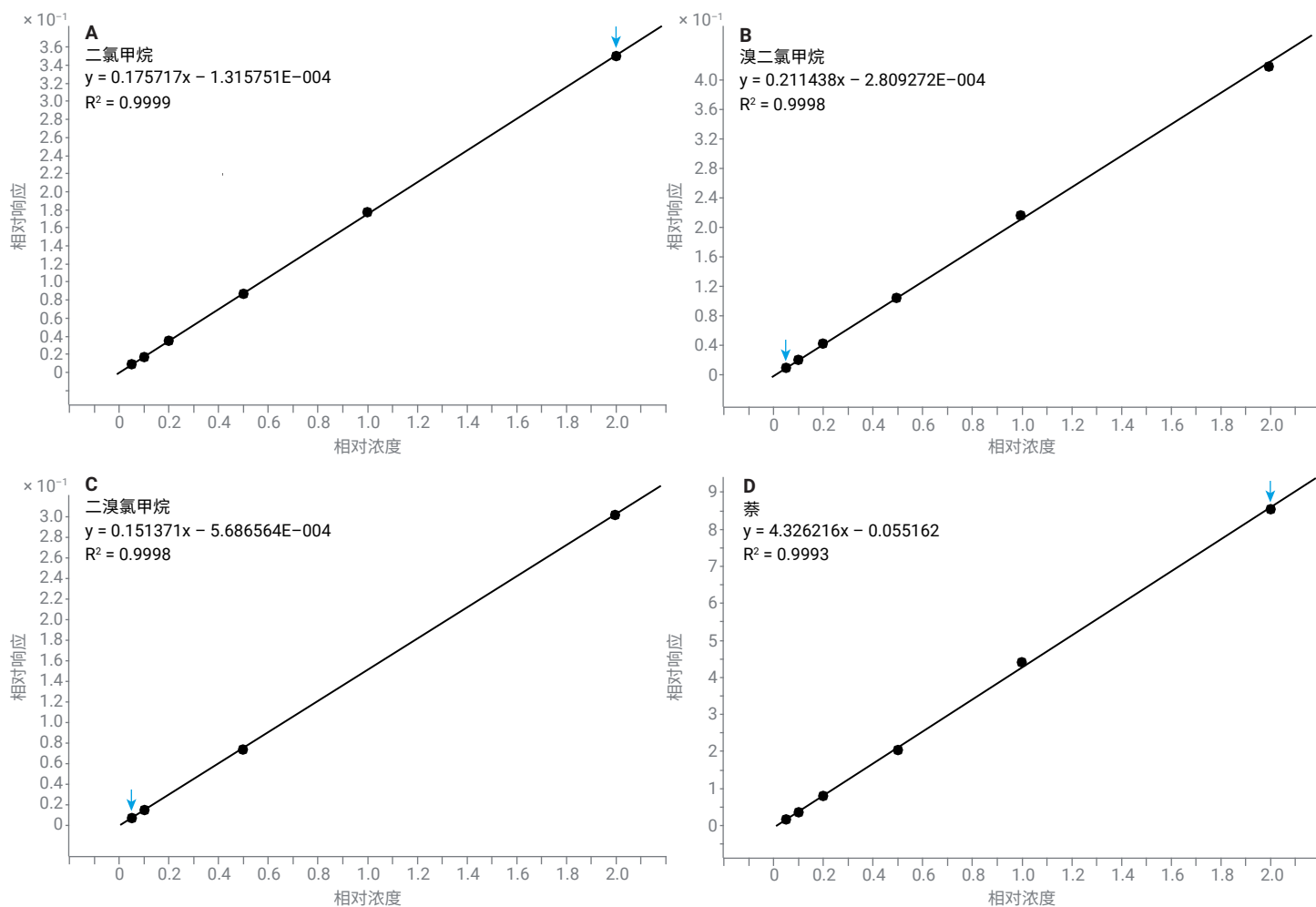


图 6. 扫描模式下，在色谱图早期、中期和后期洗脱的 4 种化合物的线性校准曲线 (10–400 µg/L)，CF 加权: 1/x。化合物: (A) 氯甲烷, R^2 0.9999; (B) 溴二氯甲烷, R^2 0.9998; (C) 氯二溴甲烷, R^2 0.9998; (D) 萘, R^2 0.9993

SIM 结果

评估 SIM 检测模式的响应重现性时, 分析了 4、10 和 40 $\mu\text{g/L}$ 校准标样的 6 份重复试样。每种化合物的定量基于附录表 A2 中所列的定量离子。55 种 VOCs 的响应 %RSD 范围为 0.6%–4.8% (图 8)。20 $\mu\text{g/L}$ 氟代苯 (IS1) 和三种校准浓度下 1,4-二氯苯- d_4 (IS2) 的平均响应 RSD% 分别为 2.3% 和 3.8%。

SIM 模式校准的结果详见表 A2。在 1–40 $\mu\text{g/L}$ 的范围内, SIM 在分析所有化合物时都展现出了出色的校准线性, 平均 R^2 为 0.9996。55 种分析物的平均相对响应因子 (RRF) %RSD 为 0.86%–17.15%, 平均值为 5.5%, 符合 HJ810-2016 方法中 RRF %RSD 不高于 20% 的阈值规定。

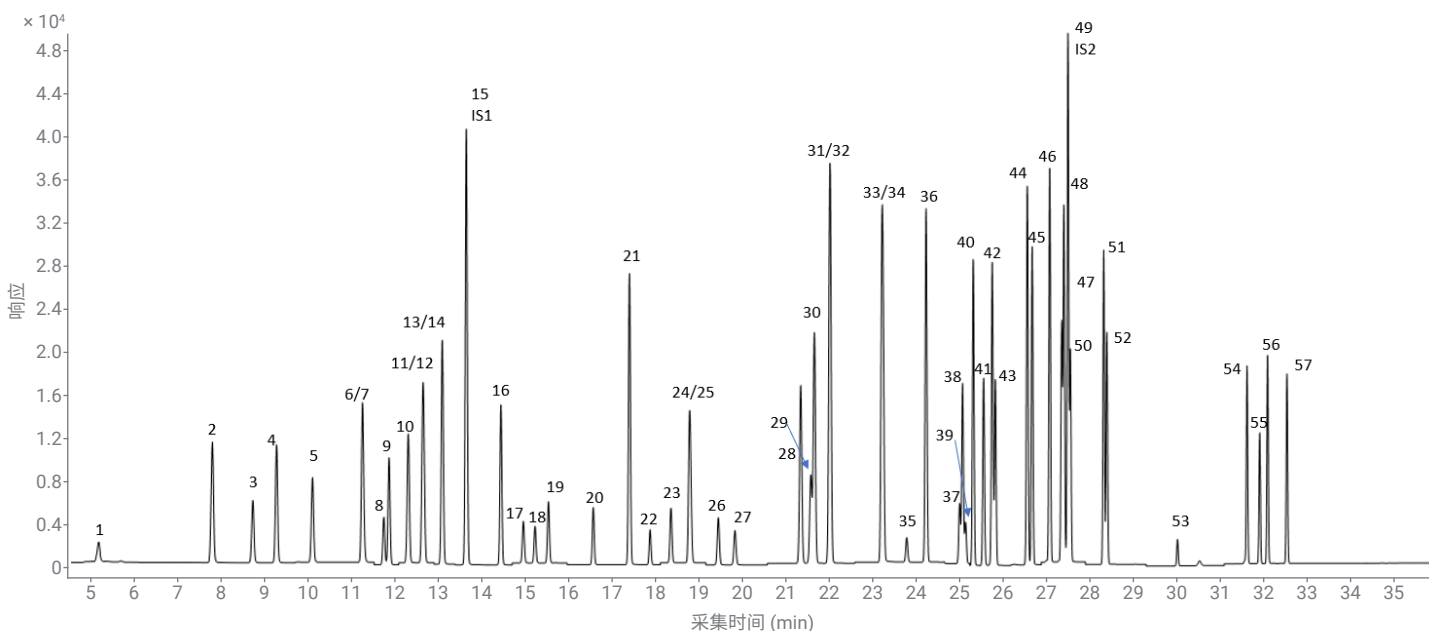


图 7. 在 SIM 模式下测得的 4 $\mu\text{g/L}$ VOCs 校准标样的总离子流色谱图

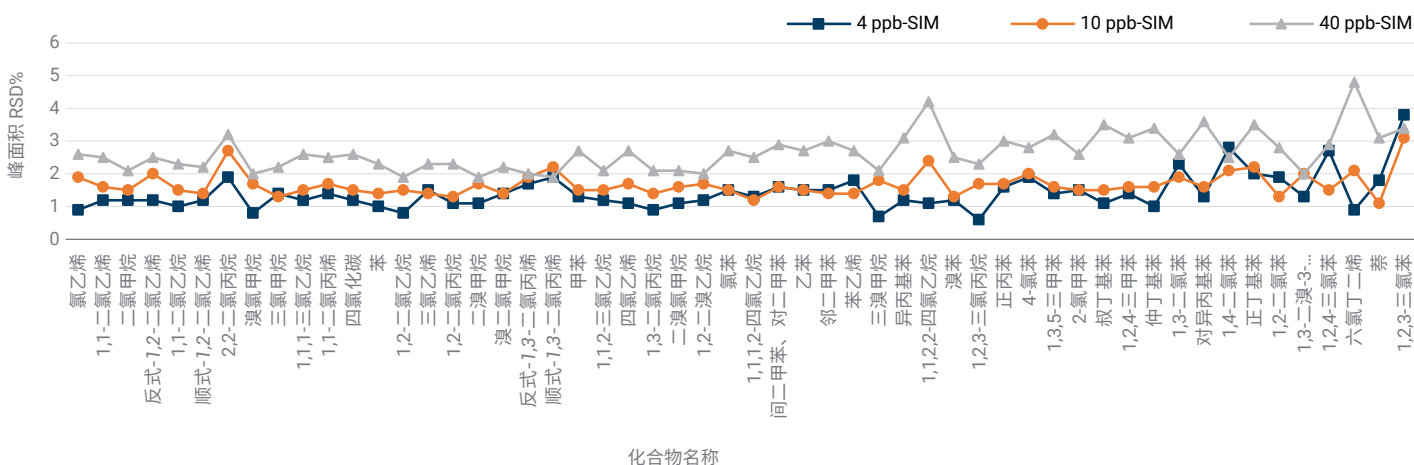


图 8. SIM 模式下 55 种 VOCs 在 4、10 和 40 $\mu\text{g/L}$ 浓度下的绝对响应精度

SIM 模式的 MDLs 计算是根据 0.5 µg/L 标准品 8 个重复试样的分析。计算得出的 MDLs 范围为 0.007–0.073 µg/L (对应实际水样中的 µg/kg)。LOQ 范围为 0.0229–0.243 µg/L, 远优于 HJ810-2016 的要求。

SIM 法的回收率同样是以两种浓度加标当地湖水样品进行测试。20 µg/L 加标样品的回收率为 93.6%–113.5%，4 µg/L 加标样品的回收率为 90.5%–110.3%。

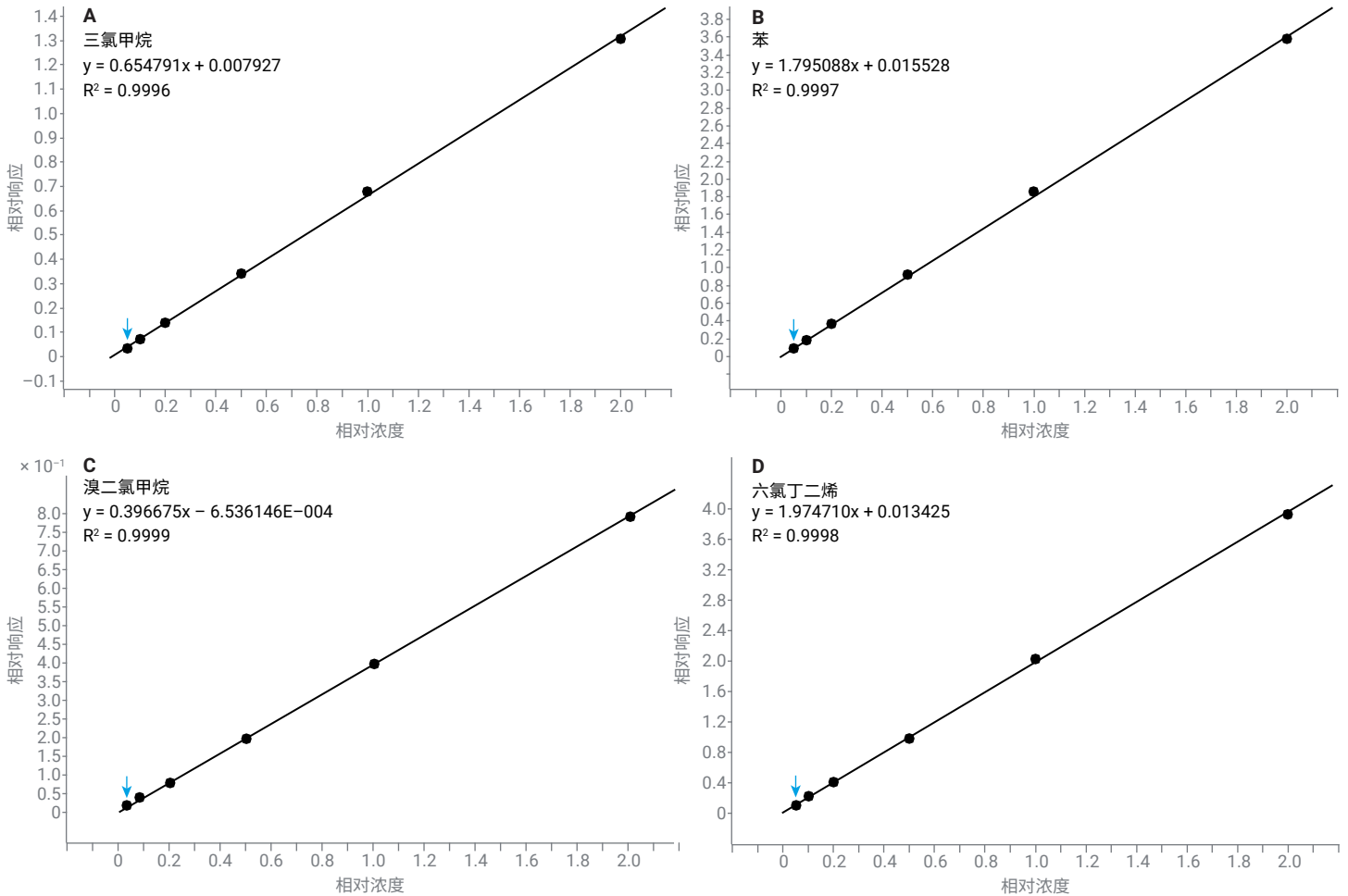


图 9. SIM 模式下四种代表性分析物(1–40 µg/L)的线性校准曲线, CF 加权: 无。化合物: (A) 氯仿, R^2 0.9996; (B) 苯, R^2 0.9997; (C) 溴二氯甲烷, R^2 0.9999; (D) 六氯丁二烯, R^2 0.9998

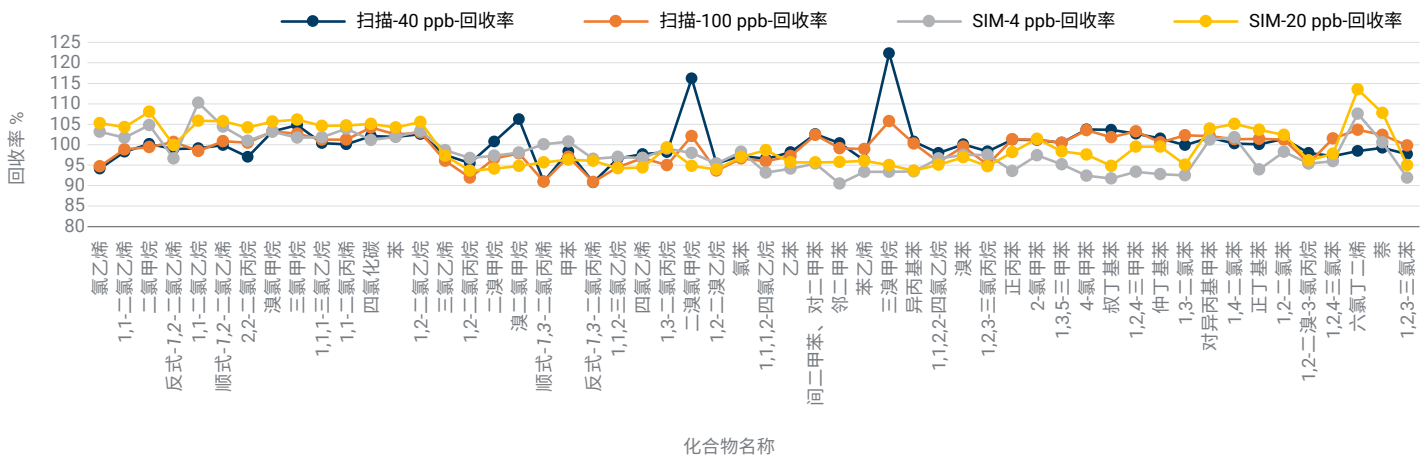


图 10. 基于扫描法和 SIM 法的回收性能

结论

本应用简报根据 HJ810-2016 标准，评估了 8697-XL Tray 和 8860/5977B GC/MSD 系统分析水中 VOCs 的性能。在 MSD 扫描模式和 SIM 模式下测得的响应精度范围为 0.6%–6.2%，具有出色的顶空进样和 GC/MSD 检测重现性。所有目标成分在测试浓度范围内的线性性能均超过 HJ810 对线性回归系数 R^2 (≥ 0.99) 的要求。所有目标化合物在两种 MSD 检测模式下的平均 RRF %RSDs 均低于 HJ810-2016 方法规定的 20% 阈值。在 MSD 扫描模式和 SIM 模式下测得的 LOQs 分别为 0.44–3.68 $\mu\text{g/L}$ 和 0.0228–0.243 $\mu\text{g/L}$ ，远优于 HJ810-2016 标准中的参考 LOQs。测得的加标当地湖水样品回收率范围为 90%–125%。所有测试结果证明，8697-XL Tray 可以从水基质中有效地提取 VOCs，并将其引入 GC/MSD 系统进行可靠鉴定和准确定量，可重现性良好。

参考文献

1. Szelewski, M. Environmental Volatiles using an Agilent 7697A Headspace Sampler, an Agilent 7890B GC and an Agilent 5977A series GC/MSD (使用 Agilent 7697A 顶空进样器、Agilent 7890B 气相色谱和 Agilent 5977A 系列 GC/MSD 分析环境中的挥发性化合物)，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5991-2108EN，2013
2. Quimby, B. D.; Andrianova, A. A. Volatile Organic Compounds Analysis in Drinking Water with Headspace GC/MSD Using Hydrogen Carrier Gas and HydroInert Source (使用氢气载气和 Hydro 惰性离子源通过顶空 GC/MSD 分析饮用水中的挥发性有机化合物)，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5994-4963EN，2022
3. Rothweiler, B. Analysis of Volatile Organic Compounds in Environmental Waters Using the Agilent 7697A Headspace and 7890B/5977A GC/MS (使用 Agilent 7697A 顶空进样器和 7890B/5977A 气质联用系统分析环境水样中的挥发性有机化合物)，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5991-3927EN，2014
4. 水质—挥发性有机化合物的测定—顶空/气质联用系统，HJ 810-2016，中华人民共和国生态环境部发布。2016-10-01

附录

表 A1. 基于扫描法的 RT、线性、LOD 和 LOQ (共洗脱化合物带有相同的上标)

峰编号	名称	RT	CF R ²	CF 公式	平均 RRF RSD	LOD (µg/L)	LOQ (µg/L)	用于 EIC 定量的 目标离子	IS
1	氯乙烯	5.135	0.9999	$y = 0.126972x + 3.503640E-004$	1.42	0.325	1.083	62	IS1
2	1,1-二氯乙烯	7.760	1.0000	$y = 0.287535x - 6.883461E-004$	1.77	0.378	1.260	96	
3	二氯甲烷	8.695	0.9999	$y = 0.175717x - 1.315751E-004$	1.07	0.288	0.959	84	
4	反式-1,2-二氯乙烯	9.238	1.0000	$y = 0.290481x - 4.032902E-004$	1.28	0.366	1.219	96	
5	1,1-二氯乙烷	10.069	0.9997	$y = 0.370494x + 0.001974$	2.70	0.355	1.184	63	
6	顺式-1,2-二氯乙烯 ¹	11.215	1.0000	$y = 0.262305x - 5.676062E-004$	1.78	0.320	1.068	96	
7	2,2-二氯丙烷 ¹	11.237	0.9947	$y = 0.229538x + 2.058373E-005$	7.79	1.012	3.372	77	
8	溴氯甲烷	11.713	0.9998	$y = 0.108911x + 1.088656E-004$	1.42	0.598	1.993	128	
9	三氯甲烷	11.827	0.9997	$y = 0.351395x + 7.031272E-004$	1.23	0.306	1.020	83	
10	1,1,1-三氯乙烷	12.278	0.9998	$y = 0.349041x + 4.844261E-004$	0.98	0.278	0.926	97	
11	1,1-二氯丙烯 ²	12.603	0.9994	$y = 0.354595x - 1.713302E-005$	2.41	0.215	0.717	75	
12	四氯化碳 ²	12.629	0.9993	$y = 0.317708x + 7.545995E-004$	2.15	0.395	1.317	117	
13	苯 ³	13.056	0.9989	$y = 0.975904x + 0.004011$	2.53	0.258	0.860	78	
14	1,2-二氯乙烷 ³	13.064	0.9979	$y = 0.119321x + 0.001719$	6.86	0.444	1.481	62	
15	氟代苯 (IS1)	13.613						96	
16	三氯乙烯	14.409	0.9997	$y = 0.332354x + 7.836946E-004$	1.47	0.582	1.940	95	IS1
17	1,2-二氯丙烷	14.926	0.9998	$y = 0.207195x + 7.853720E-004$	2.10	0.261	0.870	63	
18	二溴甲烷	15.193	0.9999	$y = 0.080913x - 2.946909E-004$	3.15	0.949	3.163	93	
19	溴二氯甲烷	15.508	0.9998	$y = 0.211438x - 2.809272E-004$	1.41	0.318	1.060	83	
20	顺式-1,3-二氯丙烯	16.539	0.9990	$y = 0.271367x - 0.003129$	6.91	0.644	2.146	75	
21	甲苯	17.372	0.9987	$y = 1.218899x - 6.724743E-004$	4.40	0.209	0.698	91	
22	反式-1,3-二氯丙烯	17.849	0.9991	$y = 0.171387x - 0.001696$	6.17	0.877	2.924	75	
23	1,1,2-三氯乙烷	18.333	0.9998	$y = 0.148842x - 4.405210E-005$	1.83	0.447	1.491	83	
24	四氯乙烯 ⁴	18.758	0.9998	$y = 0.375692x + 7.865872E-004$	1.41	0.534	1.778	166	
25	1,3-二氯丙烷 ⁴	18.788	0.9994	$y = 0.213894x + 4.938890E-004$	1.94	0.235	0.782	76	
26	二溴氯甲烷	19.427	0.9998	$y = 0.151371x - 5.686564E-004$	2.75	0.341	1.137	129	
27	1,2-二溴乙烷	19.805	0.9996	$y = 0.118271x - 7.610758E-004$	4.17	0.318	1.060	107	

峰编号	名称	RT	CF R ²	CF 公式	平均 RRF RSD	LOD (µg/L)	LOQ (µg/L)	用于 EIC 定量的 目标离子	IS
28	氯苯	21.322	0.9992	$y = 3.361692x - 0.050788$	9.43	0.396	1.320	112	IS2
29	1,1,1,2-四氯乙烷	21.561	0.9988	$y = 1.031673x - 0.016123$	9.48	0.638	2.128	131	
30	乙苯	21.642	0.9997	$y = 5.796045x - 0.095480$	12.66	0.323	1.076	91	
31/32	间二甲苯、对二甲苯 ⁵	22.000	0.9982	$y = 8.881587x - 0.028249$	7.06	0.353	1.176	106	
33	邻二甲苯 ⁶	23.198	0.9995	$y = 4.482819x - 0.052524$	9.89	0.407	1.355	106	
34	苯乙烯 ⁶	23.227	0.9995	$y = 3.494952x - 0.046133$	11.34	0.318	1.061	104	
35	三溴甲烷	23.766	0.9981	$y = 0.372236x - 0.006807$	11.25	0.771	2.570	173	
36	异丙基苯	24.215	0.9996	$y = 6.061658x - 0.076808$	10.45	0.510	1.700	105	
37	1,1,2,2-四氯乙烷	24.986	0.9985	$y = 0.890392x - 0.012181$	8.16	0.719	2.397	83	
38	溴苯	25.050	0.9993	$y = 1.281626x - 0.012817$	5.72	0.466	1.555	156	
39	1,2,3-三氯丙烷	25.125	0.9990	$y = 0.591367x - 0.004143$	4.42	0.520	1.733	75	
40	正丙苯	25.303	0.9992	$y = 6.827220x - 0.067985$	10.01	0.419	1.395	91	
41	2-氯甲苯	25.540	1.0000	$y = 1.500561x - 0.012329$	6.49	0.298	0.992	91	
42	1,3,5-三甲苯	25.740	0.9997	$y = 2.688176x - 0.028858$	9.49	0.464	1.546	105	
43	4-氯甲苯	25.809	0.9989	$y = 4.029700x - 0.004739$	4.80	1.035	3.450	91	
44	叔丁基苯	26.548	0.9997	$y = 4.668966x - 0.049583$	9.40	0.465	1.550	119	
45	1,2,4-三甲苯	26.658	0.9987	$y = 5.240525x - 0.017612$	6.62	0.439	1.464	105	
46	仲丁基苯	27.065	0.9999	$y = 1.477040x - 0.013188$	7.16	0.583	1.942	105	
47	1,3-二氯苯	27.344	1.0000	$y = 2.640657x - 0.003993$	1.50	0.506	1.687	146	
48	对异丙基甲苯	27.393	0.9997	$y = 1.603523x - 0.010740$	6.78	0.612	2.041	119	
49	1,4-二氯苯-D4 (IS2)	27.485						115	
50	1,4-二氯苯	27.542	1.0000	$y = 2.442603x + 0.007424$	2.19	0.302	1.006	146	IS2
51	正丁基苯	28.310	0.9999	$y = 1.549466x - 0.013981$	6.34	0.678	2.259	91	
52	1,2-二氯苯	28.379	0.9999	$y = 2.374979x + 0.003092$	1.75	0.586	1.955	146	
53	1,2-二溴-3-氯丙烷	30.012	0.9971	$y = 0.185372x - 0.002942$	9.57	0.704	2.346	157	
54	1,2,4-三氯苯	31.613	0.9990	$y = 1.919704x - 0.016428$	4.64	0.526	1.754	180	
55	六氯丁二烯	31.909	0.9970	$y = 0.714420x - 0.011222$	8.84	0.800	2.666	225	
56	萘	32.093	0.9993	$y = 4.326216x - 0.055162$	9.10	0.282	0.939	128	
57	1,2,3-三氯苯	32.538	0.9990	$y = 1.680303x - 0.011443$	3.79	0.405	1.349	180	

表 A2. 基于 SIM 法的 RT、线性、LOD 和 LOQ

峰编号	名称	RT	CF R ²	CF 公式	平均 RRF %RSD	LOD (µg/ L)	LOQ (µg/ L)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)	IS
1	氯乙烯	5.133	0.9999	$y = 0.281442x - 2.687199E-004$	1.54	0.0366	0.1221	62	64	IS1
2	1,1-二氯乙烯	7.754	0.9998	$y = 0.648000x + 0.002310$	1.29	0.0139	0.0464	96	61.63	
3	二氯甲烷	8.689	0.9999	$y = 0.342324x + 0.002340$	2.92	0.0164	0.0547	84	86.49	
4	反式-1,2-二氯乙烯	9.238	0.9994	$y = 0.609515x + 0.007889$	2.66	0.0156	0.052	96	61.98	
5	1,1-二氯乙烷	10.067	0.9995	$y = 0.723088x + 0.008328$	2.31	0.0105	0.0352	63	65.83	
6	顺式-1,2-二氯乙烯 ¹	11.217	0.9997	$y = 0.535136x + 0.004580$	1.92	0.0069	0.0229	96	61.98	
7	2,2-二氯丙烷 ¹	11.235	1.0000	$y = 0.413206x + 0.001122$	2.14	0.0401	0.1336	77	41.97	
8	溴氯甲烷	11.715	0.9996	$y = 0.216656x + 0.002607$	3.28	0.0119	0.0396	128	49.130	
9	三氯甲烷	11.833	0.9996	$y = 0.654791x + 0.007927$	3.17	0.0094	0.0315	83	85.47	
10	1,1,1-三氯乙烷	12.28	0.9998	$y = 0.657788x + 0.005203$	1.86	0.01	0.0332	97	99.61	
11	1,1-二氯丙烯 ²	12.601	1.0000	$y = 0.635295x - 0.001033$	1.13	0.0171	0.0571	75	110.77	
12	四氯化碳 ²	12.633	0.9996	$y = 0.628067x + 0.007055$	2.79	0.0107	0.0355	117	119.121	
13	苯 ³	13.054	0.9997	$y = 1.795088x + 0.015528$	1.95	0.0074	0.0246	78	77.51	
14	1,2-二氯乙烷 ³	13.066	0.9991	$y = 0.229826x + 0.005075$	6.23	0.0155	0.0518	62	64.98	
15	氟代苯 (IS1)	13.613		NA				96	77	

峰编号	名称	RT	CF R ²	CF 公式	平均 RRF %RSD	LOD (µg/L)	LOQ (µg/L)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)	IS
16	三氯乙烯	14.412	0.9997	y = 0.625227x + 0.005265	2.15	0.0176	0.0587	95	130.132	IS1
17	1,2-二氯丙烷	14.932	0.9999	y = 0.393225x + 6.140449E-004	0.97	0.0107	0.0358	63	41.112	
18	二溴甲烷	15.191	1.0000	y = 0.121111x + 1.503549E-004	1.56	0.0192	0.064	93	95.174	
19	溴二氯甲烷	15.508	1.0000	y = 0.396675x - 6.536146E-004	0.98	0.0108	0.0358	83	85.127	
20	顺式-1,3-二氯丙烯	16.539	0.9997	y = 0.446259x - 0.005669	3.92	0.0249	0.083	75	39.77	
21	甲苯	17.376	0.9998	y = 2.151509x - 0.013350	4.28	0.0452	0.1508	91	92	
22	反式-1,3-二氯丙烯	17.851	0.9997	y = 0.276712x - 0.003420	3.79	0.0233	0.0775	75	39.77	
23	1,1,2-三氯乙烷	18.329	1.0000	y = 0.280903x - 7.321405E-005	1.05	0.0212	0.0705	83	97.85	
24	四氯乙烯 ⁴	18.758	0.9997	y = 0.699240x + 0.007796	3.05	0.0125	0.0416	166	168.129	
25	1,3-二氯丙烷 ⁴	18.79	1.0000	y = 0.391944x + 0.001236	1.36	0.0169	0.0564	76	41.78	
26	二溴氯甲烷	19.423	1.0000	y = 0.293262x - 2.788273E-004	1.03	0.0125	0.0417	129	127.131	
27	1,2-二溴乙烷	19.805	0.9999	y = 0.213981x - 0.001164	1.66	0.0264	0.088	107	109.188	
28	氯苯	21.328	0.9998	y = 5.624883x - 0.061726	3.62	0.0134	0.0446	112	77.114	IS2
29	1,1,1,2-四氯乙烷	21.555	0.9999	y = 1.834390x - 0.003029	1.68	0.0149	0.0498	131	133.119	
30	乙苯	21.642	0.9992	y = 9.604301x - 0.254832	12.35	0.0203	0.0676	91	106	
31/32	间二甲苯、对二甲苯 ⁵	22.006	0.9996	y = 15.927853x - 0.242611	13.36	0.0244	0.0813	106	91	
33	邻二甲苯 ⁶	23.196	0.9995	y = 7.906416x - 0.190460	13.54	0.021	0.0699	106	91	
34	苯乙烯 ⁶	23.229	0.9994	y = 6.011384x - 0.156803	16.55	0.0119	0.0398	104	78.103	
35	三溴甲烷	23.77	1.0000	y = 0.624120x - 6.509101E-004	2.52	0.0286	0.0952	173	175.254	
36	异丙基苯	24.215	0.9993	y = 10.764866x - 0.285476	14.26	0.0108	0.0361	105	120	
37	1,1,2,2-四氯乙烷	24.988	0.9997	y = 1.575668x - 0.016306	2.74	0.0466	0.1554	83	85.131	
38	溴苯	25.056	0.9999	y = 3.204360x - 0.019287	2.97	0.0501	0.1671	156	77.158	
39	1,2,3-三氯丙烷	25.123	0.9988	y = 0.273946x + 0.004546	5.13	0.073	0.2432	75	77.110	
40	正丙苯	25.309	0.9994	y = 11.651015x - 0.284331	14.89	0.0274	0.0912	91	120	
41	2-氯甲苯	25.546	0.9998	y = 6.579881x - 0.093063	9.36	0.0217	0.0724	91	126	
42	1,3,5-三甲苯	25.74	0.9996	y = 9.412703x - 0.216021	16.06	0.0224	0.0748	105	120	
43	4-氯甲苯	25.811	0.9998	y = 7.059042x - 0.065293	9.27	0.0283	0.0945	91	126	
44	叔丁基苯	26.552	0.9994	y = 8.436241x - 0.211647	14.96	0.0101	0.0338	119	91.134	
45	1,2,4-三甲苯	26.662	0.9997	y = 9.332961x - 0.181817	15.90	0.0298	0.0994	105	120	
46	仲丁基苯	27.071	0.9996	y = 12.869653x - 0.281401	14.22	0.0124	0.0412	105	134	
47	1,3-二氯苯	27.344	0.9999	y = 4.738672x + 0.011042	0.86	0.0277	0.0922	146	111.148	
48	对异丙基甲苯	27.393	0.9995	y = 10.115025x - 0.221348	17.15	0.0156	0.052	119	134.91	
49	1,4-二氯苯-d ₄ (IS2)	27.485		NA				115	150.152	
50	1,4-二氯苯	27.546	0.9999	y = 4.371155x + 0.018148	1.04	0.0301	0.1002	146	111.148	IS2
51	正丁基苯	28.31	0.9994	y = 8.951068x - 0.218214	14.61	0.0134	0.0446	91	92.134	
52	1,2-二氯苯	28.385	0.9995	y = 4.289234x + 0.039700	1.77	0.0221	0.0738	146	111.148	
53	1,2-二溴-3-氯丙烷	30.01	0.9998	y = 0.349032x - 0.003252	3.09	0.0533	0.1776	157	75.155	
54	1,2,4-三氯苯	31.619	0.9999	y = 3.312049x + 0.010646	1.18	0.0409	0.1365	180	182.145	
55	六氯丁二烯	31.907	0.9998	y = 1.974710x + 0.013425	3.10	0.0652	0.2174	225	223.227	
56	萘	32.093	0.9997	y = 7.577165x - 0.127161	7.29	0.0445	0.1483	128		
57	1,2,3-三氯苯	32.54	0.9994	y = 2.998406x + 0.033306	2.45	0.0396	0.1318	180	182.145	

www.agilent.com

DE93552106

本文中的信息、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，2023
2023年5月8日，中国出版
5994-6074ZHCN

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



Agilent

Trusted Answers