

Análise de compostos orgânicos semivoláteis usando hidrogênio como gás de arraste e fonte Agilent HydroInert por cromatografia gasosa/espectrometria de massas

Autora

Angela Smith Henry, PhD
Agilent Technologies, Inc.

Resumo

Cromatografia gasosa/espectrometria de massas (GC/MS) é parte integrante da análise de compostos orgânicos semivoláteis (SVOCs) em matrizes ambientais. A recente pressão no fornecimento de hélio (He) exigiu que as organizações investigassem ativamente o uso do hidrogênio (H₂) como gás de arraste, porém a maioria das análises por cromatografia gasosa/espectrometria de massas apresenta redução da sensibilidade e hidrogenação ou decloração na fonte. A fonte Agilent HydroInert mantém a capacidade de análise em uma ampla faixa de calibração (0,1 a 100 µg/mL) e atende aos critérios de calibração do método 8270 da Agência de Proteção Ambiental (EPA) dos EUA ao usar gás de arraste H₂.

Introdução

A cromatografia gasosa/espectrometria de massas é considerada a técnica analítica de preferência para a análise de SVOCs. As autoridades regulatórias governamentais estabeleceram critérios de desempenho e métodos para a medição de SVOCs identificados como poluentes em diversas matrizes ambientais e industriais. Por exemplo, o método EPA 8270 dos EUA (versões 8270D e 8270E) contém uma lista de mais de 200 compostos adequados para análise por cromatografia gasosa/espectrometria de massas em extratos de resíduo sólido, solo, ar e água.^{1,2} O método 8270 contém SVOCs em vários tipos de classes de analitos de ácidos, bases, compostos neutros e hidrocarbonetos poliaromáticos (PAHs); este método também possui especificações detalhadas e requisitos para a análise quantitativa de SVOCs.

A disponibilidade do gás hélio (He) tem sido uma preocupação há muitos anos, mas o interesse na transição para gases de arraste alternativos, como o hidrogênio (H₂), aumentou significativamente nos últimos anos. No entanto, os sistemas de MS existentes sofrem com problemas de hidrogenação de alguns grupos funcionais, como compostos nitro, ou de cloração de compostos fortemente clorados; esses problemas alteram os espectros de massas dos picos no cromatograma de íons totais (TIC) e levam a possíveis erros de identificação de compostos. Uma fonte de extração recém-projetada para o GC/MSD Agilent 5977B Inert Plus aborda esses problemas relacionados ao H₂ e ajuda a aprimorar o desempenho ao usar H₂ como gás de arraste em cromatografia gasosa/espectrometria de massas. A fonte HydroInert com gás de arraste H₂ retém a fidelidade espectral de massas e permite que os usuários continuem usando as bibliotecas espectrais de massas existentes e os métodos quantitativos que utilizam He.

Esta nota de aplicação demonstra a capacidade da fonte HydroInert em viabilizar o uso de gás de arraste H₂, retendo grupos funcionais críticos, como grupos nitro e halogênios. Manter a fidelidade espectral de massas é um avanço para o uso de gás de arraste H₂ com sistemas de GC/MS, especialmente para análises ambientais como o método EPA 8270. Além disso, foi desenvolvido um método para EPA 8270 que mantém uma sensibilidade próxima à de uma análise com gás de arraste He, o que permite que a maioria dos compostos seja calibrada entre 0,1 e 100 µg/mL com menos de 20% dos compostos exigindo ajuste linear da curva.

Parte experimental

Um conjunto de padrões de estoque contendo 119 compostos alvo e surrogates foi selecionado para fornecer uma mistura representativa de ácidos, bases e compostos neutros, bem como compreendendo várias classes de compostos, de nitrofenóis a PAHs. Os nove padrões de estoque com analitos alvo estavam em concentrações de 2.000 µg/mL; os part numbers para esses padrões de estoque são os seguintes: SVM-160, SVM-121, SVM-122, SVM-123, SVM-124, SVM-125, SVM-126-1, SVM-127 e US-211. A piridina foi diluída de um padrão puro para 1.000 µg/mL como padrão de trabalho. O padrão surrogate (part number ISM-332) continha seis compostos a 2.000 µg/mL, indicados na Tabela 1. Uma mistura padrão interna de seis PAHs deuterados (part number ISM-560) foi usada para recuperação e calibração. Os padrões de estoque foram combinados e diluídos em diclorometano para produzir um padrão de trabalho de 200 µg/mL. O padrão de trabalho foi então diluído para formar as seguintes concentrações nominais para os alvos e surrogates para padrões de calibração: 0,1, 0,2, 0,5, 0,8, 1, 2, 5, 10, 20, 35, 50, 75, e 100 µg/mL. Padrões internos foram adicionados a cada padrão de calibração em um nível de concentração de 40 µg/mL. A Tabela 1 lista os compostos que foram usados no estudo. Os números dos compostos na Tabela 1 foram atribuídos com base na ordem de retenção dos compostos alvo e surrogates, e os padrões internos foram listados no fim da tabela fora da ordem de retenção.

O padrão de tune (part number GCM-150) contendo uma mistura de benzidina, pentaclorofenol, 4,4'-diclorodifeniltricloroetano (4,4'-DDT) e decafluorotrietilfosfina (DFTPP) foi diluída para 25 µg/mL e utilizada para obter as configurações de calibração e de tuning do MS.

Uma mistura composta de solos extraídos com diclorometano foi preparada para análise segundo o método EPA 8270. A mistura utilizada foi de um resíduo de matriz representativo que é normalmente encontrado no laboratório e foi adquirido da Pace Analytical (Mt. Juliet, TN).

Tabela 1. Compostos alvo, surrogates e padrões internos.

Nº	Composto	Nº	Composto	Nº	Composto
1	N-nitrosodimetilamina	43	4-Cloro-3-metilfenol	85	Pentaclorofenol
2	Piridina	44	2-Metilnaftaleno	86	Pentacloronitrobenzeno
3	2-Picolina	45	Hexaclorociclopentadieno	87	Propizamida
4	N-nitroso-N-metiletilamina	46	1,2,4,5-Tetraclorobenzeno	88	Dinoseb
5	Metanossulfonato de metila	47	2,4,6-Triclorofenol	89	Disulfotom
6	2-fluorofenol	48	2,4,5-Triclorofenol	90	Fenantreno
7	N-Nitrosodietilamina	49	2-Fluorobifenil (substituto)	91	Antraceno
8	Metanossulfonato de etila	50	2-Cloronaftaleno	92	Parationa metílica
9	Fenol-d ₆ (substituto)	51	1-Cloronaftaleno	93	Dibutilftalato
10	Fenol	52	2-Nitroanilina	94	Paration
11	Anilina	53	Dimetilftalato	95	4-Nitroquinolina-1-óxido
12	Bis(2-cloroetil)éter	54	2,6-Dinitrotolueno	96	Fluoranteno
13	2-Clorofenol	55	Acenaftileno	97	Benzidina
14	1,3-Diclorobenzeno	56	<i>m</i> -Nitroanilina	98	Pireno
15	1,4-Diclorobenzeno	57	Acenafteno	99	Aramite
16	Álcool benzílico	58	2,4-Dinitrofenol	100	<i>p</i> -Terfenil-d ₁₄ (surrogate)
17	1,2-Diclorobenzeno	59	4-Nitrofenol	101	Aramite II
18	2-Metilfenol (<i>o</i> -cresol)	60	Pentaclorobenzeno	102	<i>p</i> -(Dimetilamino)azobenzeno
19	Bis(2-cloro-1-metiletil)éter	61	2,4-Dinitrotolueno	103	Clorbenzilato
20	1-Nitrosopirrolidina	62	Dibenzofurano	104	3,3'-Dimetilbenzidina
21	<i>p</i> -Cresol	63	1-Naftalenamina	105	Benzil butil ftalato
22	N-Nitrosodi- <i>n</i> -propilamina	64	2,3,4,6-Tetraclorofenol	106	3,3'-diclorobenzidina
23	Acetofenona	65	2-Naftalenamina	107	Benzo[<i>a</i>]antraceno
24	4-Nitrosomorfolina	66	Ftalato de dietila	108	Criseno
25	<i>o</i> -Toluidina	67	Tionazina	109	Bis(2-etilhexil)ftalato
26	Hexacloroetano	68	Fluoreno	110	Di- <i>n</i> -octil ftalato
27	Nitrobenzeno-d ₅ (substituto)	69	4-Clorofenil-fenil éter	111	7,12-Dimetilbenzo[<i>a</i>]antraceno
28	Nitrobenzeno	70	5-Nitro- <i>o</i> -toluidina	112	Benzo[<i>b</i>]fluoranteno
29	N-Nitrosopiperidina	71	4-Nitroanilina	113	Benzo[<i>k</i>]fluoranteno
30	Isoforona	72	2-Metil, 4,6-dinitrofenol	114	Benzo[<i>a</i>]pireno
31	2-Nitrofenol	73	Difenilamina	115	3-Metilcolantreno
32	2,4-Dimetilfenol	74	Azobenzeno	116	Dibenzo[<i>a</i> , <i>j</i>]acridina
33	Ácido benzoico	75	2,4,6-Tribromofenol	117	Indeno(1,2,3- <i>cd</i>)pireno
34	Bis(2-cloroetoxi)metano	76	Sulfotep	118	Dibenzo[<i>a</i> , <i>h</i>]antraceno
35	2,4-Diclorofenol	77	Dialato I	119	Benzo[<i>ghi</i>]perileno
36	1,2,4-Triclorobenzeno	78	Dialato II	120	1,4-Diclorobenzeno-d ₄ (padrão interno)
37	Naftaleno	79	Forato	121	Naftaleno-d ₈ (padrão interno)
38	<i>a,a</i> -Dimetilfenetilamina	80	Fenacetina	122	Acenaftaleno-d ₁₀ (padrão interno)
39	<i>p</i> -Cloroanilina	81	4-Bromofenil-fenil éter	123	Fenantreno-d ₁₀ (padrão interno)
40	2,6-Diclorofenol	82	Hexaclorobenzeno	124	Criseno-d ₁₂ (padrão interno)
41	Hexaclorobutadieno	83	Dimetoato	125	Perileno-d ₁₂ (padrão interno)
42	N-nitrosodibutilamina	84	4-Aminobifenil		

Métodos instrumentais

O sistema de GC Agilent 8890 foi configurado com uma coluna Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert (part number 121-5523UI), acoplado a um sistema de MS Agilent 5977B Inert Plus e com uma fonte Agilent HydroInert. A Tabela 2 resume a instrumentação e os consumíveis do GC/MS utilizados nesse estudo. Os parâmetros do método de GC e MSD (Tabela 3) foram otimizados para fornecer um método de 12 minutos, mantendo a resolução necessária para pares de isômeros e seguindo as diretrizes do método EPA 8270 para os parâmetros de método, como faixa de scan e taxa de varredura.

Instrumentação

Tabela 2. Instrumentação e consumíveis do GC e MSD.

Parâmetro	Valor
GC	Sistema de GC Agilent 8890
MS	GC/MSD Agilent 5977B Inert Plus
Fonte	Fonte Agilent HydroInert com lente de extração HydroInert de 9 mm
Seringa	Seringa de amostrador automático Agilent Blue Line, 10 µL, êmbolo com ponteira de PTFE (part number G4513-80203)
Coluna	Agilent DB-5ms Ultra Inert, 20 m × 0,18 mm, 0,36 µm (part number 121-5523UI)
Liner do injetor	Liner do injetor Ultra Inert Agilent, split, queda de pressão baixa, lâ de vidro (part number 5190-2295)

Condições do instrumento

Tabela 3. Condições do instrumento de GC e MSD.

Parâmetro	Valor
Volume de injeção	1 µL
Injetor	230°C Split 10:1
Programa de temperatura da coluna	40°C (manter por 0 min) 30°C/min até 320°C (manter por 2 min)
Gás de arraste e vazão	H ₂ , 1,2 mL/min em fluxo constante
Temperatura da linha de transferência	320 °C
Temperatura da fonte de íons	300 °C
Temperatura do quadrupolo	150 °C
Scan	m/z 35 a 500
Tune	etune.u
Fator de ganho	0,5
Limiar	0
Amostras de A/D	4

Desenvolvimento de métodos

A troca do gás de arraste de He para H₂ introduziu vários desafios para as análises segundo o método EPA 8270 com um instrumento GC/MS de quadrupolo simples. O equilíbrio entre as alterações de sensibilidade, pressão de entrada e vazões e a capacidade e dimensões da coluna devem ser considerados para atingir uma faixa de calibração necessária de 0,1 a 100 µg/mL para a maioria dos compostos. Por exemplo, se a análise típica segundo o método EPA 8270 com gás de arraste He usou uma coluna DB-5ms Ultra Inert de 30 m × 0,25 mm, 0,25 µm, a análise usando gás de arraste H₂ exigiu uma coluna DB-5ms Ultra Inert de 20 m × 0,18 mm, 0,18 µm, considerando que a coluna de 20 m tem ~33% da capacidade da coluna de 30 m, são necessárias alterações nos parâmetros de injeção para evitar sobrecarga da coluna. No entanto, ao usar uma injeção com split 20:1, foram observadas limitações na sensibilidade, com dificuldades para atingir concentrações injetadas abaixo de 0,5 µg/mL (25 ng/mL na coluna); o etune.u não resolveu o problema. Outro método investigado utilizou a coluna DB-5ms Ultra Inert de 30 m × 0,25 mm, 0,25 µm com uma injeção splitless pulsado e vazão de 1,5 mL/min. Este método atingiu a concentração mais baixa de 0,1 µg/mL para a maioria dos compostos, mas apresentou problemas com assimetria frontal nos picos acima de ~75 µg/mL, indicando sobrecarga, o que também causou um aumento nos ajustes lineares. Uma injeção com split pulsado de 10:1 foi testada com o método de coluna de 30 m com o tune atune.u, mas a maioria dos compostos não foi detectada no nível de 0,1 µg/mL. Para a coluna referenciada neste trabalho (DB-5ms Ultra Inert de 20 m × 0,18 mm, 0,36 µm), vários parâmetros de injeção e algoritmos atune e etune foram testados. Os parâmetros finais do método listados na Tabela 3 forneceram o melhor equilíbrio entre capacidade da coluna, sensibilidade e capacidade de produzir resultados de calibração na faixa de 0,1 a 100 µg/mL. Embora o atune fosse o tune de preferência, a concentração mais baixa foi finalizada em 0,2 µg/mL para a maioria dos compostos.

Resultados e discussão

Fidelidade espectral de massas

Uma grande preocupação com o uso de H_2 como gás de arraste são as mudanças nos espectros de massas de compostos nitro e compostos fortemente halogenados. Na presença de H_2 , alta temperatura e superfícies metálicas, os grupos funcionais nitro são hidrogenados em aminas, enquanto compostos fortemente clorados sofrem de cloração; todos esses fatores estão presentes no espectrômetro de massas. Este é um exemplo dos benefícios da fonte Hydrolnert com nitrobenzeno. Em um experimento com uma fonte de extração e lente de extração de 3 mm, o H_2 foi usado como gás de arraste e o nitrobenzeno foi um dos compostos da mistura (part number SVM-122-1). A hidrogenação do nitrobenzeno (m/z 123) formará anilina (m/z 93). Ao revisar o espectro de massas do pico do TIC para a fonte de extração e gás de arraste H_2 , foi observado o espectro de massas da Figura 1A. Há grande abundância de m/z 93 e baixa de m/z 123, indicando conversão de nitrobenzeno em anilina na fonte; podemos confirmar que isso ocorre na fonte pois o espectro de massas é observado no tempo de retenção do nitrobenzeno, que é bem separado da anilina. Em comparação, a mesma mistura contendo nitrobenzeno foi testada em uma fonte Hydrolnert (com lente de extração de 9 mm), em que observamos a distribuição esperada de m/z 123 e 93 no espectro de massas (Figura 1B), indicando que o nitrobenzeno é retido na fonte e não ocorre a conversão em anilina. Essa comparação também pode ser observada nos cromatogramas de íons extraídos (EICs) mostrados na Figura 2A (conversão da fonte de extração) e 2B (retenção do nitrobenzeno pela fonte Hydrolnert), na qual existe uma proporção aprimorada de 123/93 usando a fonte Hydrolnert, enquanto a sobreposição do cromatograma de íons extraído da fonte de extração mostra conversão significativa para m/z 93 e cauda evidente no pico.

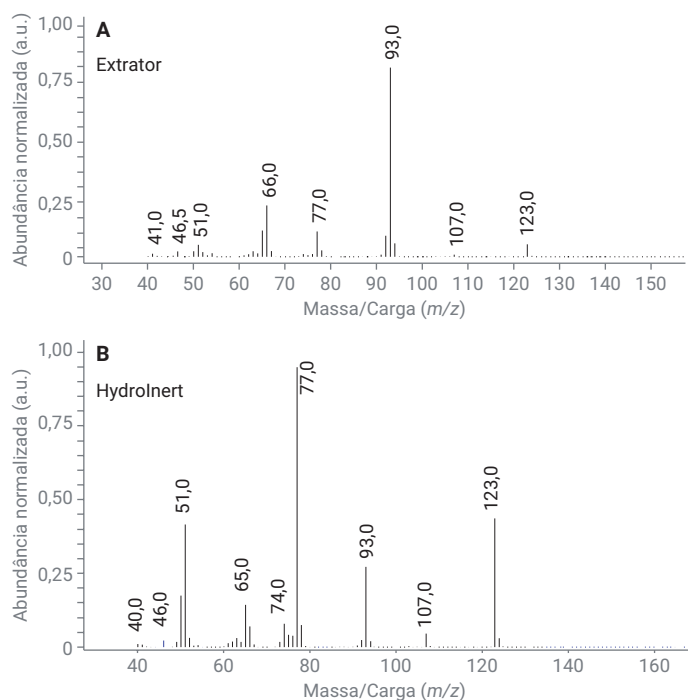


Figura 1. Espectros de massas do pico eluído no tempo de retenção do nitrobenzeno com gás de arraste H_2 e (A) fonte de extração com lente de extração de 3 mm indicando hidrogenação para anilina com o íon abundante de m/z 93 e (B) fonte Agilent Hydrolnert, mostrando um espectro de massas aprimorado que se correlaciona com o nitrobenzeno.

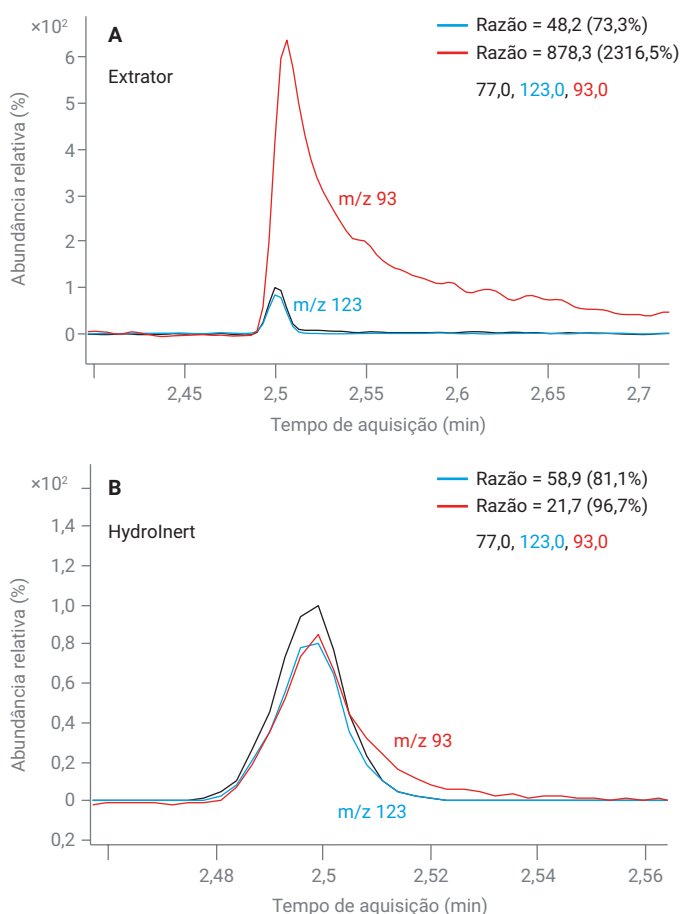


Figura 2. EICs do nitrobenzeno com gás de arraste H₂ e (A) fonte de extração com lente de extração de 3 mm indicando hidrogenação para anilina com o íon abundante de m/z 93 e (B) fonte Agilent Hydrolnert mostrando melhoria na proporção de m/z 123 versus 93.

Solução de calibração de GC/MS

Um componente crítico do método EPA 8270 é o critério de tune associado às razões de íons de DFTPP. Este método usou o algoritmo etune para um aumento no fator de 10 do sinal para equilibrar a injeção com split. Para o sistema de GC/MS de quadrupolo simples, os critérios de razão de íons DFTPP da Tabela 3 dos métodos EPA 8270E e 8270D foram usados para testar a fonte Hydrolnert com gás de arraste H₂.^{1,2} O método EPA 8270D inclui mais critérios de razão de íons do que o EPA 8270E, que reflete a tabela de critérios EPA 525. A Tabela 4 resume as abundâncias relativas das razões de íons de DFTPP em 25 µg/mL, os critérios do método e, se as abundâncias relativas medidas correspondessem aos critérios, e todas as abundâncias relativas medidas eram aprovadas nos critérios de razão de íons dos métodos EPA 8270E e 8270D.

Tabela 4. Íons DFTPP, critérios de abundância do método EPA 8270D e 8270E^{1,2}, abundância relativa medida e aprovação/reprovação da abundância relativa.

Massa alvo (m/z)	Critérios de abundância de íons	Abundância relativa medida	Aprovado/Reprovado
51	*10 a 80% de m/z 198	38,5%	Aprovado
68	<2% de m/z 69	1,0%	Aprovado
69	Presente	36,5%	Aprovado
70	<2% de m/z 69	0,4%	Aprovado
127	*10 a 80% de m/z 198	54,4%	Aprovado
197	<2% de m/z 198	0,0%	Aprovado
198	Pico base ou presente *ou >50% de m/z 442	51,6%	Aprovado
199	5 a 9% de m/z 198	5,0%	Aprovado
275	10 a 60% do pico base	30,4%	Aprovado
365	>1% do pico base	4,9%	Aprovado
441	<150% de m/z 443 presente, *mas <24% de 442	83,1%, *15,7%	Aprovado
442	Pico base ou presente *ou >50% de m/z 198	100% (pico base)	Aprovado
443	15 a 24% de m/z 442	18,9%	Aprovado

* Indica diferenças entre os requisitos do método EPA 8270D e 8270E.

Sempre existem preocupações a respeito da limpeza do injetor e da coluna para que o método EPA 8270 funcione corretamente, independentemente do gás de arraste; DDT, pentaclorofenol e benzidina são usados para monitorar a degradação no injetor e a saúde da coluna. O aumento da degradação de DDT indica a necessidade de manutenção do injetor, enquanto os fatores de distorção crescentes de benzidina e pentaclorofenol informam o usuário para aparar ou trocar a coluna. Com a introdução do H₂ como gás de arraste, podem existir preocupações dos usuários com o aumento das reações de compostos ativos, como o DDT, no injetor; a recomendação é diminuir a temperatura do injetor para 230 a 250°C ou usar um injetor com temperatura programável, como o injetor multimodal, para proteger os compostos ativos e ainda ter a possibilidade de aumentar a temperatura para 320°C e remover os PAHs. Este estudo usou o injetor mais comum em um laboratório, o injetor split/splitless, configurado a 230°C.

Revisando os resultados da solução de calibração de GC/MS para a degradação do DDT e fatores de distorção de compostos, a quebra do DDT (%) foi de 0,2%, enquanto o fator de distorção do pentaclorofenol e benzidina foi de 1,2 e 1,3, respectivamente. Todos os valores estão dentro dos critérios do método EPA 8270 de <20% de degradação de DDT e fatores de distorção <2,0.

Critérios de calibração

A calibração inicial foi composta por 13 níveis na faixa de concentração de 0,1 a 100 µg/mL para este método de 12 minutos. A Figura 3 é um cromatograma de íons totais dos analitos alvo, surrogates e padrões internos.

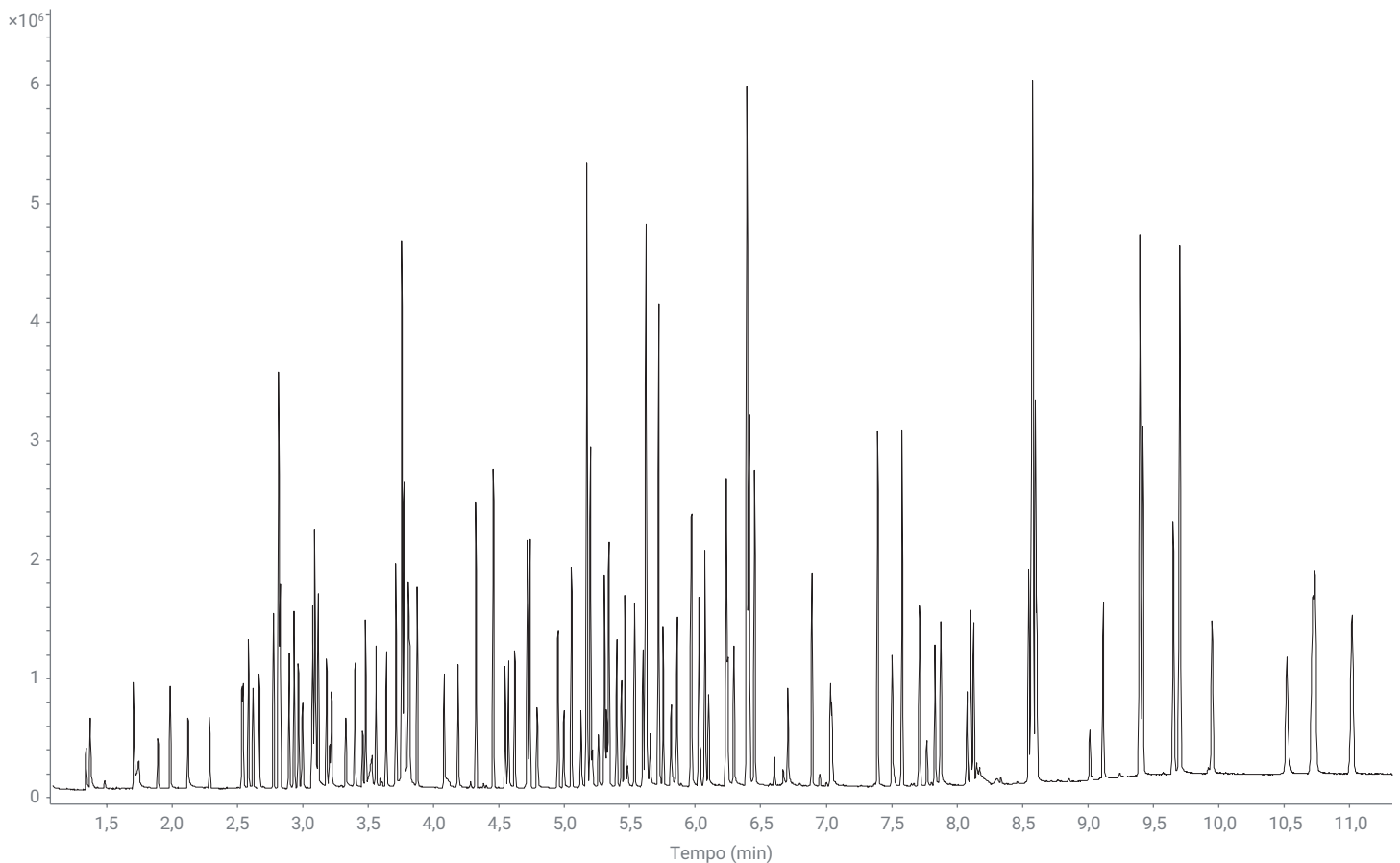


Figura 3. Cromatograma de íons totais do padrão de calibração de 20 µg/mL contendo 119 analitos alvo e surrogates e seis padrões internos usando gás de arraste H₂ e a fonte Agilent HydroInert.

Resolução de par crítico

Com o método de tempo mais curto e uma coluna diferente, a resolução de par crítico ficou acima de 50% para fenantreno e antraceno (cromatograma de íons extraído *m/z* 178), benz[*a*]antraceno e criseno (cromatograma de íons extraído *m/z* 228) e benzo(*b*)fluoranteno e benzo(*k*)fluoranteno (cromatograma de íons extraído *m/z* 252). Todos os três

pares de isômeros são mostrados na Figura 4 em uma concentração de nível médio de 5 µg/mL; fenantreno e antraceno (Figura 4A) apresentam resolução na linha de base, benz[*a*]antraceno e criseno (Figura 4B) são quase resolvidos na linha de base e benzo(*b*)fluoranteno e benzo(*k*)fluoranteno (Figura 4C) apresentam resolução em mais de 50%, satisfazendo os critérios do método EPA 8270.

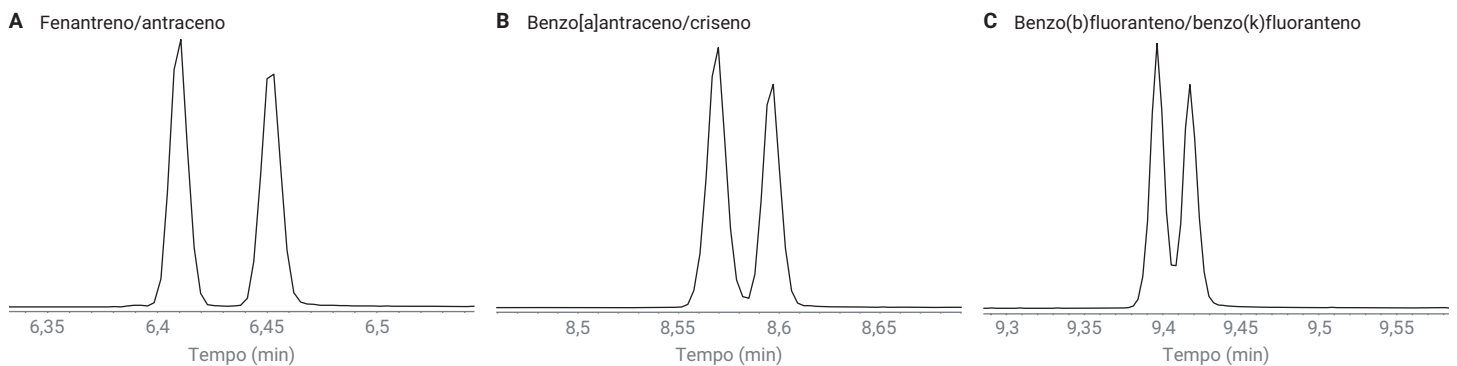


Figura 4. EICs do padrão de nível médio (5 µg/mL) para os pares de isômeros críticos: (A) fenantreno e antraceno (cromatograma de íons extraído *m/z* 178); (B) benz[*a*]antraceno e criseno (cromatograma de íons extraído *m/z* 228); (C) benzo(*b*)fluoranteno e benzo(*k*)fluoranteno (cromatograma de íons extraído *m/z* 252).

Comparação do fator de resposta entre os gases de arraste hidrogênio e hélio

Ao modificar o gás de arraste de uma análise de He para H₂, sempre há preocupações com a manutenção dos fatores de resposta (RFs) e sensibilidade para sistemas de quadrupolo simples. A Tabela 5 lista os RFs dos critérios de orientação (Tabela 4) do método EPA 8270E; os RFs de uma análise de cromatografia gasosa/espectrometria de massas com gás de arraste He ao usar injeção split/splitless, injeção com split pulsado e os RFs para análise de GC/MS com fonte HydroInert e gás de arraste H₂. Como o método H₂ usa uma injeção com split, a injeção com split pulsado e He fornece uma boa comparação, enquanto os dados splitless com He representam a análise tradicional. Os RFs do método EPA 8270E (Tabela 4) são critérios de orientação e não são requisitos de aprovação para o método, mas idealmente os RFs devem ser semelhantes a esses valores de orientação. Para a análise de cromatografia gasosa/espectrometria de massas com He (injeção splitless), dois compostos apresentam RFs abaixo dos critérios de orientação: hexacloroetano e N-nitroso-di-*n*-propilamina; os RFs desses compostos também foram baixos para os resultados da fonte HydroInert com H₂. Para a análise de cromatografia gasosa/espectrometria de massas com HydroInert e H₂, cinco compostos adicionais apresentaram RFs abaixo dos critérios de orientação, onde quatro estão dentro de 0,1 ponto. Por exemplo, o critério RF de orientação para o bis(2-cloroetil)éter é 0,7 e o RF do GC/MS HydroInert com H₂ foi 0,6. Para os resultados de cromatografia gasosa/espectrometria de massas com split pulsado e He, todos os RFs correspondem ou são superiores à orientação da Agência de Proteção Ambiental, mas esses dados não relataram RFs para os sete compostos indicados na Tabela 5. No total, apenas sete compostos dos 72 listados na Tabela 5 tiveram RFs inferiores às orientações da Agência de Proteção Ambiental para os resultados de cromatografia gasosa/espectrometria de massas com HydroInert e H₂; cinco deles variaram 0,1 ponto do valor de RF de orientação e os outros dois valores de RF variaram 0,3 ou menos pontos da orientação.

Tabela 5. RFs para compostos selecionados do método EPA 8270E (Tabela 4 no método EPA)², análise de GC/MS de quadrupolo simples com gás de arraste He³, análise de GC/MS de quadrupolo simples com He e injeção com split pulsado⁴ e análise de GC/MS de quadrupolo simples com fonte Agilent HydroInert e gás de arraste H₂.

Composto	Fatores de resposta			
	Do método EPA 8270E	GC/MS He ³	GC/MS He, Split pulsado ⁴	HydroInert H ₂ GC/MS
Acenafteno	0,9	1,3	1,1	1,1
Acenaftileno	0,9	1,9	2,0	1,4
Acetofenona	0,01	1,2	--	0,4
Antraceno	0,7	1,1	1,1	1,0
Benzo(a)antraceno	0,8	1,4	1,3	1,5
Benzo(a)pireno	0,7	1,2	1,0	0,9
Benzo(b)fluoranteno	0,7	1,4	1,0	1,2
Benzo(g,h,i)perileno	0,5	1,1	1,1	1,0
Benzo(k)fluoranteno	0,7	1,2	1,1	1,2
Bis(2-cloroetoxi)metano	0,3	0,4	0,4	0,3
Bis(2-cloroetil)éter	0,7	0,8	1,1	0,6
Bis-(2-etilhexil)ftalato	0,01	0,8	0,5	0,5
4-Bromofenil-fenil éter	0,1	0,3	0,2	0,2
Butil benzil ftalato	0,01	0,6	0,5	0,3
4-Cloroanilina	0,01	0,4	0,4	0,4
4-Cloro-3-metilfenol	0,2	0,3	0,2	0,2
2-Cloronaftaleno	0,8	2,4	1,2	1,0
2-Clorofenol	0,8	0,8	1,2	0,7
4-Clorofenil-fenil éter	0,4	0,7	0,6	0,5
Criseno	0,7	1,2	1,2	1,1
Dibenzo(a,h)antraceno	0,4	1,1	1,0	1,0
Dibenzofurano	0,8	1,7	1,7	1,5
Di- <i>n</i> -butil ftalato	0,01	1,3	1,2	0,8
3,3'-diclorobenzidina	0,01	0,5	--	0,4
2,4-Diclorofenol	0,2	0,3	0,3	0,2
Ftalato de dietila	0,01	1,4	1,3	1,0
Dimetilftalato	0,01	1,4	1,3	1,0
2,4-Dimetilfenol	0,2	0,3	0,3	0,3
4,6-Dinitro-2-metilfenol	0,01	0,2	--	0,1
2,4-Dinitrofenol	0,01	0,2	--	0,1
2,4-Dinitrotolueno	0,2	0,4	0,3	0,2
2,6-Dinitrotolueno	0,2	0,3	0,3	0,2
Di- <i>n</i> -octil ftalato	0,01	1,3	1,4	0,8
Fluoranteno	0,6	1,2	1,2	1,2
Fluoreno	0,9	1,3	1,3	1,2
Hexaclorobenzeno	0,1	0,3	0,3	0,3
Hexaclorobutadieno	0,01	0,2	0,2	0,2
Hexaclorociclopentadieno	0,05	0,3	0,4	0,1
Hexacloroetano	0,3	0,2	0,5	0,1
Indeno(1,2,3-cd)pireno	0,5	1,2	1,0	1,2
Isoforona	0,4	0,6	0,5	0,4

Composto	Fatores de resposta			
	Do método EPA 8270E	GC/MS He ³	GC/MS He, Split pulsado ⁴	HydroInert H ₂ GC/MS
2-Metilnaftaleno	0,4	0,7	0,7	0,7
2-Metilfenol	0,7	0,7	1,0	0,6
4-Metilfenol	0,6	1,0	1,1	0,3
Naftaleno	0,7	1,1	1,0	1,0
2-Nitroanilina	0,01	0,4	0,3	0,2
3-Nitroanilina	0,01	0,3	0,3	0,2
4-Nitroanilina	0,01	0,3	0,3	0,2
Nitrobenzeno	0,2	0,3	0,3	0,2
2-Nitrofenol	0,1	0,2	0,2	0,1
4-Nitrofenol	0,01	0,2	--	0,1
N-nitroso-di- <i>n</i> -propilamina	0,5	0,4	0,7	0,4
N-Nitrosodifenilamina	0,01	2,1	0,6	0,9
2,2'-Oxibis-(1-cloropropano)	0,01	0,5	1,1	0,5
Pentaclorofenol	0,05	0,2	--	0,1
Fenantreno	0,7	1,2	1,1	1,1
Fenol	0,8	0,9	1,4	0,7
Pireno	0,6	1,3	1,3	1,2
1,2,4,5-Tetraclorobenzeno	0,01	0,4	--	0,3
2,3,4,6-Tetraclorofenol	0,01	0,4	0,3	0,2
2,4,5-Triclorofenol	0,2	0,3	0,4	0,3
2,4,6-Triclorofenol	0,2	0,3	0,4	0,2

Resultados de calibração

Uma calibração multiponto foi realizada com, no máximo, 13 níveis de concentração e o RF relativo foi determinado para cada composto e nível de calibração. O RF médio foi calculado para construir a curva de calibração de cada composto juntamente com o desvio padrão relativo (DPR). O %DPR do RF médio deve ser <20%, que é o critério de aprovação de preferência; caso isso não seja possível com pelo menos seis níveis de calibração, um valor $R^2 > 0,990$ é necessário para um ajuste de curva linear, ou um ajuste quadrático pode ser usado. A precisão para o ponto de dados mais baixo deve estar dentro de 30% da concentração estimada com um mínimo de seis pontos para ajuste da curva. Os resultados para a calibração inicial usando gás de arraste H₂ e fonte HydroInert podem ser encontrados na Tabela 6.

De 119 compostos, 14 exigiram ajustes lineares e um ajuste quadrático foi necessário. A Tabela 6 resume os resultados de calibração para os 119 compostos alvo e surrogates, com os valores médios de %DPR do RF e o nível de concentração mais baixo e mais alto, caso os valores sejam diferentes da faixa de calibração completa (0,1 a 100 µg/mL). Mais de 87% dos compostos foram aprovados nos critérios de calibração com valores médios de %DPR do RF abaixo de 20%. Um aumento no número de compostos que requerem ajustes lineares é previsível, já que o H₂ é mais reativo do que o He e o injetor é configurado em uma temperatura mais baixa para evitar a formação de ácido clorídrico na presença de temperaturas mais altas e água no injetor. O uso de um injetor multimodal pode gerar melhores resultados de ftalato pesado e PAH.

A perda de sensibilidade com o gás de arraste H₂ e sistemas de espectrômetro de massas existentes foi bastante relatada. Devido a essa preocupação, uma atenção especial foi dedicada à faixa de calibração e a verificação de que a maioria dos compostos conseguiu atingir a mesma faixa de calibração das análises anteriores usando He. Em relação à sensibilidade, 96 compostos foram analisados em uma aplicação anterior do método EPA 8270 com gás de arraste He e cromatografia gasosa/espectrometria de massas.³ Comparando com o mesmo conjunto de compostos usando a fonte HydroInert e gás de arraste H₂ (também com GC/MS), 15 compostos têm uma faixa de calibração mais estreita, na qual seis compostos são reduzidos em um nível de concentração começando em 200 ng/mL em vez de 100 ng/mL, e quatro compostos começam em 500 ng/mL. Para o ácido benzoico, a fonte HydroInert com gás de arraste H₂ apresenta a mesma faixa de calibração observada com gás de arraste He em GC/MS, de 0,8 a 100 µg/mL; o 2,4-dinitrofenol também manteve aprovação nos critérios de calibração com RF médio para a faixa de 0,5 a 100 µg/mL usando H₂ e a fonte HydroInert, enquanto os dados coletados para hélio necessitaram de um ajuste linear para a mesma faixa de calibração. O pentaclorofenol também apresentou faixas de calibração similares entre os resultados com He e H₂, de 0,5 a 100 µg/mL, mas os dados usando H₂ exigiram um ajuste linear. O lado positivo é que alguns compostos tiveram faixas de calibração mais amplas com H₂ e a fonte HydroInert, como o 4-nitrofenol e 2-metil-4,6-dinitrofenol, que incluíram um nível de calibração extra de 100 e 200 ng/mL, respectivamente. Além disso, esses dois compostos não exigiram ajustes de curva linear e passaram nos critérios de calibração com valores médios de %DPR do RF de 18,7% para 4-nitrofenol e 19,7% para 2-metil-4,6 dinitrofenol. No total, 24 dos 119 compostos apresentaram faixas de calibração mais estreitas do que o padrão de 0,1 a 100 µg/mL. O uso de H₂ como gás de arraste com a fonte HydroInert mantém a faixa de sensibilidade para mais de 84% dos 96 SVOCs testados anteriormente.

Tabela 6. Resultados de calibração inicial para 119 compostos alvo e surrogates para gás de arraste H₂ e a fonte Agilent HydroInert para o método EPA 8270.

Nome	Tempo de retenção (min)	RF médio	%DPR do RF médio	R ² do ajuste da curva	Ajuste da curva	Padrão baixo (µg/mL)	Padrão alto (µg/mL)
						Por definição é 0,1 a 100 µg/mL	
N-nitrosodimetilamina	1,339	0,273	7,41				
Piridina	1,372	0,459	15,39			0,5	
2-Picoline	1,705	0,561	5,89				
N-nitroso-N-metiletilamina	1,741	0,232	7,23				
Metanossulfonato de metila	1,890	0,256	15,04				
2-fluorofenol	1,983	0,568	5,20				
N-nitroso-N-dietilamina	2,120	0,258	7,13				
Metanossulfonato de etila	2,286	0,374	13,02				
Fenol-d ₆	2,532	0,667	4,93				
Fenol	2,541	0,664	6,32				
Anilina	2,583	0,968	7,50				
Bis(2-cloroetil)éter	2,617	0,616	10,72				
2-Clorofenol	2,665	0,661	8,50				
1,3-Diclorobenzeno	2,774	0,773	6,96				
1,4-Diclorobenzeno	2,825	0,804	7,53				
Álcool benzílico	2,892	0,442	12,90				
1,2-Diclorobenzeno	2,931	0,756	7,53				
2-Metilfenol (o-cresol)	2,965	0,559	9,73				
Bis(2-cloro-1-metiletil)éter	2,998	0,545	11,21				
1-Nitrosopirrolidina	3,068	0,260	6,02				
p-Cresol	3,074	0,333	7,00				
N-Nitrosodi-n-propilamina	3,089	0,370	12,94				
Acetofenona	3,092	0,445	6,48				
4-Nitrosomorfolina	3,095	0,107	8,43				
o-Toluidina	3,116	0,487	8,39				
Hexacloroetano	3,180	0,112	8,62				
Nitrobenzeno-d ₅	3,201	0,097	10,05				
Nitrobenzeno	3,216	0,197	6,59				
Nitrosopiperidina	3,325	0,132	8,87				
Isoforona	3,395	0,433	7,86				
2-Nitrofenol	3,455	0,112	11,43				
2,4-Dimetilfenol	3,480	0,295	6,34				
Ácido benzoico	3,519	0,117		0,9946	Linear	0,8	
Bis(2-cloroetoxi)metano	3,558	0,345	8,69				
2,4-Diclorofenol	3,637	0,243	13,22				
1,2,4-Triclorobenzeno	3,710	0,356	10,34				
Naftaleno	3,773	0,978	8,27				
a,a-Dimetilfenetilamina	3,782	0,360		0,9976	Linear	0,2	
4-Cloroanilina	3,807	0,401	8,01				
2,6-Diclorofenol	3,816	0,232	16,62				
Hexaclorobutadieno	3,873	0,177	19,36				

Nome	Tempo de retenção (min)	RF médio	%DPR do RF médio	R ² do ajuste da curva	Ajuste da curva	Padrão baixo (µg/mL)	Padrão alto (µg/mL)
						Por definição é 0,1 a 100 µg/mL	
N-Nitrosobutilamina	4,079	0,172	9,34			0,2	
4-Cloro-3-metilfenol	4,185	0,204	10,56				
2-Metilnaftaleno	4,321	0,656	6,20				
Hexaclorociclopentadieno	4,455	0,136		0,9928	Linear		
1,2,4,5-Tetraclorobenzeno	4,458	0,308	19,22				
2,4,6-Triclorofenol	4,545	0,241	13,05				
2,4,5-Triclorofenol	4,570	0,288	13,13				
2-fluorobifenil	4,618	0,613	9,30				
1-Cloronaftaleno	4,715	1,018	9,32				
2-Cloronaftaleno	4,733	1,003	9,15				
2-Nitroanilina	4,791	0,226	14,72				
Dimetilftalato	4,948	1,005	10,34				
2,6-Dinitrotolueno	4,994	0,153	17,84			0,2	
Acenaftileno	5,051	1,362	9,04				
m-Nitroanilina	5,124	0,178	10,30				
Acenafteno	5,196	1,083	9,75				
2,4-Dinitrofenol	5,212	0,074	15,34		Linear	0,5	
4-Nitrofenol	5,260	0,143	18,74				
Pentaclorobenzeno	5,305	0,428	14,62				
2,4-Dinitrotolueno	5,321	0,200	16,37				75
Dibenzofurano	5,339	1,486	9,57				
1-Naftilamina	5,396	0,655	19,57				
2,3,4,6-Tetraclorofenol	5,436	0,177		0,9912	Linear	0,5	
2-Naftilamina	5,463	0,908	8,77				
Ftalato de dietila	5,536	0,978	12,37			0,2	
Tionazina	5,599	0,142	16,65				
Fluoreno	5,620	1,242	9,88				
5-Nitro-o-toluidina	5,623	0,209	19,75				
4-Clorofenil-fenil éter	5,623	0,530	15,50				
4-Nitroanilina	5,626	0,206		0,9943	Linear	0,2	
2-Metil, 4,6-dinitrofenol	5,654	0,098	19,68			0,2	
Difenilamina	5,717	0,943	9,95				
Azobenzeno	5,754	0,397	5,84				
2,4,6-Tribromofenol	5,814	0,083	19,91				
Sulfotep	5,863	0,082		0,9976	Quadrático	0,2	
Dialato I	5,963	0,144	7,38				
Forato	5,969	0,210	11,43				
Fenacetina	5,972	0,224	12,11				
4-Bromofenil-fenil éter	6,026	0,197	8,23				
Dialato II	6,038	0,050	10,31				
Hexaclorobenzeno	6,072	0,245	16,95				
Dimetoato	6,099	0,141	16,58				
4-Aminobifenil	6,235	0,611	10,94				

Nome	Tempo de retenção (min)	RF médio	%DPR do RF médio	R ² do ajuste da curva	Ajuste da curva	Padrão baixo (µg/mL)	Padrão alto (µg/mL)
						Por definição é 0,1 a 100 µg/mL	
Pentaclorofenol	6,235	0,101		0,9911	Linear	0,5	
Pentacloronitrobenzeno	6,247	0,054	19,27			0,5	
Propizamida	6,293	0,204	14,45				
Dinoseb	6,390	0,089	19,44				
Disulfotom	6,402	0,317		0,9966	Linear	0,5	
Fenantreno	6,411	1,091	14,31				
Antraceno	6,453	1,009	11,90				
Parationa metílica	6,708	0,124	10,22				
Dibutilftalato	6,889	0,840	16,44				
Paration	7,032	0,089	12,62				
4-Nitroquinolina-1-óxido	7,044	0,064	19,82				
Fluoranteno	7,395	1,188	8,54				
Benzidina	7,504	0,544	9,47				
Pireno	7,580	1,207	8,59				
Aramite	7,710	0,044	18,03			0,2	
<i>p</i> -Terfenil-d ₄	7,716	0,422	14,16				
Aramite II	7,770	0,044	12,41			0,2	
<i>p</i> -(Dimetilamino)azobenzeno	7,834	0,195		0,9919	Linear	0,5	
Clorbenzilato	7,876	0,294	10,53				
3,3'-Dimetilbenzidina	8,107	0,466	17,39				
Benzil butil ftalato	8,128	0,343		0,9926	Linear	0,5	
3,3'-diclorobenzidina	8,549	0,364		0,9939	Linear	0,5	
Benzo[a]antraceno	8,570	1,443		0,9985	Linear	0,2	
Criseno	8,600	1,047	11,58				
Bis(2-etilhexil)ftalato	8,612	0,502	17,43				
Di- <i>n</i> -octil ftalato	9,118	0,832	16,61				
7,12-Dimetilbenzo[a]antraceno	9,397	0,376		0,9947	Linear	0,8	
Benzo[b]fluoranteno	9,400	1,198	17,62				
Benzo[k]fluoranteno	9,421	1,170	16,60				
Benzo[a]pireno	9,657	0,874	17,50				
3-Metilcolantreno	9,954	0,328		0,9905	Linear	0,8	
Dibenzo[a, j]acridina	10,523	0,594		0,9908	Linear	0,8	
Indeno(1,2,3-cd)pireno	10,720	1,210	19,76				
Dibenzo[a, h]antraceno	10,738	1,016	19,11				
Benzo[ghi]perileno	11,020	1,024	17,29				

Como exemplo de retenção da faixa de calibração completa, a Figura 5 compara a faixa linear para nitrobenzeno com gás de arraste He (Figura 5A) e com gás de arraste H₂ e fonte HydroInert (Figura 5B). As médias do %DPR do RF são muito semelhantes entre os resultados com gás de arraste He e com gás de arraste H₂ com a fonte HydroInert, com 6,33% de DPR para gás de arraste He e 6,59% de DPR para gás de arraste H₂ e fonte HydroInert. Os qualificadores e espectro bruto para o nitrobenzeno neste conjunto de dados podem ser revisados para verificar consistências de espectros de massas e proporções de fragmentos de íons para a fonte HydroInert com gás de arraste H₂. A Figura 6 mostra (A) o cromatograma de íons extraído do pico de base para nitrobenzeno, (B) sobreposição do cromatograma de íons extraído do

pico base e qualificadores e (C) o espectro de massas bruto, no nível de calibração 8 (10 µg/mL). Na Figura 6B, os cromatogramas de íons extraídos qualificadores foram dimensionados para corresponder à altura, mas no canto superior direito da figura são indicadas as razões entre o íon qualificador e o pico base e a precisão para as razões de referência do método quantitativo. A razão de referência das *m/z* 93 a 77 para este método quantitativo é 31; a razão da Figura 6B de 93/77 foi de 35,1, que está dentro de 20% da razão esperada, e não foi observada conversão significativa de nitrobenzeno em anilina. A retenção do nitrobenzeno e a prevenção da hidrogenação também são indicadas no espectro bruto da Figura 6C, na qual a *m/z* 93 não é mais intensa que as *m/z* 123 ou 77.

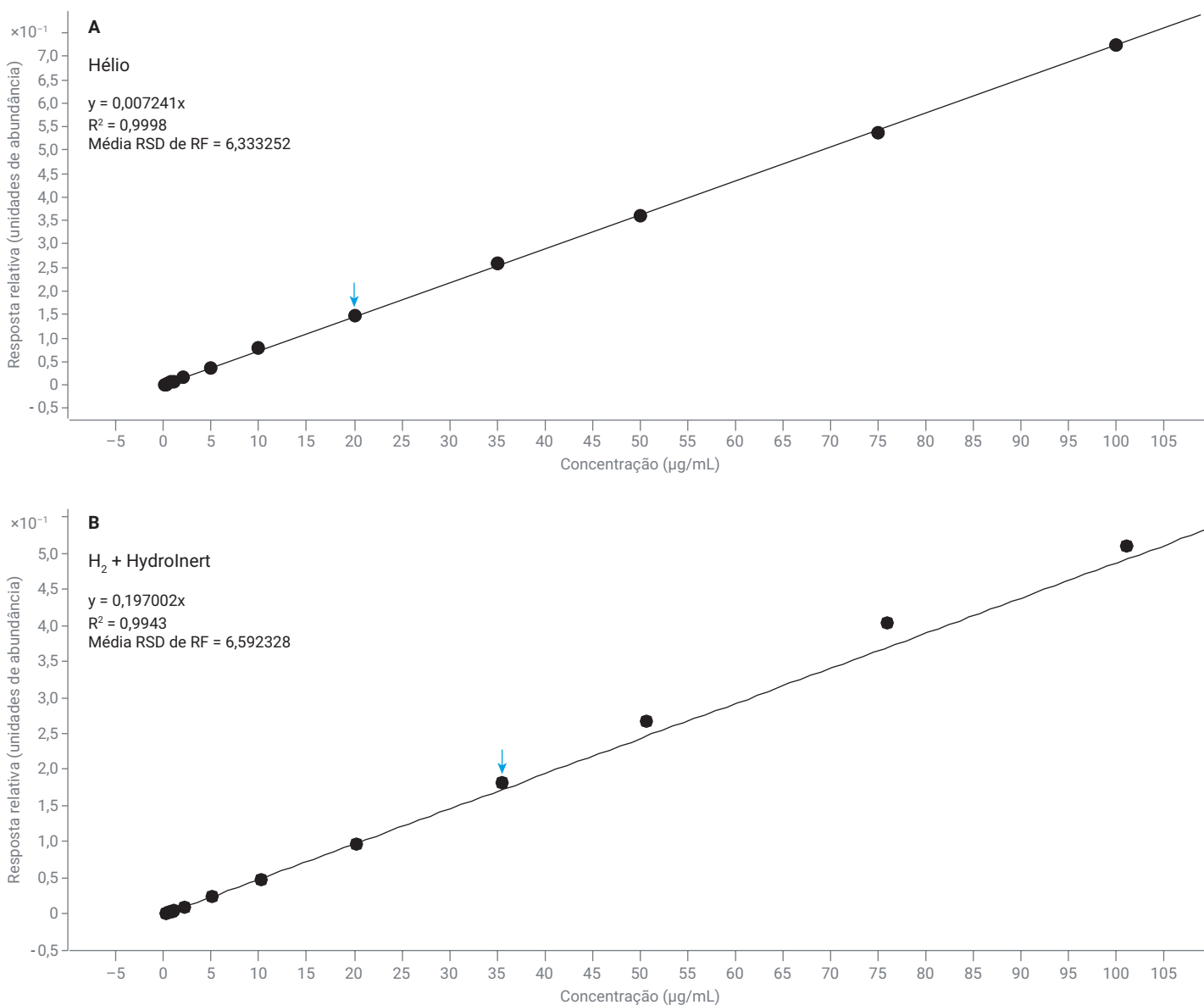


Figura 5. Faixa linear do nitrobenzeno (0,1 a 100 µg/mL) coletada em um sistema de GC/MS com gás de arraste (A) He e (B) H₂ com fonte Agilent HydroInert.

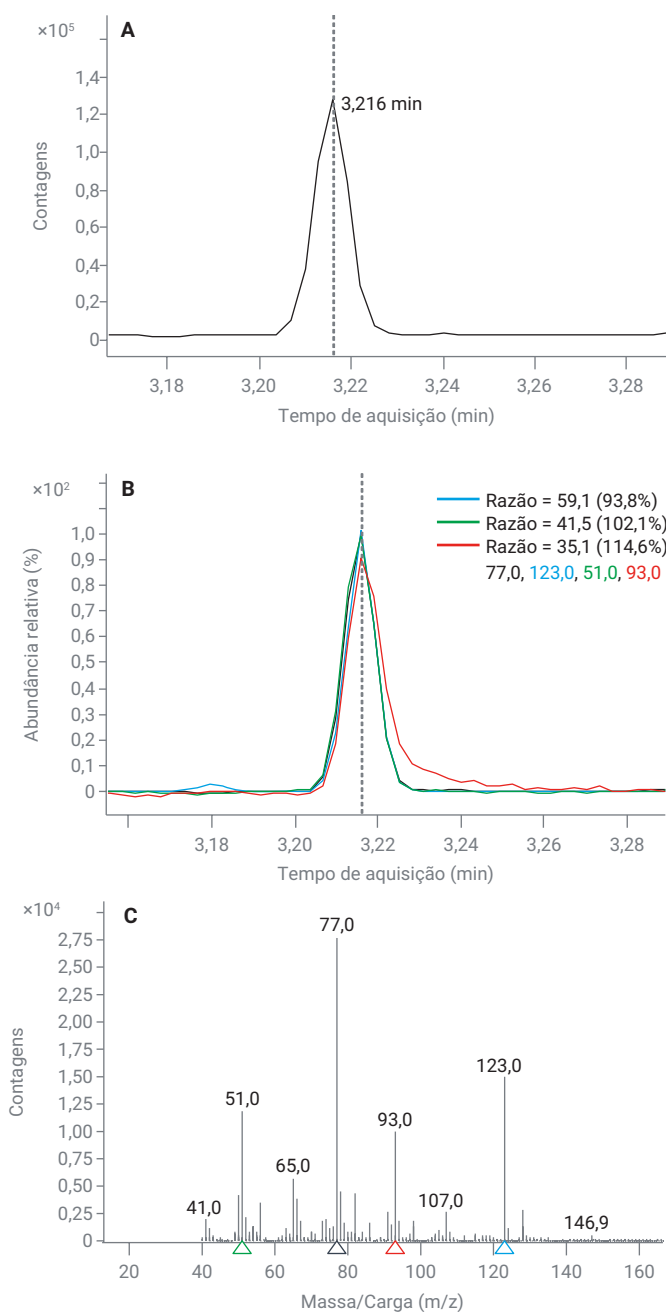


Figura 6. Informação do composto de nitrobenzeno para o padrão de 10 µg/mL; (A) cromatograma de íons extraídos (cromatograma de íons extraído m/z 77) do pico base; (B) sobreposição do pico base (m/z 77) e dos três cromatogramas de íons extraídos qualificadores (m/z 123, 51, 93); (C) espectro de massas bruto para o pico do nitrobenzeno em 3,216 minutos.

Repetibilidade na matriz do solo

A grande mistura de compostos do método EPA 8270 também foi diluída para uma concentração de 15 µg/mL para atuar como um padrão de verificação de calibração, já que o valor de 15 µg/mL não foi um ponto de calibração. Para testar a repetibilidade da fonte HydroInert no GC/MS com gás de arraste H_2 , foi feita uma injeção sanduíche do padrão com 1 µL de uma matriz de solo composta para simular uma amostra de matriz com adição. Esta injeção foi repetida nove vezes. A Tabela 7 contém os seguintes dados para cada composto: média de concentração das nove replicatas de verificação de calibração de 15 µg/mL na matriz de solo e o %DPR para as nove replicatas de injeção na matriz de solo. Observando a concentração média calculada da amostra de 15 µg/mL na matriz, apenas dois compostos foram identificados fora do intervalo de $\pm 20\%$ para a verificação de calibração, ambos relatados em concentrações mais baixas: 5-nitro-*o*-toluidina e dibutil ftalato. Os dois compostos estão dentro de 25% do valor de adição de 15 µg/mL e a matriz pode estar causando uma pequena supressão de sinal. O %DPR para as replicatas de injeção na matriz de solo estão todos abaixo de 7% de DPR, indicando que o método é robusto e consistente.

Tabela 7. Concentração média (nove replicatas de injeção) do padrão de verificação de calibração de 15 µg/mL na matriz do solo e %DPR das nove replicatas de injeção.

Nome	Concentração média calculada na matriz da adição de 15 µg/mL	%DPR de nove replicatas
N-nitrosodimetilamina	15,6	2,21%
Piridina	17,6	3,16%
2-Picolina	14,9	1,35%
N-nitroso-N-metiletilamina	15,8	1,26%
Metanossulfonato de metila	15,0	2,05%
2-fluorofenol	15,9	1,82%
N-nitroso-N-dietilamina	15,6	2,53%
Metanossulfonato de etila	15,0	2,14%
Fenol- d_6	15,6	1,91%
Fenol	15,1	1,00%
Anilina	15,7	1,62%
Bis(2-cloroetil)éter	15,0	1,49%
2-Clorofenol	15,1	1,54%
1,3-Diclorobenzeno	15,0	1,11%
1,4-Diclorobenzeno	14,4	1,31%
Álcool benzílico	15,2	2,39%
1,2-Diclorobenzeno	15,3	1,86%
2-Metilfenol (<i>o</i> -cresol)	15,6	1,43%
Bis(2-cloro-1-metiletil)éter	14,4	1,91%
1-Nitrosopirrolidina	14,9	2,73%
<i>p</i> -Cresol	14,2	1,08%
N-Nitrosodi- <i>n</i> -propilamina	14,6	2,71%
Acetofenona	14,7	2,35%

Nome	Concentração média calculada na matriz da adição de 15 µg/mL	%DPR de nove replicatas
4-Nitrosomorfolina	14,4	2,40%
o-Toluidina	14,4	1,26%
Hexacloroetano	15,0	4,80%
Nitrobenzeno-d ₅	15,0	1,53%
Nitrobenzeno	14,8	1,87%
Nitrosopiperidina	14,5	2,32%
Isoforona	14,7	2,52%
2-Nitrofenol	15,4	3,43%
2,4-Dimetilfenol	14,3	1,79%
Ácido benzoico	14,3	6,81%
Bis(2-cloroetoxi)metano	14,8	1,73%
2,4-Diclorofenol	14,9	1,64%
1,2,4-Triclorobenzeno	15,0	1,31%
Naftaleno	14,4	1,50%
a,a-Dimetilfenetilamina	14,0	2,25%
4-Cloroanilina	15,5	1,80%
2,6-Diclorofenol	17,9	1,34%
Hexaclorobutadieno	13,5	3,66%
N-Nitrosobutilamina	14,2	2,45%
4-Cloro-3-metilfenol	15,1	2,29%
2-Metilnaftaleno	14,7	1,59%
Hexaclorociclopentadieno	12,6	3,44%
1,2,4,5-Tetraclorobenzeno	14,9	2,77%
2,4,6-Triclorofenol	15,3	1,92%
2,4,5-Triclorofenol	15,3	1,91%
2-fluorobifenil	15,5	1,47%
1-Cloronaftaleno	14,9	1,65%
2-Cloronaftaleno	15,3	1,64%
2-Nitroanilina	15,4	1,75%
Dimetilftalato	15,8	1,42%
2,6-Dinitrotolueno	13,1	3,81%
Acenaftileno	15,0	1,03%
m-Nitroanilina	12,4	2,93%
Acenafteno	14,5	1,52%
2,4-Dinitrofenol	12,3	5,97%
4-Nitrofenol	12,8	2,57%
Pentaclorobenzeno	16,2	1,84%
2,4-Dinitrotolueno	15,6	2,45%
Dibenzofurano	14,9	1,23%
1-Naftilamina	14,1	1,28%
2,3,4,6-Tetraclorofenol	12,7	3,86%
2-Naftilamina	14,7	1,26%
Ftalato de dietila	14,4	2,21%
Tionazina	14,0	2,99%
Fluoreno	14,2	1,72%
4-Clorofenil-fenil éter	14,4	2,41%
5-Nitro-o-toluidina	11,4	4,16%
4-Nitroanilina	14,9	3,37%

Nome	Concentração média calculada na matriz da adição de 15 µg/mL	%DPR de nove replicatas
2-Metil, 4,6-dinitrofenol	13,6	2,93%
Difenilamina	15,2	0,66%
Azobenzeno	14,8	2,76%
2,4,6-Tribromofenol	15,5	3,74%
Sulfotep	13,1	4,28%
Dialato I	15,6	3,38%
Forato	14,9	2,14%
Fenacetina	16,1	2,66%
4-Bromofenil-fenil éter	14,8	2,08%
Dialato II	14,9	3,70%
Hexaclorobenzeno	16,9	2,73%
Dimetoato	12,7	2,42%
Pentaclorofenol	13,4	4,84%
4-Aminobifenil	16,0	2,40%
Pentacloronitrobenzeno	16,7	6,40%
Propizamida	15,2	2,86%
Dinoseb	13,0	3,24%
Disulfotom	14,2	4,39%
Fenantreno	14,5	0,88%
Antraceno	15,0	2,01%
Parationa metílica	15,5	3,70%
Dibutilftalato	11,5	3,70%
Paration	15,7	2,21%
4-Nitroquinolina-1-óxido	16,9	2,04%
Fluoranteno	15,0	0,95%
Benzidina	14,0	2,76%
Aramite	13,9	3,71%
Aramite II	13,3	3,59%
Pireno	14,8	1,62%
p-Terfenil-d ₁₄	15,3	1,98%
p-(Dimetilamino)azobenzeno	14,0	2,05%
Clorbenzilato	14,9	1,92%
3,3'-Dimetilbenzidina	14,6	2,11%
Benzil butil ftalato	13,8	2,51%
3,3'-diclorobenzidina	15,8	1,90%
Benzo[a]antraceno	13,7	0,98%
Criseno	14,5	1,31%
Bis(2-etilhexil)ftalato	15,2	1,89%
Di-n-octil ftalato	14,3	1,30%
7,12-Dimetilbenzo[a]antraceno	12,2	1,40%
Benzo[b]fluoranteno	14,7	1,50%
Benzo[k]fluoranteno	15,4	2,94%
Benzo[a]pireno	15,4	2,07%
3-Metilcolantreno	14,6	2,77%
Dibenzo[a, j]acridina	13,0	1,58%
Indeno(1,2,3-cd)pireno	15,8	1,44%
Dibenzo[a,h]antraceno	15,5	2,18%
Benzo[ghi]perileno	15,5	1,56%

Conclusão

Um método para testar SVOCs usando H₂ como gás de arraste e a fonte Agilent HydroInert, que evita hidrogenação e cloração de analitos alvo, foi desenvolvido para o GC/MSD Agilent 5977B Inert Plus. Os critérios do método EPA 8270D/E foram atendidos para a solução de calibração de GC/MS, critérios de tune de DFPPP e calibração inicial na faixa de trabalho normal de 0,1 a 100 µg/mL em uma única corrida de 12 minutos, com menos de 15 compostos dentre os 119 compostos testados exigindo ajustes de curva linear. Manter a fidelidade espectral de massas é um avanço para o uso de gás de arraste H₂ com sistemas de GC/MS, especialmente para análises ambientais como o método EPA 8270.

Referências

1. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270D; *United States Environmental Protection Agency (Agência de Proteção Ambiental)*, Revisão 4, fevereiro de **2007**.
2. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270E; *United States Environmental Protection Agency (Agência de Proteção Ambiental)*, Revisão 4, junho de **2018**.
3. Smith Henry, A. Análise de compostos orgânicos semivoláteis com liner de frit sinterizado Agilent por Cromatografia gasosa/Espectrometria de massas, *nota de aplicação Agilent Technologies*, número de publicação 5994-0953PTBR, **2019**.
4. Ciotti, R. EPA 8270E with Pulsed Split Injection and Retention Time Locking on an 8890GC with a 5977 Series MSD, *nota de aplicação Agilent Technologies*, número de publicação 5994-1500EN, **2020**.

www.agilent.com

DE83360322

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2022
Impresso nos EUA, 23 de junho de 2022
5994-4890PTBR