

使用 Agilent 8890/5977C GC/MSD 提高半挥发性有机化合物的分析 灵敏度



作者

Eric Fausett
安捷伦科技有限公司

摘要

本应用简报评估了 **Agilent 8890/5977C 气相色谱/质量选择检测器 (GC/MSD)** 在传统和高灵敏度水平下分析半挥发性有机化合物 (SVOCs) 的性能。GC/MSD 系统的初始校准范围为 0.2–150 µg/mL，在评估的 76 种分析物中，有 97% 满足平均响应因子 (RF) 曲线拟合的要求。对方法进行修改以提高灵敏度，挑战更低浓度的校准范围 0.01–10 µg/mL。在这些修改后的条件下，97% 的测试化合物仍符合或超过美国国家环境保护局 (US EPA) 方法 8270E 的平均 RF 拟合标准。这些结果表明分析物可能实现更低的检出限。

前言

半挥发性有机化合物 (SVOCs) 的分析为我们提供了环境中持久性污染物的重要评估。美国国家环保局 (US EPA) 在方法 8270E^[1] 中发布了通过气质联用系统 (GC/MS) 分析这些分析物的法规和指南。对 SVOCs 类化合物进行分析具有挑战性，但也是测试 GC/MS 平台性能的不错方法。这类化合物种类众多，包括邻苯二甲酸酯、酚类、亚硝胺、芳香族硝基化合物和多环芳烃 (PAHs) 等。这些分析物的分子量和蒸气压范围很广。部分分析物易于通过气相色谱法进行分析，而其他分析物却在分析稳定性、重现性和色谱完整性方面面临巨大挑战。

许多实验室最初建立的方法的工作浓度范围一般在 20–160 µg/mL，并且一直希望扩展分析的动态范围并提高灵敏度。提高 SVOCs 分析灵敏度出于多种动机，包括加强环境保护和提高实验室可持续性。通过减少提取体积来减少浪费，并降低与溶剂使用、样品运输、提取物制备和废弃物处置相关的成本，可以实现成本节省和可持续发展目标。近年来，现代仪器和更先进的技术使实验室能够改进许多方法，实现 0.2 µg/mL 范围内的低检出限^[2]。本应用简报详细介绍了灵敏的 Agilent 5977C 质量选择检测器 (MSD) 与 Agilent 8890 气相色谱仪 (GC) 的结合使用。结果表明，该系统不仅能满足 US EPA 8270E 方法在 0.2–150 µg/mL 浓度范围内的性能要求，而且在 0.01–10 µg/mL 的更低浓度下，还能在更宽的工作范围内满足校准性能要求。此外，本文还介绍了用于提高 GC/MSD 灵敏度的技术。

实验部分

仪器方法

使用 Agilent 7693A 自动液体进样器 (ALS) 将样品引入 Agilent 8890 气相色谱仪。该仪器配备分流/不分流 (SSL) 进样口和内径为 0.25 mm、膜厚度为 0.25 µm 的 30 m DB-UI8270D 色谱柱。使用带玻璃毛的超高惰性低压降分流衬管。

将 Agilent 5977C GC/MSD 作为检测器。在 GC/MSD 离子源中选择使用直径 9 mm 的提取透镜 (货号 G3870-20449)。选择该透镜是因为之前的研究^[2,3] 表明它可以在宽动态范围内提高半挥发性分析物的方法性能。

选择使用分流进样技术。尽管使用不分流进样模式可以实现更高的方法灵敏度，但分流进样的优势更为显著。分流进样将分析物从进样口集中引入色谱柱中，改善了峰形和分离度，尤其适用于早洗脱分析物。分流进样模式下的整体流速更快，缩短了样品在热进样口的停留时间，在分析热不稳定化合物时这一点非常有利。分流进样的另一个重要优势是减少了气相色谱柱柱头非挥发性污染物的沉积，从而降低了进样口和气相色谱柱的维护频率。

作为对标准分流进样的改进，脉冲分流进样经研究表明具有更多优势。在脉冲进样模式下，进样过程中气相色谱进样口的压力在短时间内升高。稍后，进样口压力降至获得理想色谱柱流速所需的水平。该技术有助于控制进样口中的溶剂蒸气，进一步缩小分析物进入色谱柱时的谱带展宽，并改善分析物响应。脉冲分流还支持低分流比，如果没有脉冲，通过衬管的流量就会过少。

保留时间锁定 (RTL) 是用于确保方法中保留时间不发生变化的另一种关键工具。SVOC 分析中进样口维护的通常做法是切割分析柱柱头，以去除会使仪器性能降低的非挥发性沉积物。这样造成的问题是分析人员后续必须进行方法验证，并且可能需要调整所有分析物（在本应用中为 76 种）的保留时间，因为对色谱柱进行切割后保留时间会发生漂移。采用保留时间锁定功能后，GC/MS 系统的 Agilent MassHunter 采集软件通过已知分析物的单次进样来计算对气相色谱柱流速的细微调整，以匹配所有分析物的保留时间。本方法将保留时间锁定为 10.93 分钟的萘-d10。保留时间锁定可用于匹配多台仪器甚至多个实验室之间所有分析物的保留时间，这将提高一致性并简化数据审查。

初始仪器参数来自之前的安捷伦应用简报^[2,4,5]。GC 和 MSD 设置如表 1 所示。

表 1. GC 和 MSD 参数

参数	值
GC 设置	
分析柱	Agilent J&W DB-8270D UI, 30 m x 0.25 mm, 0.25 µm (货号 122-9732)
进样量	1 µL
进样口温度	恒温 280 °C
进样模式	脉冲分流
分流比	10:1/25:1
进样脉冲压力	30 psi 持续 0.6 min
衬管	带玻璃毛的超高惰性低压分流衬管 (货号 5190-2295)
柱温箱升温程序	40 °C, 保持 0.5 min 以 10 °C/min 升至 100 °C, 保持 0 min 以 25 °C/min 升至 260 °C, 保持 0 min 以 5 °C/min 升至 280 °C, 保持 0 min 以 15 °C/min 升至 320 °C, 保持 2 min
运行时间	21.6 min
平衡时间	1 min
载气	氮气, 恒流模式, 1.25 mL/min (通过保留时间锁定进行调整)
传输线温度	320 °C
MSD 设置	
离子源	Extractor, 带 9 mm 透镜
离子源温度	300 °C
四极杆温度	150 °C
电离模式	El
溶剂延迟	2.1 min
EMV 模式	增益因子
增益因子	0.4/0.8
扫描类型	扫描

系统优化

质谱仪调谐和验证

使用 Etune 自动调谐算法和 PFTBA（全氟三丁胺）对 5977C GC/MSD 进行调谐。这是一种自动调谐，通过在 GC/MS 系统 MassHunter 采集软件的 Tune and Vacuum Control（调谐和真空控制）屏幕的调谐菜单中进行选择来实现。Etune 是对传统 Atune 算法的改进，它利用对 MS 离子源提取透镜和离子体施加电压来提高灵敏度。

方法 8270E 要求验证 MS 调谐。首先，使用 MassHunter 调谐评估程序。该调谐系统验证功能将 PFTBA 引入离子源中，并验证质量准确度、质量分辨率和同位素比是否满足制造商建议的性能标准。调谐评估报告示例见图 1。

系统验证 - 调谐 (检测器优化) 部分			
仪器名称	:		
DC 极性	:	正	
灯丝	:	1	
当前真空状态	:	高真空: 9.81E-06 涡轮分子泵: 100%	
基峰应为 69 或 219			
质量数 69 的位置		69.00	OK
质量数 219 的位置		219.00	OK
质量数 502 的位置		502.08	OK
同位素质量数 70 的位置		70.00	OK
同位素质量数 220 的位置		220.00	OK
同位素质量数 503 的位置		503.07	OK
质量数 70 与质量数 69 的比值 (0.5%-1.6%)		1.15	OK
质量数 220 与质量数 219 的比值 (3.2%-5.4%)		4.48	OK
质量数 503 与质量数 502 的比值 (7.9%-12.3%)		9.80	OK
质量数 219 与 69 的比值应 > 40%，且为		115.32	OK
质量数 502 与 69 的比值应 > 2.4%，且为		4.49	OK
质量数 69 母离子 (<3%)		0.49	OK
质量数 219 母离子 (<6%)		0.86	OK
质量数 502 母离子 (<12%)		1.66	OK
597x 气体和液体检查			
2023 年 1 月 17 日 星期二 14:50:19	仪器:		
系统泄漏测试			
质量数 18 与 69 的比值 (<20%)		0.24	OK
质量数 28 与 69 的比值 (<10%)		0.36	OK
电子倍增器电压		918	OK
系统验证的调谐部分通过。			

图 1. 系统验证调谐报告

然后执行 8270 十氟三苯基膦 (DFTPP) 评估检查。通过进样 1 µL 25 ng/mL 的 DFTPP 调谐溶液并评估 8270E 方法第 11.3 节中概述的性能标准来完成该检查。使用 Agilent MassHunter 环境定量分析软件中的调谐评估程序，根据这些标准评估系统性能，如图 2 所示。结果表明，所有 DFTPP 调谐质量比均在标准范围内。五氯苯酚和联苯胺的拖尾因子低于 2。此外，4,4'-DDT 的分解也非常少。



图 2. DFTPP 调谐评估报告

样品前处理

2000 µg/mL SVOCs 储备液标样来自安捷伦（货号 US201-1）。使用二氯甲烷稀释储备液和工作标样，配制初始校准曲线标样。配制以下 14 个浓度的校准标样：0.01、0.025、0.05、0.1、0.25、0.5、1、2.5、5、10、20、50、100 和 150 µg/mL。标准校准曲线覆盖的浓度范围为 0.2–150 µg/mL，而高灵敏度曲线覆盖的浓度范围为 0.01–10 µg/mL。2000 µg/mL 内标 (ISTD) 溶液也来自安捷伦（货号 ISM-560-1）。该溶液包含六种内标：1,4-二氯苯酚-d4、萘-d10、屈-d12、萘-d8、菲-d10 和花-d12。稀释该 ISTD 溶液并以 4 µg/mL 的浓度添加到校准样品瓶中。

设置分流比和检测器增益的工作流程

首先必须优化的参数之一是分流比。分流比设置过低可能导致峰形不佳，对于早洗脱分析物尤其如此。分流比低还可能导致关键分析物对的分离度较差。检查苯并[b]荧蒽和苯并[k]荧蒽峰分离度，帮助确定适当的分流比。分流比设置过高可能导致灵敏度降低，并且会浪费载气。保持进样口总流速高于 20 mL/min、色谱柱压力高于 10 psi 也是一个不错的建议。这些指南具有一定的灵活性，但如果色谱柱压力设置过低，则会使分析物歧视加剧，并导致重复进样的精密度降低。对于初始数据集，选择初始分流比 25:1。

确定分流比后，分析最高浓度标样 (150 µg/mL)，验证所有峰是否充分分离，并确认 MS 检测器未饱和。将本次测试采集的数据文件加载到 MassHunter 定性分析软件中。然后从数据文件中提取基峰色谱图 (BPC)。通过 BPC 分析来确定 MS 检测

器的初始增益设置。为了获得理想线性，最大峰高的响应值应不超过 500 万，理想情况下应低于 200 万。本研究将增益设置调整为 0.4，得到最高峰（邻苯二甲酸二正丁酯）的峰高响应值约为 170 万。该调整值很容易确定，因为检测器响应与增益设置线性相关。这一步的目的是确保最高浓度标样中的最高响应峰接近检测器响应线性区域的顶端，但不超出该范围。如果增益设置过高，则存在 MS 检测器饱和的风险，这将导致校准曲线顶端不呈线性。该程序有助于实现更宽的动态范围，而不会使检测器过载。

建立并验证了标样校准后，下一步是提高分析的灵敏度，并创建能够在更低浓度下检测分析物的优化校准。如前所述，设置动态范围时需要首先优化的两个参数是分流比和检测器增益设置。同样，首先调整分流比。由于我们的目标是提高灵敏度，因此降低了分流比。尽管在分流比低至 5:1 的情况下可成功完成实验，但本研究选择的分流比为 10:1，因为在遵循“保持通过进样口的总流速不低于 20 mL/min”这一一般准则的情况下，这是最低分流比。确定分流比后，再次使用高灵敏度校准的最高浓度标样 (10 µg/mL) 进行测试进样。从该数据文件中提取 BPC，并用于为新方法设置新的增益参数，即 0.8。使用新的分流比和检测器增益设置，创建了新的灵敏度方法并运行了校准，相关结果见本应用简报的数据部分。

改善高灵敏度分析的其他考虑因素

本应用简报通过一些初步步骤展示了 5977C MSD 可作为修改基线方法的工具以提高分析灵敏度。对于许多分析物，该系统能够将检测浓度降至更低水平，但某些分析物具有活性或在气相色谱进样口中不稳定，又或者在极低浓度下会遇到其他问题，对这些分析物的分析会存在一些限制。在 GC/MS 系统中，如果低浓度的分析物始终被气相色谱进样口捕获，那么分析人员将无法通过 MS 检测器分析这些化合物。8270E 方法^[1]的第 1.4.7 节列出了几种此类分析物，请注意，它们可能会出现不稳定的色谱行为。可以知道的是，这些难以分析的分析物在更低的浓度下将更难分析。

此外，此处提供的数据是在 GC/MS 扫描模式下采集的，与过去在低水平和高水平下进行 SVOC 分析一样，这样做是为了进行比较。选择离子监测 (SIM) 模式是一种强大的工具，可用于高灵敏度地检测具体的化合物。SIM 模式不适用于未知物分析，但它可以在色谱峰上采集更多的点。如果事先知晓分析物，则在 SIM 模式下可以获得明显更高的灵敏度。

如果需要更高的灵敏度，另一种可用的技术是在多反应监测 (MRM) 模式下使用三重四极杆质谱仪，如 Agilent 7000E 三重四极杆气质联用系统。通过降低噪音，MRM 模式大大提高了灵敏度，超过了标准 MSD 所能达到的灵敏度，并且它在半挥发性化合物分析中的应用非常成功^[5,7]。

在优化方法以降低检出限时，还会遇到其他挑战。之前不显著的痕量污染和低浓度干扰物质可能会给高灵敏度分析带来问题。以下是需要考虑的几项关键指导原则：

1. 使用键盘内置的 Agilent 8890 气相色谱自动维护程序冷却加热区，大幅减少维护期间的流路损坏
2. 确保 MS 系统无泄漏。GC/MS 接头处的微小泄漏可能会使少量氧气进入气相色谱柱。这些泄漏会使色谱柱流失增加，对低浓度分析工作的影响尤其大
3. 保持标准品、样品前处理和萃取区域洁净，并在处理任何样品或标准品时使用新的手套
4. 样品和标准品前处理仅使用高纯度溶剂，并将这些溶剂储存在单独的区域
5. 在接触任何气相色谱消耗品（衬管、分流平板、隔垫等）时使用手套和/或镊子
6. 在样品分析之前，通过足够的空白进样和定量限 (LOQ) 水平 QC 进样来验证仪器的洁净度
7. 使用充足的溶剂进行清洗，并确保经常清空和补充溶剂。如果不进行维护，这将是气相色谱系统中常出现低浓度污染的区域。如果在 7693 自动进样器上启用样品叠加功能，则将在上一个样品运行时进行清洗，因此额外的清洗不会延长分析运行时间

清洗和抽吸：

	进样前	进样后	体积 (μL)	
溶剂 A 清洗次数：	2	10	最大值 (8)	▼
溶剂 B 清洗次数：	2	10	最大值 (8)	▼
样品清洗次数：	1		2	▼
样品抽吸次数：	3			

图 3. 气相色谱驱动程序中的进样针清洗设置

结果与讨论

初始校准

初始校准包括 76 种分析物。在规定的条件下，3-甲基苯酚和 4-甲基苯酚异构体共流出。这两种化合物的报告结果为二者总和。通过在系统中依次进样 0.2–150 μg/mL 范围内 11 个浓度的校准标样以实现校准。对于 76 种分析物中的 5 种，去掉校准曲线工作范围低浓度端的一个校准点，以满足方法标准。所有校准化合物至少包括 9 个校准浓度。

在 MassHunter 定量分析软件中，通过计算所包含的所有校准点处各分析物的平均响应因子 (RF) 相对标准偏差 (RSD) 以评估线性。根据 8270E 方法第 11.7.5 节，如果 $RSD \leq 20\%$ ，则假定响应因子为常数。结果表明，97% 的分析物（76 种校准化合物中的 74 种）符合平均响应因子曲线拟合标准，平均 RF RSD < 20%。其余两种分析物（2,4-二硝基苯酚和 4,6-二硝基-2-甲基苯酚）通过二次曲线拟合成功实现了校准。由于 8270E 列表中的许多分析物在气相色谱进样口中具有活性或存在其他色谱挑战，难以用平均响应因子标准进行校准，因此可根据 8270E 指南选择另一种校准标准。当使用其他曲线拟合时，相关系数 (R^2) 应大于 0.99。这两种化合物的 R^2 值分别为 0.9997 和 0.9992。计算每种分析物的相对标准误差，发现每条校准曲线的相对标准误差小于 20%。所有分析物的平均相对标准误差为 9.09%。

高灵敏度校准

高灵敏度校准涵盖相同的 76 种分析物。该校准包括多达 10 个校准点，浓度范围为 0.01–10 μg/mL。对于某些分析物，从曲线低浓度端去除最多 3 个校准点和/或从曲线高浓度端去除最多 1 个校准点以满足方法标准。所有校准曲线至少包括 7 个校准点。同样，97% 的分析物（76 种校准化合物中的 74 种）符合标准，平均 RF RSD < 20%。其余两种分析物（2,4-二硝基苯酚和 4,6-二硝基-2-甲基苯酚）通过二次曲线拟合实现了校准。这两种化合物的 R^2 值分别为 0.9991 和 0.9992。计算每种分析物的相对标准误差，发现每条校准曲线的相对标准误差小于 20%。所有分析物的平均相对标准误差为 8.66%。

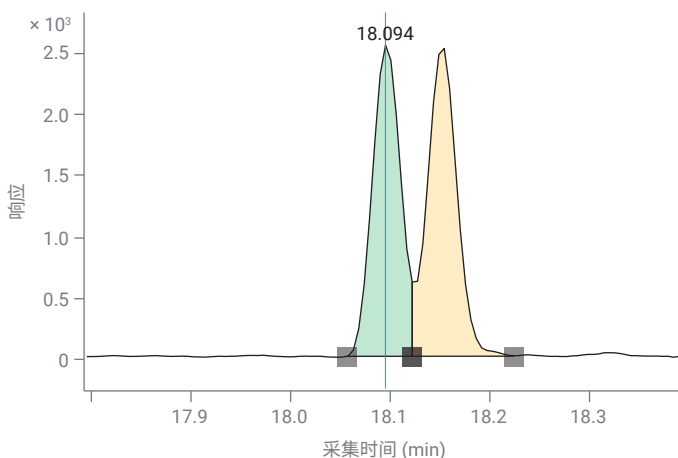


图 4. 0.05 μg/mL 的苯并[b]荧蒹和苯并[k]荧蒹，显示了关键物质对的分离

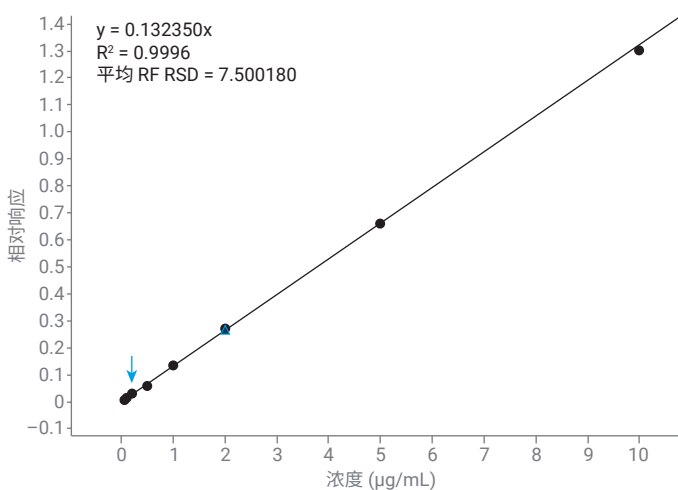


图 5. NDMA 0.05–10 μg/mL 的校准曲线

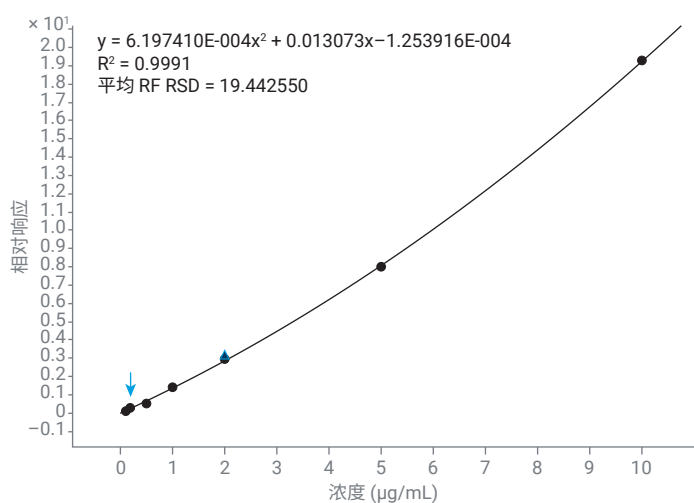


图 6. 2,4-二硝基苯酚 0.1–10 $\mu\text{g/mL}$ 的二次拟合校准曲线

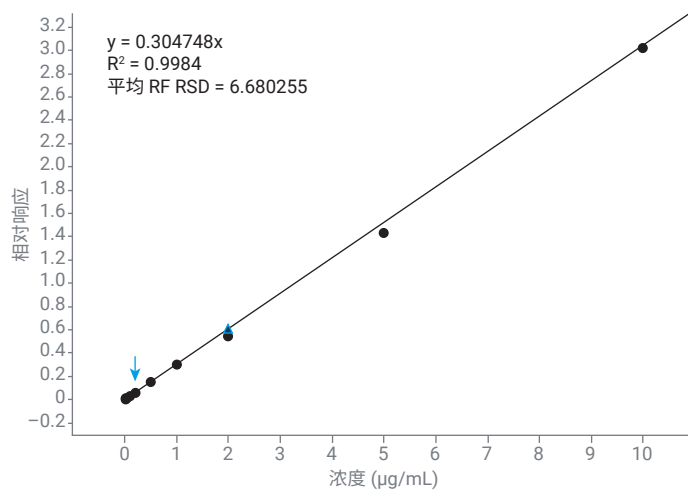


图 7. 蒾 0.01–10 $\mu\text{g/mL}$ 的校准曲线

对于初始校准和高灵敏度校准，所有校准点的准确度经计算均在校准曲线低浓度点理论值的 $\pm 35\%$ 范围内，而其他校准点则都在 $\pm 30\%$ 范围内。

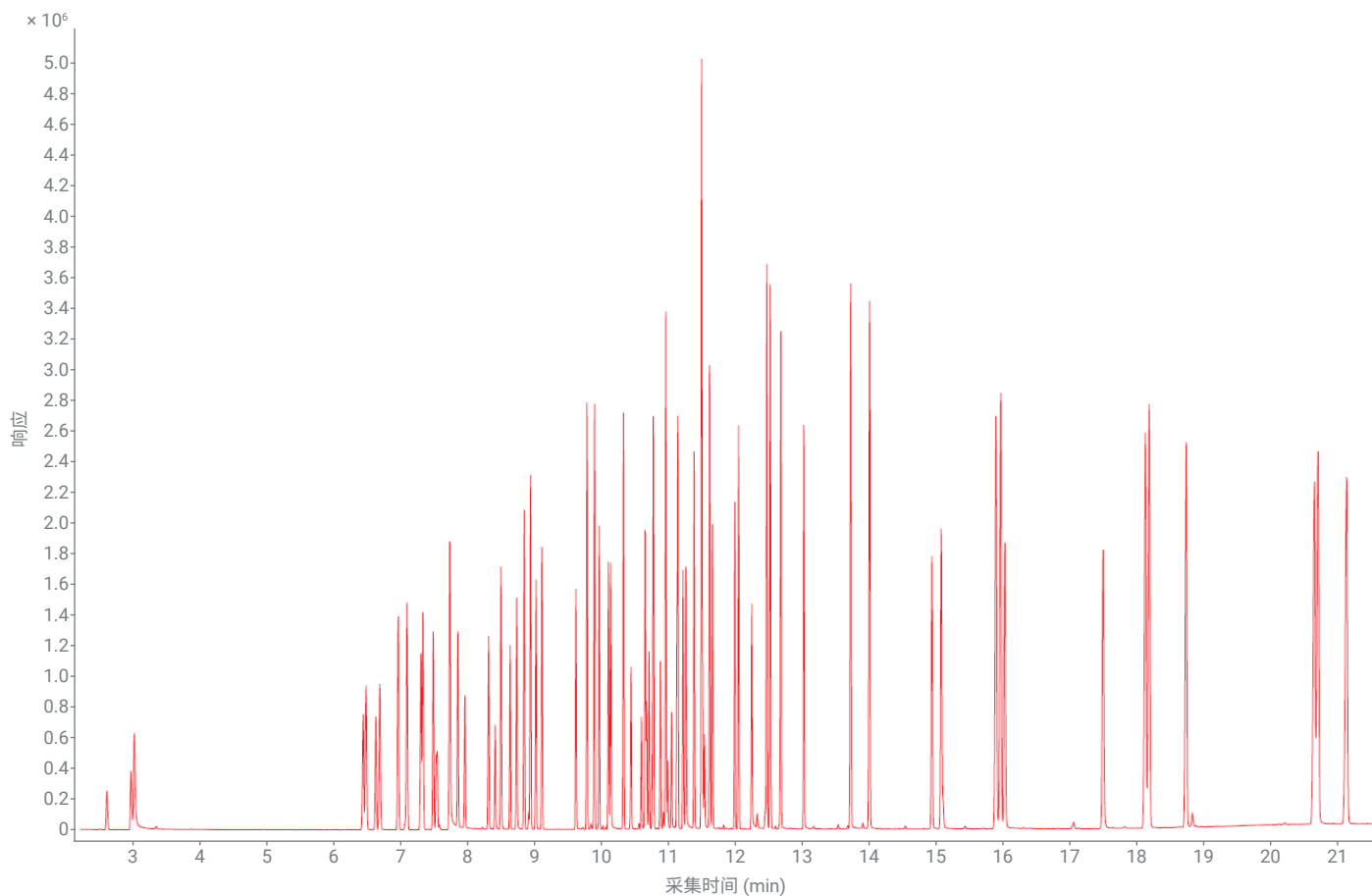


图 8. 扫描模式下的总离子流色谱图，显示了 22 min 内的分离情况

表 2. 分析物曲线拟合、%RSE 和校准范围（下页续）

化合物	保留时间 (min)	初始校准曲线				优化校准曲线			
		曲线拟合	%RSE	R ² (如果为二次拟合)	校准范围	曲线拟合	%RSE	R ² (如果为二次拟合)	校准范围
N-亚硝基二甲胺	2.99	平均 RF	9.28		0.5–150 µg/mL	平均 RF	7.50		0.05–10 µg/mL
吡啶	3.04	平均 RF	13.24		0.5–150 µg/mL	平均 RF	16.43		0.1–10 µg/mL
苯酚	6.44	平均 RF	7.38		0.2–150 µg/mL	平均 RF	9.97		0.01–10 µg/mL
苯胺	6.49	平均 RF	5.64		0.2–150 µg/mL	平均 RF	5.45		0.01–10 µg/mL
双(2-氯乙基)醚	6.64	平均 RF	6.05		0.2–150 µg/mL	平均 RF	6.89		0.01–10 µg/mL
2-氯酚	6.70	平均 RF	5.95		0.2–150 µg/mL	平均 RF	6.20		0.01–10 µg/mL
1,3-二氯苯	6.97	平均 RF	7.67		0.2–150 µg/mL	平均 RF	7.30		0.01–10 µg/mL
1,4-二氯苯	7.10	平均 RF	7.27		0.2–150 µg/mL	平均 RF	6.48		0.01–10 µg/mL
苯甲醇	7.31	平均 RF	8.84		0.2–150 µg/mL	平均 RF	9.29		0.02–10 µg/mL
1,2-二氯苯	7.34	平均 RF	7.63		0.2–150 µg/mL	平均 RF	8.64		0.01–10 µg/mL
2-甲基苯酚	7.49	平均 RF	4.73		0.2–150 µg/mL	平均 RF	3.20		0.05–10 µg/mL
2,2'-氧代双(1-氯丙烷)	7.55	平均 RF	7.23		0.2–150 µg/mL	平均 RF	10.44		0.01–10 µg/mL
N-亚硝基二正丙胺	7.74	平均 RF	8.85		0.2–150 µg/mL	平均 RF	3.15		0.05–10 µg/mL
3/4-甲基苯酚	7.74	平均 RF	6.00		0.2–150 µg/mL	平均 RF	6.47		0.01–10 µg/mL
六氯乙烷	7.86	平均 RF	5.59		0.2–150 µg/mL	平均 RF	11.60		0.01–10 µg/mL
硝基苯	7.96	平均 RF	4.73		0.2–150 µg/mL	平均 RF	2.12		0.05–10 µg/mL
异佛尔酮	8.32	平均 RF	6.42		0.2–150 µg/mL	平均 RF	7.64		0.02–10 µg/mL
2-硝基苯酚	8.42	平均 RF	12.45		0.2–150 µg/mL	平均 RF	8.77		0.05–10 µg/mL
2,4-二甲苯酚	8.50	平均 RF	5.69		0.2–150 µg/mL	平均 RF	4.92		0.01–10 µg/mL
双(2-氯乙氧基)甲烷	8.64	平均 RF	6.11		0.2–150 µg/mL	平均 RF	5.39		0.01–10 µg/mL
2,4-二氯苯酚	8.74	平均 RF	8.66		0.2–150 µg/mL	平均 RF	7.22		0.01–10 µg/mL
1,2,4-三氯苯	8.85	平均 RF	7.20		0.2–150 µg/mL	平均 RF	7.02		0.01–10 µg/mL
萘	8.94	平均 RF	9.87		0.2–150 µg/mL	平均 RF	6.77		0.01–10 µg/mL
4-氯苯胺	9.03	平均 RF	6.66		0.2–150 µg/mL	平均 RF	3.42		0.02–10 µg/mL
六氯丁二烯	9.11	平均 RF	6.39		0.2–150 µg/mL	平均 RF	11.18		0.01–10 µg/mL
4-氯-3-甲基苯酚	9.62	平均 RF	6.00		0.2–150 µg/mL	平均 RF	7.26		0.01–10 µg/mL
2-甲基萘	9.79	平均 RF	9.12		0.2–150 µg/mL	平均 RF	5.05		0.01–10 µg/mL
1-甲基萘	9.90	平均 RF	9.30		0.2–150 µg/mL	平均 RF	5.36		0.01–10 µg/mL
六氯环戊二烯	9.97	平均 RF	5.67		0.2–150 µg/mL	平均 RF	5.46		0.01–10 µg/mL
2,4,6-三氯苯酚	10.11	平均 RF	8.07		0.2–150 µg/mL	平均 RF	11.61		0.01–10 µg/mL
2,4,5-三氯苯酚	10.14	平均 RF	7.28		0.2–150 µg/mL	平均 RF	12.51		0.02–10 µg/mL
2-氯萘	10.33	平均 RF	8.81		0.2–150 µg/mL	平均 RF	5.19		0.02–10 µg/mL
2-硝基苯胺	10.45	平均 RF	6.20		0.2–150 µg/mL	平均 RF	14.39		0.05–10 µg/mL
1,4-二硝基苯	10.60	平均 RF	13.96		0.5–150 µg/mL	平均 RF	12.08		0.02–10 µg/mL
邻苯二甲酸二甲酯	10.65	平均 RF	7.08		0.2–150 µg/mL	平均 RF	5.61		0.01–10 µg/mL
1,3-二硝基苯	10.68	平均 RF	12.08		0.2–150 µg/mL	平均 RF	11.64		0.1–10 µg/mL
2,6-二硝基甲苯	10.71	平均 RF	17.16		0.2–150 µg/mL	平均 RF	9.50		0.05–5 µg/mL
1,2-二硝基苯	10.76	平均 RF	13.09		0.2–150 µg/mL	平均 RF	17.02		0.02–10 µg/mL

表 2. 分析物曲线拟合、%RSE 和校准范围（续）

化合物	保留时间 (min)	初始校准曲线				优化校准曲线			
		曲线拟合	%RSE	R ² (如果为二次拟合)	校准范围	曲线拟合	%RSE	R ² (如果为二次拟合)	校准范围
萘烯	10.78	平均 RF	9.82		0.2–150 µg/mL	平均 RF	2.98		0.01–10 µg/mL
3-硝基苯胺	10.88	平均 RF	14.47		0.2–150 µg/mL	平均 RF	12.14		0.02–10 µg/mL
萘	10.96	平均 RF	10.03		0.2–150 µg/mL	平均 RF	5.99		0.01–10 µg/mL
2,4-二硝基苯酚	10.99	二次拟合	7.81	0.9997	0.5–150 µg/mL	二次拟合	11.21	0.9991	0.1–10 µg/mL
4-硝基苯酚	11.04	平均 RF	16.02		0.2–150 µg/mL	平均 RF	12.91		0.05–10 µg/mL
2,4-二硝基甲苯	11.13	平均 RF	18.18		0.2–150 µg/mL	平均 RF	10.95		0.02–5 µg/mL
二苯并呋喃	11.14	平均 RF	9.48		0.2–150 µg/mL	平均 RF	4.65		0.01–10 µg/mL
2,3,5,6-四氯苯酚	11.22	平均 RF	11.01		0.2–150 µg/mL	平均 RF	13.63		0.02–10 µg/mL
2,3,4,6-四氯苯酚	11.26	平均 RF	10.14		0.2–150 µg/mL	平均 RF	11.53		0.02–10 µg/mL
邻苯二甲酸二乙酯	11.38	平均 RF	11.34		0.2–150 µg/mL	平均 RF	11.82		0.05–10 µg/mL
芴	11.49	平均 RF	11.34		0.2–150 µg/mL	平均 RF	7.43		0.01–10 µg/mL
4-氯二苯醚	11.50	平均 RF	7.78		0.2–150 µg/mL	平均 RF	12.46		0.01–10 µg/mL
4-硝基苯胺	11.51	平均 RF	9.78		0.2–150 µg/mL	平均 RF	14.04		0.02–10 µg/mL
4,6-二硝基-2-甲基苯酚	11.54	二次拟合	16.47	0.9992	0.5–150 µg/mL	二次拟合	13.36	0.9992	0.05–10 µg/mL
二苯胺	11.62	平均 RF	10.64		0.2–150 µg/mL	平均 RF	9.69		0.05–10 µg/mL
偶氮苯	11.66	平均 RF	8.58		0.2–150 µg/mL	平均 RF	13.95		0.01–10 µg/mL
4-溴联苯醚	12.00	平均 RF	5.56		0.2–150 µg/mL	平均 RF	7.92		0.01–10 µg/mL
六氯苯	12.05	平均 RF	7.91		0.2–150 µg/mL	平均 RF	5.14		0.02–10 µg/mL
五氯苯酚	12.25	平均 RF	15.66		0.2–150 µg/mL	平均 RF	11.20		0.02–10 µg/mL
菲	12.47	平均 RF	7.95		0.2–150 µg/mL	平均 RF	4.22		0.02–10 µg/mL
蒽	12.52	平均 RF	7.15		0.2–150 µg/mL	平均 RF	4.19		0.01–10 µg/mL
咔唑	12.68	平均 RF	8.57		0.2–150 µg/mL	平均 RF	5.21		0.01–10 µg/mL
邻苯二甲酸二正丁酯	13.02	平均 RF	7.61		0.2–150 µg/mL	平均 RF	9.13		0.02–10 µg/mL
荧蒽	13.72	平均 RF	6.29		0.2–150 µg/mL	平均 RF	5.70		0.01–10 µg/mL
苝	14.00	平均 RF	7.80		0.2–150 µg/mL	平均 RF	7.30		0.01–10 µg/mL
邻苯二甲酸丁苄酯	14.93	平均 RF	15.86		0.2–150 µg/mL	平均 RF	13.38		0.01–10 µg/mL
双(2-乙基己基)己二酸	15.07	平均 RF	18.31		0.2–150 µg/mL	平均 RF	10.74		0.02–5 µg/mL
苯并[a]蒽	15.89	平均 RF	7.39		0.2–150 µg/mL	平均 RF	6.09		0.05–10 µg/mL
蒎	15.96	平均 RF	6.76		0.2–150 µg/mL	平均 RF	6.68		0.01–10 µg/mL
双(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯	16.02	平均 RF	14.87		0.2–150 µg/mL	平均 RF	14.18		0.02–10 µg/mL
邻苯二甲酸二正辛酯	17.48	平均 RF	18.98		0.2–150 µg/mL	平均 RF	8.27		0.01–5 µg/mL
苯并[b]荧蒽	18.12	平均 RF	5.28		0.2–150 µg/mL	平均 RF	6.86		0.01–10 µg/mL
苯并[k]荧蒽	18.17	平均 RF	5.77		0.2–150 µg/mL	平均 RF	8.92		0.01–10 µg/mL
苯并[a]苝	18.73	平均 RF	5.11		0.2–150 µg/mL	平均 RF	11.56		0.01–10 µg/mL
茚并[1,2,3-cd]苝	20.64	平均 RF	4.52		0.2–150 µg/mL	平均 RF	8.24		0.01–10 µg/mL
二苯并[a,h]蒽	20.69	平均 RF	6.63		0.2–150 µg/mL	平均 RF	8.77		0.01–10 µg/mL
苯并[ghi]苝	21.12	平均 RF	5.87		0.2–150 µg/mL	平均 RF	11.16		0.01–10 µg/mL

结论

对 Agilent 8890/5977C GC/MSD 系统进行配置和校准以分析 SVOCs，校准曲线的浓度范围为 0.2–150 µg/mL。5977C MSD 能够超越传统的性能水平，并配置用于高灵敏度分析。本文介绍了转换 GC/MS 方法以提高灵敏度的工作流程和指南，证明了这一点。通过这些操作，创建了浓度范围为 0.01–10 µg/mL 的高灵敏度校准曲线。对两种方法进行了测试，结果表明两者的性能都优于 US EPA 方法 8270E 中所述的方法校准标准。

本文讨论了几种关键技术，有助于您在将方法转换为高灵敏度分析时获得成功：

1. 保留时间锁定可提供出色的保留时间重现性，无需在维护后手动调整保留时间，从而节省了时间，并提高了多台仪器和多个实验室之间数据的可比较性
2. 与标准分流进样相比，脉冲分流进样提高了灵敏度，可用于宽动态范围分析
3. 如前所述，考虑进样口总流速和进样口的最小压力设置，设置分流流速
4. 在基峰色谱图 (BPC) 中，最高响应分析物的响应高度不超过 200–500 万
5. 调整进样口分流流速，然后调整 MS 检测器的增益设置，修改动态范围
6. 按照上文工作流程部分所列的指南，提高高灵敏度分析的性能

参考文献

1. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270E United States Environmental Protection Agency, Revision 4, June **2018**
2. Ciotti, R. 利用 8890 GC 与 5977 系列 MSD 联用系统的脉冲分流进样和保留时间锁定实施 EPA 8270E 方法，*安捷伦科技公司应用简报*，出版号 5994-1500ZHCN，**2020**
3. Anderson, K. A. et al. Modified Ion Source Triple Quadrupole Mass Spectrometer Gas Chromatograph for Poly Cyclic Aromatic Hydrocarbon Analysis. *J. Chromatog. A* **2015**, 1419, 89–98. Doi:10.1016/j.chroma.2015.09.054
4. Walker, D. 使用 5977A 系列 GC/MSD 依据 EPA 8270 方法分析半挥发性有机化合物，*安捷伦科技公司应用简报*，出版号 5991-2153CHCN，**2013**
5. Churley, M. 等. 采用 5977 Inert Plus GC/MSD 重新优化 EPA 8270 方法实现更宽的校准范围，*安捷伦科技公司应用简报*，出版号 5994-0350ZHCN，**2018**
6. Prest, H. et al. A Quick Start to Optimizing Detector Gain for GC/MSD (优化 GC/MSD 检测器增益的快速入门指南)，*安捷伦科技公司*，出版号 5991-2105EN，**2013**
7. Fausett, E. 等. 使用 Agilent 7000E 三重四极杆 GC/MS 分析 US EPA 8270E 方法当中的半挥发性有机化合物，*安捷伦科技公司应用简报*，出版号 5994-4964ZHCN，**2022**

免责声明

尽管参考 EPA 文件进行数据审查，但本出版物的内容未经 EPA 审查，作者的意见并不代表 EPA 政策。

表 3. 安捷伦消耗品列表

消耗品	货号
样品容器	
样品瓶，螺口，棕色，去活，2 mL，100/包	5183-2072
瓶盖，螺口，PTFE/硅橡胶隔垫，100/包	5040-4681
样品瓶内插管，250 µL，去活，100/包	5181-8872
仪器备件	
进样针，蓝色系列，10 µL，固定式针头，23-26s/42/锥形针尖，6/包	G4513-80200
进样口隔垫，高级绿色，不粘连，11 mm，50/包	5183-4759
进样口衬管，超高惰性，分流，低压降，带玻璃毛	5190-2295
气相色谱进样口分流平板，带垫圈，超高惰性，10/包	5190-6145
提取透镜，9 mm	G3870-20449
分离	
J&W DB-8270D 超高惰性气相色谱柱，30 m × 0.25 mm, 0.25 µm	122-9732

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

DE12881763

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 9 月 13 日，中国出版
5994-6338ZHCN