

# 使用 Agilent 8697 顶空进样器与 Intuvo 9000 GC 和 5977B GC/MSD 的联用系统对饮用水中的挥发性 有机化合物进行快速分析

## 作者

Jie Zhang  
安捷伦科技（上海）有限公司，  
中国

## 摘要

本应用简报介绍了使用 Agilent 8697 顶空进样器结合 Agilent Intuvo 9000 GC 和 Agilent 5977B GC/MSD 系统对饮用水中的挥发性有机化合物 (VOC) 的分析。从重现性、线性、定量限和方法回收率等方面对系统性能进行了评估，结果良好。将顶空端的样品孵育时间优化为 20 分钟。使用氢气 (H<sub>2</sub>) 作为载气，在快速柱温箱程序下分离测试化合物大约需要 6 分钟，且色谱柱老化额外需要 2 分钟 30 秒。利用顶空进样器的重叠进样能力以及 GC 端的快速分析能力，可以提高饮用水中 VOC 分析的样品通量。

## 前言

VOC 广泛用于工业、农业、运输和日常家用产品中。它们很容易溶解或渗入地下水中。位于工业或商业区域、加油站或填埋场附近的私人水井存在 VOC 污染的风险。如果饮用水来自城市水源，则最有可能用氯处理以杀死水源性病原体。氯与天然有机物反应，随后各种 VOC 作为消毒副产物形成。为保证饮用水水质，不同国家和地区对饮用水中的 VOC 含量制定了法规限值，并开发出用于检测 VOC 浓度的方法。

为分析饮用水中的 VOC，通常使用顶空进样器结合 GC/MSD<sup>[1,2]</sup>。将固定体积的水样密封，并在样品瓶中加热。样品中的 VOC 会蒸发到样品瓶的顶空中。一段时间后，液体样品与上方顶空气相之间的 VOC 浓度达到平衡。随后，鉴于液体中的浓度与气相中的浓度成比例，可以测量顶空气相中的 VOC 浓度，从而确定液体样品中的相应浓度。顶空进样器提供了一种简单、可重现且洁净的方法，用于萃取和利用饮用水中的 VOC 进行随后的 GC/MSD 分析。在 MSD 鉴定和定量分析之前，GC/MSD 平台通常使用 30–60 m 的中等极性色谱柱进行 VOC 分离。GC 分析周期通常长于 20 分钟。内径更窄、柱长更短的高效色谱柱可用于加快分离速度。得益于更高的色谱柱分离度，分析人员可以相应地提高柱温箱升温速率以实现

快速分析。即使在快速分离过程中发生一定程度的共洗脱，借助质谱的离子提取功能进行化合物鉴定，仍然能够实现准确性。

在本应用简报中，使用 8697 顶空进样器与 Intuvo 9000 GC 和 5977B GC/MSD 的联用系统对饮用水中的 VOC 进行了分析。利用高效离子源补偿窄径分析柱上应用的高分流比所引起的灵敏度损失。在高效色谱柱上使用更快速的柱温箱升温程序，能够加快分析速度。开发出三种分析方法；一种基于 MSD 单离子监测 (SIM) 模式，另外两种基于 MSD 扫描模式。它们聚焦于不同的样品浓度范围。所检测的 VOC 包括：卤代烃；苯及其衍生物；以及汽油添加剂甲基叔丁基醚 (MTBE)。评估了 64 种目标 VOC 的线性、重现性和定量限 (LOQ)，以展示系统在 VOC 分析中的出色性能。

## 实验部分

### 试剂与标准品

所有化学品和标准品均购自上海安谱实验科技股份有限公司。这些化学品包括：(A) 60 种 VOC 在甲醇中的混合物，浓度为 1000 mg/L；(B) 甲苯-d8、4-溴氟苯和 1,2-二氯苯-d4 在甲醇中的内标标样，浓度为 2000 mg/L；以及 (C) 四种单组分标准品的甲醇溶液，浓度为 100–1000 mg/L。

称取分析级氯化钠 (NaCl) 并加入校准水溶液和实际水样中，以增加 VOC 在顶空中的分配，从而提高灵敏度。

### 工作溶液

将 VOC 标准品与单组分标准品混合，并用甲醇稀释为 1 mg/L 和 10 mg/L 工作溶液 (含 64 种组分)。将内标 (IS) 储备液用甲醇稀释至 5 mg/L 和 100 mg/L 备用。

### 校准标样配制和水样前处理

称取 2 g NaCl，与 10 mL 去离子水一起加入 20 mL 顶空样品瓶中。将 VOC 和 IS 工作溶液等分试样快速加标至盐溶液中，然后立即盖上样品瓶盖并振摇，以混合标准品。所制得的校准标样的浓度约为 2、4、10、20、40、100 和 200 µg/L (包含 50 µg/L 内标)，在扫描模式下进行分析。校准标样的浓度在 0.1–20 µg/L 的范围内 (0.1、0.2、0.5、1、2、5、10 和 20 µg/L；包含 2 µg/L IS)，在 SIM 模式下进行分析。在扫描和 SIM 模式下，使用两组校准品中的中浓度和低浓度校准标样的重复样品进行重现性和 LOQ 评估。

将加标有校准品和 IS 溶液的去离子水样品用于回收率测试。对于基于 SIM 和基于扫描模式的分析方法，回收率测试在三种浓度水平下运行。

对于实际样品分析，将 10 mL 自来水加入含有 2 g 盐的 20 mL 样品瓶中，然后用 IS 溶液加标。迅速盖上样品瓶盖，使用基于扫描模式的方法进行后续分析。

## 仪器和分析条件

使用 8697 顶空进样器与 Intuvo 9000 GC 和 5977B GC/MSD 的联用系统分析所制备的各种溶液。氦气 (He) 和 H<sub>2</sub> 均用作基于扫描模式的方法验证的载气。仅使用 He 进行基于 SIM 模式的方法验证。顶空和 GC 条件如表 1 所示。

使用 Agilent MassHunter 采集软件 10.0 版进行数据采集。使用 Agilent MassHunter 定性分析软件 B.08.00 版和 MassHunter 定量分析软件 B.08.00 版进行数据分析。

## 结果与讨论

基于 SIM 模式的方法使用 He 作为载气。使用 H<sub>2</sub> 和 He 作为载气，对基于扫描模式的方法进行验证。在基于扫描模式的方法中应用较快的柱温箱升温程序（柱温箱升温程序 2，如表 1 所示）。这是因为 MSD 在应用的质量数扫描范围 (35–300 Da) 内能够得到足够快的采样速率。还在基于 SIM 模式的方法中测试了较快的升温程序，但是 SIM 模式下的 MSD 采样速率受到挑战。因此，在基于 SIM 模式的方法中使用较慢的柱温箱升温程序（柱温箱升温程序 1）。根据每个时间段的离子数量，将 SIM 模式下各离子的驻留时间优化为 10–15 ms，以获得足够快的采集速度，从而实现准确且可重现的定量分析。

表 1. Agilent 8697 顶空进样器、Agilent Intuvo 9000 GC 和 Agilent 5977B GC/MSD 系统的分析条件

Agilent Intuvo 9000 GC 和配备高效离子源的 5977B GC/MSD 系统	
参数	设定值
进样口温度	250 °C
衬管	安捷伦超高惰性进样口衬管，分流，内径 4 mm（部件号 5190-2295），不带玻璃毛
载气	He（用于 SIM 模式）；H <sub>2</sub> 和 He（用于扫描模式）
色谱柱流速	恒定流速 基于 SIM 模式的方法：1.0 mL/min (He) 基于扫描模式的方法：0.7 mL/min (H <sub>2</sub> ) 和 1.0 mL/min (He)
分流比	100:1
柱温箱升温程序 1 (基于 SIM 模式的方法)	35 °C (1.82 min)， 以 41.18 °C/min 的速率升至 200 °C， 以 82.37 °C/min 的速率升至 230 °C (3 min)
柱温箱升温程序 2 (基于扫描模式的方法)	35 °C (1.5 min)， 以 50 °C/min 的速率升至 200 °C， 以 100 °C/min 的速率升至 230 °C (3.5 min)
色谱柱	Agilent J&W DB-624 超高惰性 Intuvo 气相色谱柱模块，20 m × 0.18 mm，1 μm (部件号 121-1324-UI-INT)
MSD 传输线	220 °C
质谱离子源	250 °C
质谱四极杆	150 °C
扫描范围	35–300 Da
扫描速度	6,250 u/s (n = 0)
SIM 方法中离子的驻留时间	10–15 ms，取决于每个时间段的离子数量
增益因子	0.5
拉出极	3 mm
Agilent 8697 顶空进样器参数	
8697 定量环体积	1 mL
样品瓶加压气体	N <sub>2</sub>
顶空定量环温度	80 °C
顶空加热炉温度	80 °C
顶空传输线温度	110 °C
样品瓶平衡时间	20 min
样品瓶规格	20 mL，PTFE/硅胶隔垫（部件号 8010-0413）
样品瓶振荡	7 级，136 次振荡/min，加速度 530 cm/S <sup>2</sup>
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	4 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

1  $\mu\text{g/L}$  校准标样（在 SIM 模式下采集）和 20  $\mu\text{g/L}$  标准品（在扫描模式下采集，分别以  $\text{H}_2$  和 He 作为载气）的总离子流色谱图 (TIC) 如图 1 至 3 所示。在较快的柱温箱程序下，分离时间不超过 6 分

钟，额外需要 2 分钟 30 秒进行色谱柱烘烤。在较慢的柱温箱程序下运行分离大约需要 7 分钟，额外需要 2 分钟 30 秒进行色谱柱清洗。

以 He 作为载气并使用柱温箱升温程序 1 时，在色谱分离过程中，共有 12 对化合物无法分离。当使用  $\text{H}_2$  作为载气并用柱温箱程序 2 运行时，相同的 12 对化合物在色谱中也未得到分离。对于这些未分

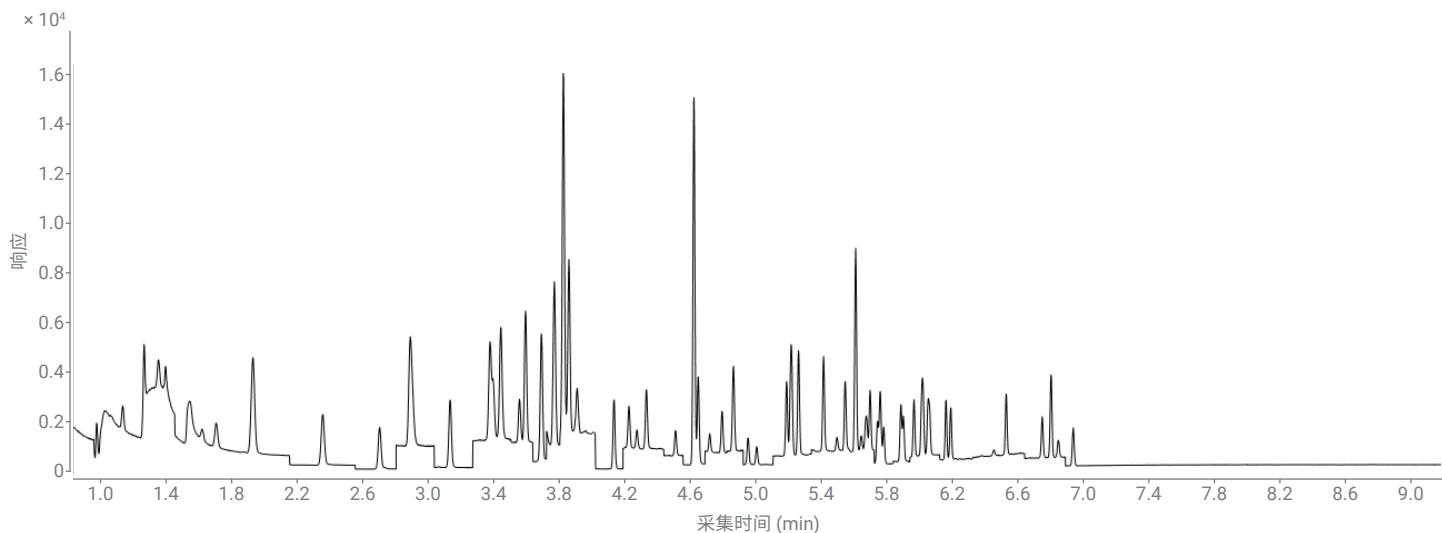


图 1. 以 He 作为载气，使用柱温箱升温程序 1 得到的含有 20% (w/v) NaCl 的 10 mL 水溶液中 1  $\mu\text{g/L}$  VOC 标准品的 TIC SIM

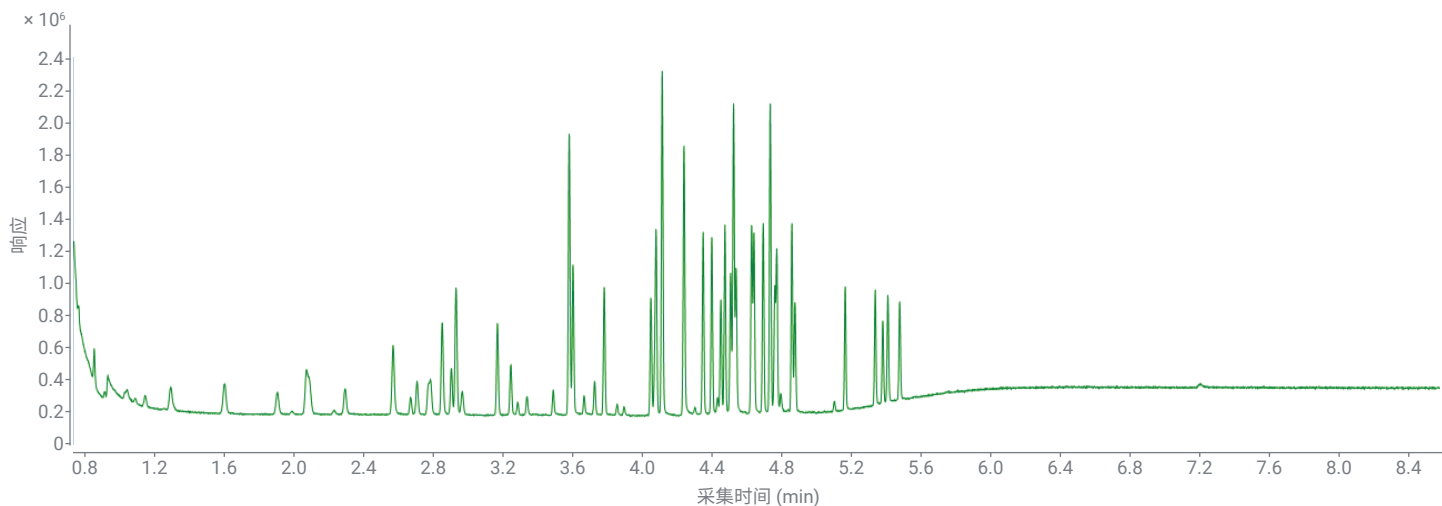


图 2. 以  $\text{H}_2$  作为载气，使用柱温箱升温程序 2 得到的含有 20% (w/v) NaCl 的 10 mL 水溶液中 20  $\mu\text{g/L}$  VOC 标准品的 TIC

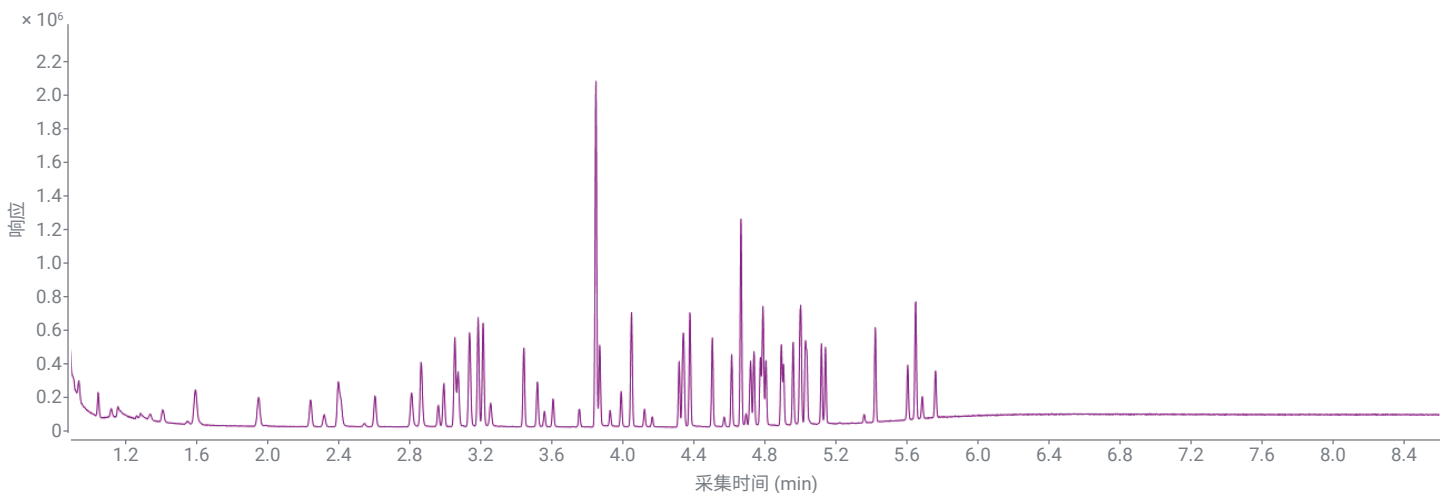


图 3. 以 He 作为载气，使用柱温箱升温程序 2 得到的含有 20% (w/v) NaCl 的 10 mL 水溶液中 20 µg/L VOC 标准品的 TIC

离的化合物，可根据其在 MSD 端选择或提取的定性离子和定量离子进行鉴定和定量。MSD 的额外分离能力是使用高效色谱柱进行快速 VOC 分析的关键原因之一。各化合物的详细保留时间 (RT) 信息见附录 1 至 3。(共洗脱化合物对在附录 1 和 2 中用相同的数字上标进行标记)

基于分析物绝对响应对基于 SIM 和扫描模式的方法的系统重现性进行评估。在 SIM 模式下分析对 1 µg/L 校准品的六份重复样品进行分析。64 种 VOC 的响应 RSD% 在 0.4%–5.9% 范围内 (图 4)。平均 RSD% 为 1.7%，其中两种化合物的精密度大于 4.0%。对于以 H<sub>2</sub> 作为载气的基于扫描模式的方法，10 µg/L 校准品的七份重复样

品的响应精密密度范围为 0.5%–7.2%，且平均 RSD% 为 2.0%。四种化合物的峰面积精密密度均大于 4.0%。利用基于扫描模式的方法并以 He 作为载气所获得的六份 20 µg/L 重复样品的响应精密密度为 1.0%–5.0%，其中五种组分表现出大于 4.0% 的精密密度。测试结果表明，系统具有出色的重现性，采样和检测精密密度优异。

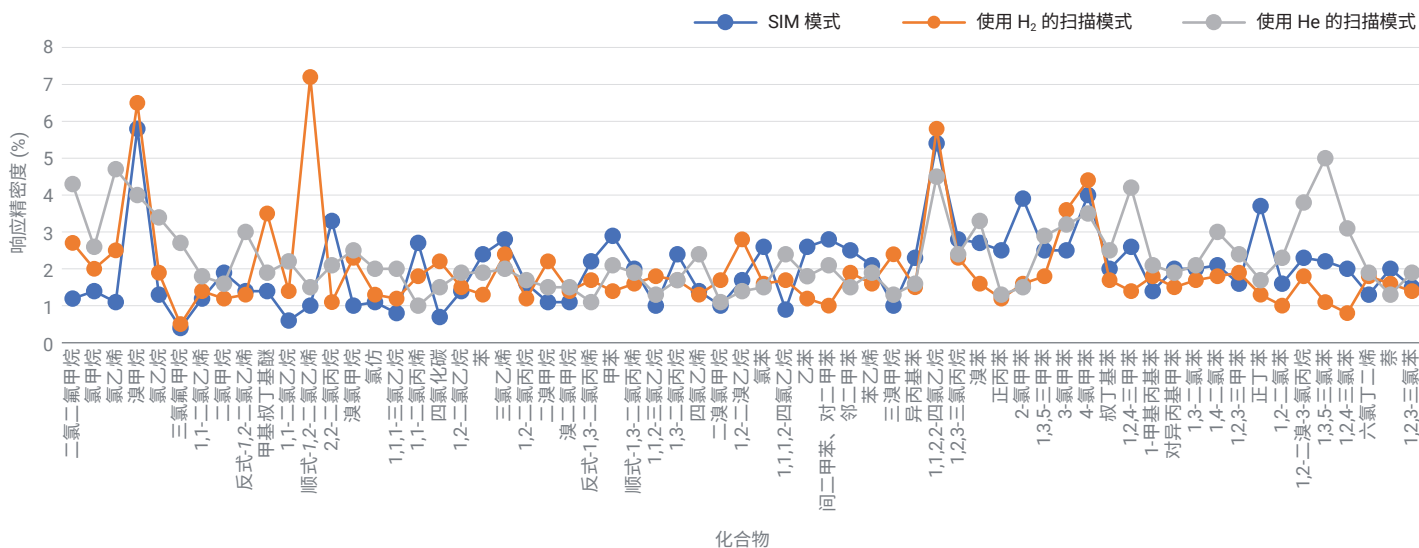


图 4. 在 SIM 和扫描模式下采集的校准标样的峰面积精密密度

基于测试浓度范围（即，基于 SIM 模式的方法为 0.1–20  $\mu\text{g/L}$ ，基于扫描模式的方法为 2–200  $\mu\text{g/L}$ ）内各组分对内标的相对响应，对方法线性进行评估。由于各化合物的响应因子不同，某些化合物在最低校准水平下无法检出。这些化合物的实际线性范围见附录 1 至 3。

在 SIM 模式下，64 种 VOC 表现出良好的线性，相关系数  $R^2$  均大于 0.994，且平均值为 0.998。在基于扫描模式的方法中，当使用  $\text{H}_2$  作为载气时，所有化合物的  $R^2$  均大于 0.995，且平均  $R^2$  为 0.999。以  $\text{He}$  作为载气时，21 种化合物在测试浓度范围内呈线性， $R^2 < 0.99$ 。根据这些结果，在上述系统中，如果线性回归是首选

的定量方法，则建议使用  $\text{H}_2$  作为基于扫描模式的方法的载气。在后续研究中，将对 6 mm 拉出极板进行测试，考察其能否改善使用  $\text{He}$  作为载气的扫描模式方法的线性。

在 TIC SIM 和 TIC 扫描色谱图的前期、中期和后期洗脱的四种代表性化合物如图 5 和 6 所示。

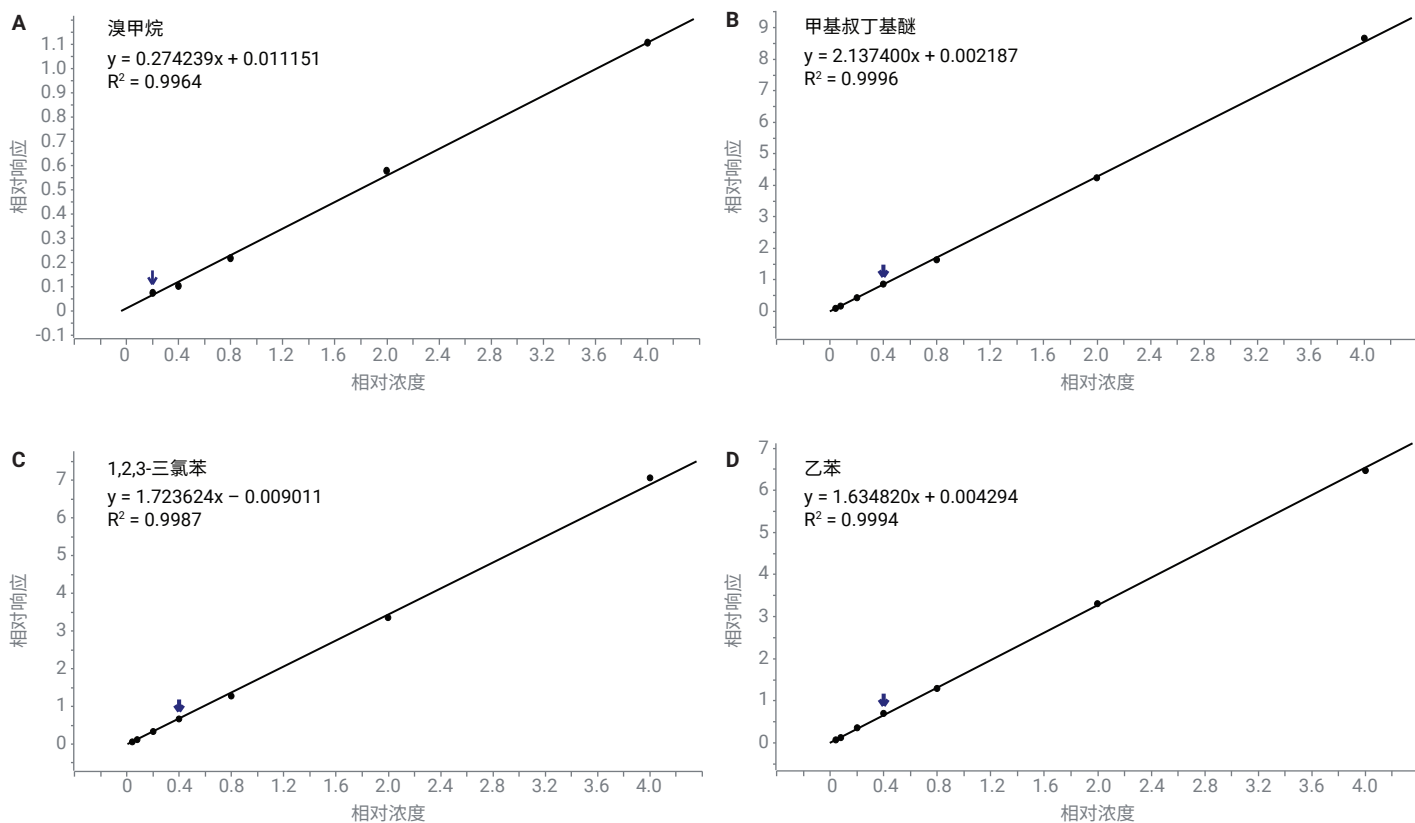


图 5. 在扫描模式下使用  $\text{H}_2$  载气得到的代表性化合物的校准曲线：(A) 溴甲烷， $R^2$  0.9963；(B) 甲基叔丁基醚， $R^2$  0.9996；(C) 1,2,3-三氯苯， $R^2$  0.9987；(D) 乙苯， $R^2$  0.9994。溴甲烷的浓度范围为 10–200  $\mu\text{g/L}$ ，其他三种化合物的浓度范围为 2–200  $\mu\text{g/L}$ ，且校准曲线与权重因子  $1/x$  相关

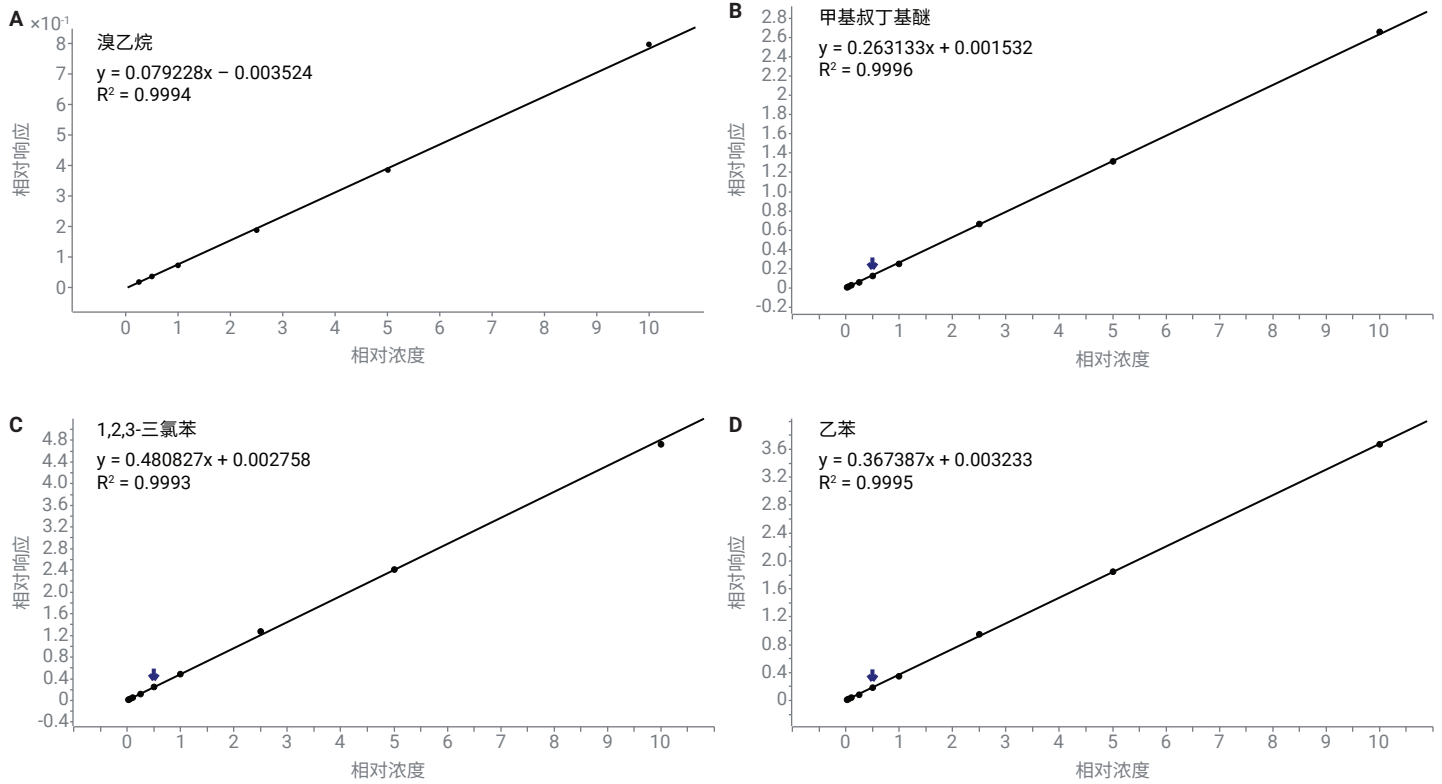


图 6. SIM 模式下代表性化合物的校准曲线：(A) 溴甲烷， $R^2$  0.9994；(B) 甲基叔丁基醚， $R^2$  0.9995；(C) 1,2,3-三氯苯， $R^2$  0.9993；(D) 乙苯， $R^2$  0.9994。校准曲线基于溴甲烷的浓度范围 500 ng/L–20  $\mu$ g/L 以及其他三种化合物的浓度范围 100 ng/L–20  $\mu$ g/L，且与权重因子  $1/x$  相关

针对以不同体积 VOC 工作溶液加标的去离子水，对方法回收率进行评估。测试以 H<sub>2</sub> 作为载气的基于扫描模式的方法在 4、20 和 200 μg/L 下的回收率，所得回收率性能在 62%–113% 的范围内 (图 7)。在 100 ng/L、1 μg/L 和 10 μg/L 等三种浓度

水平下测试 SIM 模式下的回收率性能，所得实验回收率为 72%–116% (图 8)。溴甲烷的回收率往往低于其他组分，并且它是扫描模式下唯一一种回收率低于 70% 的化合物。

对于基于 SIM 和扫描模式的方法，分别基于 200 ng/L 和 10 μg/L 标准品的七份重复样品的平均信噪比 (S/N) 来计算 64 种目标 VOC 的 LOQ。利用 SIM 模式获得的 LOQ 在 0.033–1.51 μg/L 的范围内 (μg/L 相当于实际水样中的 μg/kg)。在扫描模式下

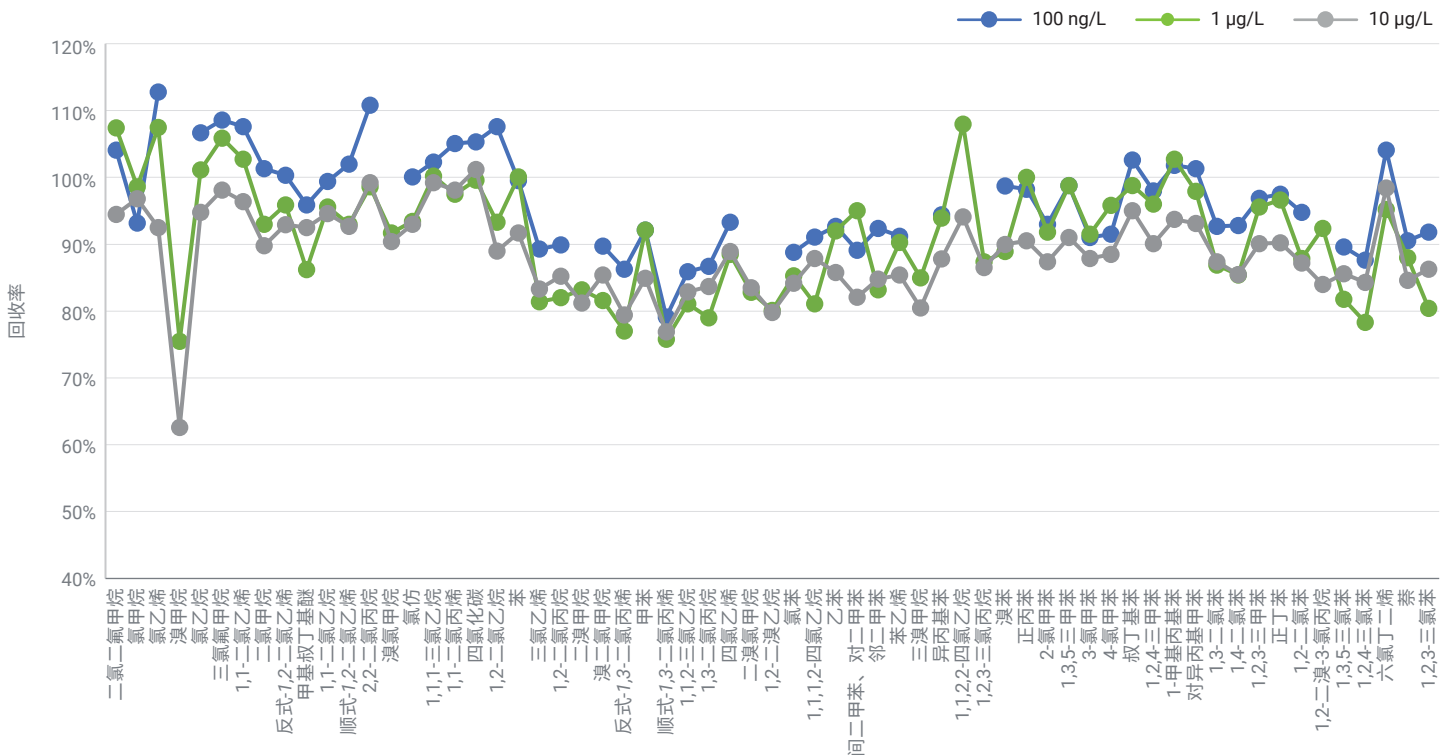


图 7. 三种浓度水平下的回收率性能: 4 μg/L (蓝色)、20 μg/L (绿色) 和 200 μg/L (灰色) (使用以 H<sub>2</sub> 作为载气的基于扫描模式的方法), 一些化合物在 4 μg/L 下无回收率结果, 因为 4 μg/L 下的响应非常小

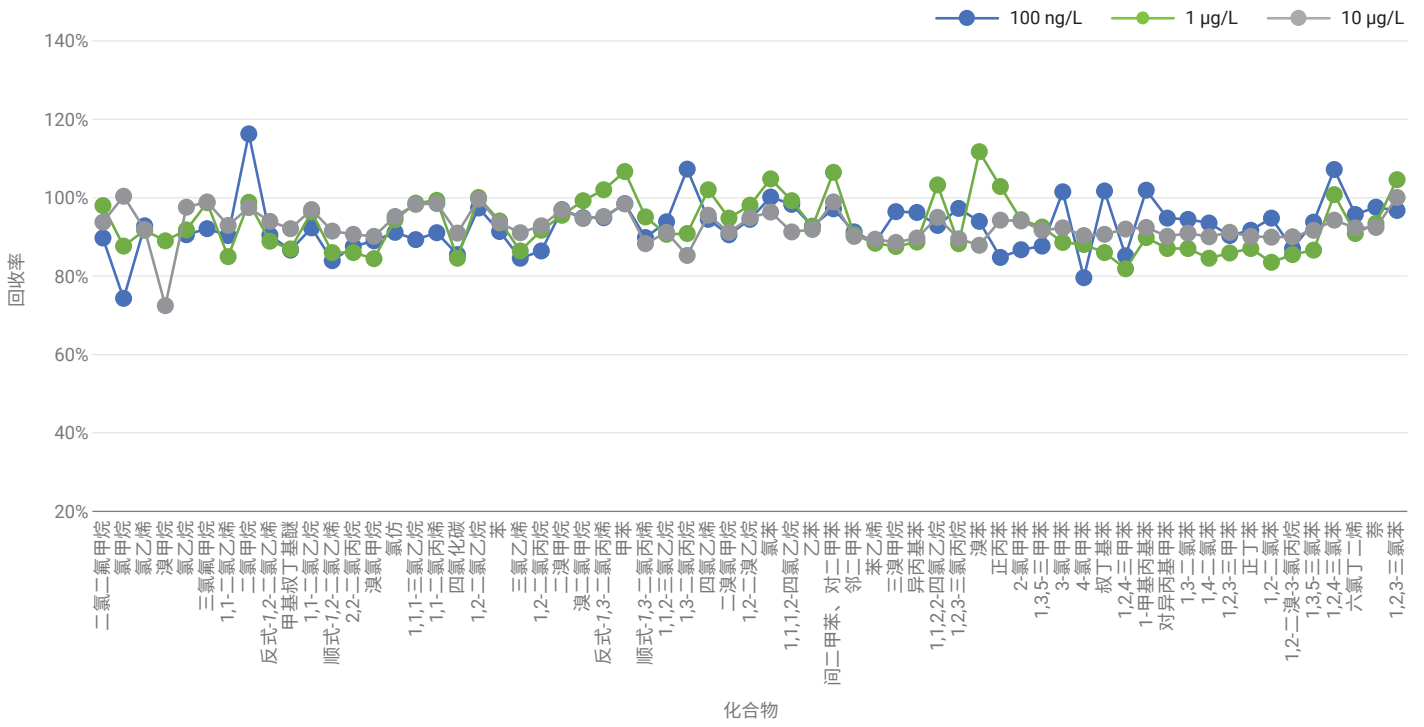


图 8. 三种浓度水平下的回收率性能: 100 ng/L (蓝色)、1 µg/L (绿色) 和 10 µg/L (灰色) (使用基于 SIM 模式的方法)。100 ng/L 溴甲烷无回收率结果

以 H<sub>2</sub> 作为载气所获得的 LOQ 为 0.50–38.16 µg/L。在扫描模式下以 He 作为载气所获得的 LOQ 在 0.239–11.89µg/L 的范围内。以 He 作为载气所获得的 LOQ 优于以 H<sub>2</sub> 作为载气所获得的 LOQ。这在很大程度上是因为，在应用的实验条件下，与 H<sub>2</sub> 载气相比，He 载气的化合物绝对响应更高，背景噪音更低。有关计算得出的 LOQ 的更多详细信息如附录 1 至 3 所示。

使用以 H<sub>2</sub> 作为载气的基于扫描模式的方法对实际自来水样品进行分析。TIC 如图 9 所示。在 2.71 分钟时洗脱的峰为氯仿，且定量结果为 8.97 µg/L。在 2.77、2.91、3.58 和 4.40 分钟处的峰来自 IS 标准品。它们分别为二溴氟甲烷、1,2-二氯苯-d4、甲苯-d8 和 4-溴氟苯。二溴氟甲烷不用作 IS。其在购买时包含在原始 IS

储备液中。根据 NIST 谱库搜索结果，4.80 分钟处的峰可能是辛烯峰。由于原始 VOC 校准标样中不含该组分，因此未进一步确定其鉴定结果。然而，这种意想不到的化合物展示了基于 MSD 扫描模式的 VOC 分析方法的优点之一：一旦实际样品中未知化合物的浓度高于 MSD 检测限，即可对其进行鉴定。

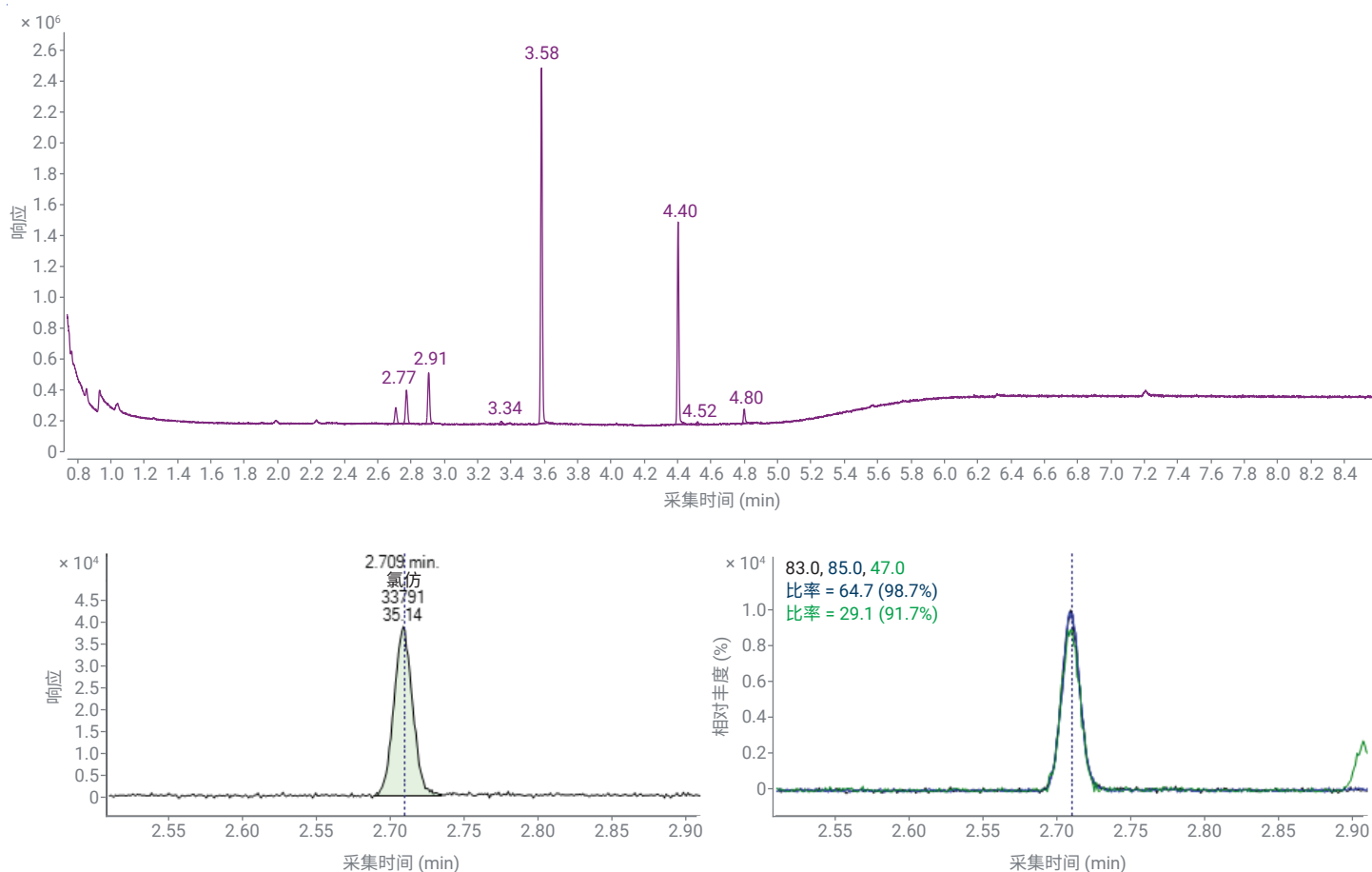


图 9. 自来水样品的 TIC，其中氯仿得到鉴定和定量（使用 H<sub>2</sub> 作为载气）

## 结论

本应用简报展示了使用 Agilent 8697 顶空进样器与 Agilent Intuvo 9000 GC 和 5977B GC/MSD 的联用系统对饮用水中的 VOC 进行快速分析。这一组合平台提供了良好的重现性, 表现为 64 种 VOC 在 SIM 模式和扫描模式下的平均响应精密密度分别达到 1.7% 和 2.0%。对 0.1–20 µg/L (SIM 模式) 和 2–200 µg/L (扫描模式) 之间的线性进行了测试, 所得平均  $R^2$  大于 0.998。SIM 模式下的方法 LOQ

在 0.033–1.51 µg/L 的范围内, 且以  $H_2$  作为载气的扫描模式下的方法 LOQ 在 0.50–38.16 µg/L 的范围内, 满足基于顶空技术的 VOC 分析方法的检测要求。单次分析的 GC 分析周期约为 13 分钟 (柱温箱升温程序时间为 8.5 分钟, 且柱温箱冷却时间为 4 分钟)。借助快速 GC 分析以及 Agilent 8697 顶空进样器的重叠进样能力, 可大幅提高实验室对实际饮用水样品的分析通量。

## 参考文献

1. 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**

Gautschi, P.; Prest, H. 使用静态顶空系统、Agilent 5977BGC/MSD 和高效离子源改善挥发性化合物的分析, *安捷伦科技公司应用简报*, 出版号 5991-6539CHCN, **2016**

## 附录

表 A1. 在应用的操作条件 (以 He 作为载气的基于 SIM 模式的方法) 下得到的仪器线性、LOQ、精密度和方法回收率

名称	RT (min)	CF $R^2$	响应 RSD%	LOQ (µg/kg)	回收率		
					100 ng/kg	1 µg/kg	10 µg/kg
二氯二氟甲烷	1.13	0.9996	1.2	0.156	89.7%	98.0%	93.8%
氯甲烷	1.264	0.9971 (0.2–20 µg/L)	1.4	0.391	74.3%	87.7%	100.4%
氯乙烯	1.352	0.9946 (0.2–20 µg/L)	1.1	0.328	92.8%	91.7%	91.9%
溴甲烷	1.62	0.9994 (0.5–20 µg/L)	5.8	1.515	NA	89.0%	72.5%
氯乙烷	1.703	0.9992	1.3	0.475	90.6%	91.8%	97.6%
三氯氟甲烷	1.926	0.9996	0.4	0.052	92.1%	98.7%	98.9%
1,1-二氯乙烯	2.353	0.9989	1.2	0.077	90.4%	85.0%	92.9%
二氯甲烷	2.7	0.9992	1.9	0.044	116.3%	98.8%	97.5%
反式-1,2-二氯乙烯 <sup>1</sup>	2.885	0.9996 (0.2–20 µg/L)	1.4	0.242	90.5%	88.9%	94.0%
甲基叔丁基醚 <sup>1</sup>	2.901	0.9997	1.4	0.226	86.6%	86.9%	92.1%
1,1-二氯乙烷	3.13	0.9994	0.6	0.057	92.3%	96.3%	97.0%
顺式-1,2-二氯乙烯 <sup>2</sup>	3.436	0.9996 (0.2–20 µg/L)	1.0	0.093	84.0%	86.0%	91.5%
2,2-二氯丙烷 <sup>2</sup>	3.44	0.9998	3.3	0.212	87.6%	86.0%	90.7%
溴氯甲烷	3.553	0.9998	1	0.247	89.0%	84.5%	90.2%
氯仿	3.59	0.9991	1.1	0.032	91.2%	94.4%	95.2%
1,1,1-三氯乙烷	3.685	0.9995	0.8	0.059	89.3%	98.6%	98.3%
1,1-二氯丙烯 <sup>3</sup>	3.759	0.9993	2.7	0.218	91.1%	99.4%	98.5%
四氯化碳 <sup>3</sup>	3.766	0.9993	0.7	0.087	85.5%	84.6%	91.0%
1,2-二氯乙烷 <sup>4</sup>	3.852	0.9994	1.4	0.066	97.4%	100.1%	99.7%
苯 <sup>4</sup>	3.855	0.9998	2.4	0.066	91.4%	94.1%	93.6%
三氯乙烯	4.128	0.9990	2.8	0.062	84.6%	86.4%	91.1%
1,2-二氯丙烷	4.22	0.9987	1.6	0.170	86.4%	91.7%	92.8%

名称	RT (min)	CF R <sup>2</sup>	响应 RSD%	LOQ (µg/kg)	回收率		
					100 ng/kg	1 µg/kg	10 µg/kg
二溴甲烷	4.267	0.9987	1.1	0.270	97.0%	95.5%	96.9%
溴二氯甲烷	4.325	0.9969	1.1	0.056	94.9%	99.2%	94.7%
反式-1,3-二氯丙烯	4.5	0.9992 (0.2-20 µg/L)	2.2	0.254	94.9%	102.0%	95.2%
甲苯	4.64	0.9996	2.9	0.039	98.5%	106.7%	98.4%
顺式-1,3-二氯丙烯	4.71	0.9992 (0.2-20 µg/L)	2	0.426	89.8%	95.1%	88.3%
1,1,2-三氯乙烷	4.786	0.9983	1	0.145	93.9%	90.7%	91.2%
1,3-二氯丙烷 <sup>5</sup>	4.854	0.9993	2.4	0.143	107.3%	90.9%	85.3%
四氯乙烯 <sup>5</sup>	4.857	0.9993	1.4	0.045	94.5%	102.0%	95.5%
二溴氯甲烷	4.944	0.9974	1	0.121	90.6%	94.8%	91.2%
1,2-二溴乙烷	4.999	0.9991	1.7	0.216	94.5%	98.1%	94.9%
氯苯	5.18	0.9994	2.6	0.054	100.2%	104.8%	96.4%
1,1,1,2-四氯乙烷 <sup>6</sup>	5.205	0.9969	0.9	0.128	98.3%	99.2%	91.3%
乙苯 <sup>6</sup>	5.212	0.9995	2.6	0.126	92.7%	92.6%	91.9%
间二甲苯、对二甲苯 <sup>7</sup>	5.25	0.9992	2.8	0.089	97.2%	106.5%	98.9%
邻二甲苯 <sup>8</sup>	5.404	0.9992	2.5	0.181	91.3%	90.6%	90.2%
苯乙烯 <sup>8</sup>	5.406	0.9993	2.1	0.131	88.6%	88.4%	89.4%
三溴甲烷	5.488	0.9985	1	0.184	96.5%	87.6%	88.6%
异丙基苯	5.537	0.9991	2.3	0.068	96.2%	88.7%	89.7%
1,1,2,2-四氯乙烷	5.634	0.9988 (0.2-20 µg/L)	5.4	0.293	92.9%	103.3%	95.0%
1,2,3-三氯丙烷 <sup>9</sup>	5.662	0.9987 (0.2-20 µg/L)	2.8	0.328	97.3%	88.3%	89.5%
溴苯 <sup>9</sup>	5.67	0.9998	2.7	0.155	94.0%	111.7%	87.9%
正丙苯	5.69	0.9996	2.5	0.121	84.8%	102.9%	94.3%
2-氯甲苯	5.734	0.9982	3.9	0.167	86.7%	94.4%	94.1%
1,3,5-三甲苯 <sup>10</sup>	5.749	0.9983	2.5	0.123	87.7%	92.5%	91.7%
3-氯甲苯 <sup>10</sup>	5.75	0.9985	2.5	0.195	101.5%	88.6%	92.3%
4-氯甲苯	5.77	0.9976	4	0.209	79.6%	88.1%	90.4%
叔丁基苯	5.879	0.9987	2	0.188	101.7%	86.0%	90.7%
1,2,4-三甲苯	5.892	0.9983	2.6	0.141	85.2%	81.9%	92.0%
1-甲基丙基苯	5.96	0.9977	1.4	0.087	101.9%	89.8%	92.4%
对异丙基甲苯 <sup>11</sup>	6.005	0.9969	2.0	0.173	94.8%	87.0%	90.1%
1,3-二氯苯 <sup>11</sup>	6.012	0.9975	2.0	0.069	94.5%	87.1%	91.0%
1,4-二氯苯 <sup>12</sup>	6.044	0.9976	2.1	0.086	93.6%	84.6%	90.0%
1,2,3-三甲苯 <sup>12</sup>	6.053	0.9975	1.6	0.153	90.4%	85.9%	91.2%
正丁苯	6.152	0.9979	3.7	0.163	91.7%	87.0%	90.1%
1,2-二氯苯	6.181	0.9980	1.6	0.080	94.8%	83.5%	89.9%
1,2-二溴-3-氯丙烷	6.444	0.9992 (0.5-20 µg/L)	2.3	0.837	87.0%	85.5%	90.0%
1,3,5-三氯苯	6.52	0.9997	2.2	0.145	93.8%	86.6%	91.7%
1,2,4-三氯苯	6.739	0.9996	2	0.214	107.2%	100.8%	94.3%
六氯丁二烯	6.793	0.9991	1.3	0.069	95.7%	90.9%	92.3%
萘	6.838	0.9995	2	0.149	97.6%	93.5%	92.4%
1,2,3-三氯苯	6.93	0.9993	1.5	0.232	96.8%	104.6%	100.1%

具有相同上标的化合物共洗脱。

表 A2. 在应用的操作条件（以 H<sub>2</sub> 作为载气的基于扫描模式的方法）下得到的仪器线性、LOQ、精密度和方法回收率

名称	RT (min)	CF R <sup>2</sup>	响应 RSD%	LOQ (µg/kg)	回收率		
					4 µg/kg	20 µg/kg	200 µg/kg
二氯二氟甲烷	0.770	0.9999	2.7	6.63	104.1%	107.4%	94.5%
氯甲烷	0.854	0.9996	2	4.38	93.2%	98.6%	96.8%
氯乙烯	0.915	0.9992	2.5	5.21	112.8%	107.5%	92.5%
溴甲烷	1.089	0.9963 (10–200 µg/L)	6.5	34.60	NA	75.5%	62.6%
氯乙烷	1.144	0.9992	1.9	7.97	106.7%	101.1%	94.8%
三氯氟甲烷	1.292	0.9998	0.5	4.22	108.6%	105.9%	98.1%
1,1-二氯乙烯	1.598	0.9995	1.4	4.82	107.6%	102.7%	96.4%
二氯甲烷	1.908	0.9997	1.2	2.81	101.3%	93.0%	89.8%
反式-1,2-二氯乙烯 <sup>1</sup>	2.070	0.9995	1.3	4.33	100.3%	95.9%	92.9%
甲基叔丁基醚 <sup>1</sup>	2.089	0.9996	3.5	4.25	95.9%	86.2%	92.5%
1,1-二氯乙烷	2.296	0.9997	1.4	3.41	99.4%	95.6%	94.6%
顺式-1,2-二氯乙烯 <sup>2</sup>	2.570	0.9997	7.2	9.71	102.0%	93.0%	92.7%
2,2-二氯丙烷 <sup>2</sup>	2.570	0.9988	1.1	3.37	110.8%	98.6%	99.2%
溴氯甲烷	2.671	0.9994 (10–200 µg/L)	2.3	20.87	NA	91.7%	90.4%
氯仿	2.706	0.9996	1.3	3.04	100.1%	93.4%	93.0%
1,1,1-三氯乙烷	2.784	0.9988	1.2	2.60	102.3%	100.2%	99.2%
1,1-二氯丙烯 <sup>3</sup>	2.852	0.9993	1.8	3.79	105.1%	97.5%	98.1%
四氯化碳 <sup>3</sup>	2.852	0.9990	2.2	10.85	105.3%	99.6%	101.2%
1,2-二氯乙烷 <sup>4</sup>	2.933	0.9994	1.5	1.64	107.6%	93.3%	89.0%
苯 <sup>4</sup>	2.931	0.9997	1.3	2.78	99.5%	100.1%	91.7%
三氯乙烯	3.166	0.9990	2.4	2.52	89.3%	81.4%	83.3%
1,2-二氯丙烷	3.244	0.9987 (4–200 µg/L)	1.2	4.29	89.9%	82.0%	85.2%
二溴甲烷	3.285	0.9995 (10–200 µg/L)	2.2	9.16	NA	83.2%	81.2%
溴二氯甲烷	3.337	0.9995	1.4	5.06	89.7%	81.6%	85.4%
反式-1,3-二氯丙烯	3.488	0.9991	1.7	5.23	86.3%	77.0%	79.4%
甲苯	3.602	0.9992	1.4	1.39	92.1%	92.1%	84.9%
顺式-1,3-二氯丙烯	3.665	0.9991 (4–200 µg/L)	1.6	10.18	79.1%	75.8%	76.9%
1,1,2-三氯乙烷	3.726	0.9994 (4–200 µg/L)	1.8	6.98	85.9%	81.1%	82.9%
1,3-二氯丙烷 <sup>5</sup>	3.779	0.9991	1.7	2.00	86.7%	79.0%	83.7%
四氯乙烯 <sup>5</sup>	3.780	0.9992	1.3	1.43	93.3%	88.5%	88.9%
二溴氯甲烷	3.854	0.9994 (10–200 µg/L)	1.7	15.67	NA	82.8%	83.5%
1,2-二溴乙烷	3.893	0.9995 (10–200 µg/L)	2.8	8.26	NA	80.1%	79.8%
氯苯	3.049	0.9996	1.6	0.50	88.8%	85.3%	84.2%
1,1,1,2-四氯乙烷 <sup>6</sup>	4.071	0.9986	1.7	6.12	91.1%	81.1%	87.9%
乙苯 <sup>6</sup>	4.077	0.9994	1.2	1.54	92.7%	92.0%	85.8%
间二甲苯、对二甲苯 <sup>7</sup>	4.113	0.9968	1	0.91	89.1%	95.0%	82.1%
邻二甲苯 <sup>8</sup>	4.236	0.9992	1.9	1.53	92.4%	83.2%	84.8%
苯乙烯 <sup>8</sup>	4.240	0.9996	1.6	1.12	91.2%	90.3%	85.4%

名称	RT (min)	CF R <sup>2</sup>	响应 RSD%	LOQ (µg/kg)	回收率		
					4 µg/kg	20 µg/kg	200 µg/kg
三溴甲烷	4.301	0.9997 (10–200 µg/L)	2.4	12.00	NA	85.0%	80.5%
异丙基苯	4.347	0.9996	1.5	0.72	94.4%	93.9%	87.8%
1,1,2,2-四氯乙烷	4.429	0.9986 (10–200 µg/L)	5.8	25.56	NA	108.0%	94.1%
1,2,3-三氯丙烷 <sup>9</sup>	4.451	0.9988 (10–200 µg/L)	2.3	10.0	NA	87.4%	86.5%
溴苯 <sup>9</sup>	4.451	0.9991	1.6	8.35	98.7%	88.9%	90.0%
正丙苯	4.473	0.9995	1.2	1.10	98.2%	100.0%	90.5%
2-氯甲苯	4.505	0.9996	1.6	2.00	93.0%	91.8%	87.4%
1,3,5-三甲苯 <sup>10</sup>	4.522	0.9997	1.8	1.02	98.8%	98.8%	91.0%
3-氯甲苯 <sup>10</sup>	4.523	0.9982	3.6	1.96	91.0%	91.5%	87.9%
4-氯甲苯	4.537	0.9991	4.4	1.92	91.5%	95.8%	88.5%
叔丁基苯	4.627	0.9995	1.7	2.33	102.6%	98.8%	95.0%
1,2,4-三甲苯	4.639	0.9998	1.4	1.16	98.0%	96.0%	90.1%
1-甲基丙基苯	4.692	0.9998	1.8	0.89	101.8%	102.7%	93.7%
对异丙基甲苯 <sup>11</sup>	4.733	0.9998	1.5	0.63	101.3%	97.9%	93.1%
1,3-二氯苯 <sup>11</sup>	4.733	0.9995	1.7	0.94	92.7%	86.9%	87.4%
1,4-二氯苯 <sup>12</sup>	4.761	0.9994	1.8	0.81	92.8%	85.4%	85.5%
1,2,3-三甲苯 <sup>12</sup>	4.769	0.9996	1.9	1.14	96.9%	95.6%	90.1%
正丁苯	4.858	0.9997	1.3	1.48	97.5%	96.6%	90.2%
1,2-二氯苯	4.874	0.9995	1	0.78	94.8%	87.9%	87.2%
1,2-二溴-3-氯丙烷	5.103	0.9990 (10–200 µg/L)	1.8	38.16	NA	92.4%	84.0%
1,3,5-三氯苯	5.163	0.9982	1.1	0.96	89.6%	81.8%	85.6%
1,2,4-三氯苯	5.336	0.9986	0.8	1.07	87.6%	78.3%	84.3%
六氯丁二烯	5.380	0.9957	1.8	1.03	104.1%	95.2%	98.4%
萘	5.410	0.9990	1.6	0.88	90.5%	88.0%	84.6%
1,2,3-三氯苯	5.478	0.9987	1.4	1.59	91.8%	80.4%	86.3%

具有相同上标的化合物共洗脱。

表 A3. 在应用的操作条件（以 He 作为载气的基于扫描模式的方法）下得到的仪器线性、LOQ 和精密度

名称	RT (min)	CF R <sup>2</sup>	响应 RSD%	LOQ (µg/kg)
二氯二氟甲烷	0.938	0.9991	4.3	0.733
氯甲烷	1.046	0.9996	2.6	2.332
氯乙烯	1.122	0.9997	4.7	5.821
溴甲烷	1.335	0.9941 (4-200 µg/L)	4	11.891
氯乙烷	1.411	0.9998	3.4	4.777
三氯氟甲烷	1.593	0.9996	2.7	1.163
1,1-二氯乙烯	1.946	0.9958	1.8	2.092
二氯甲烷	2.244	0.9997	1.6	3.174
反式-1,2-二氯乙烯	2.399	0.9972	3	1.860
甲基叔丁基醚	2.416	0.9784	1.9	1.537
1,1-二氯乙烷	2.606	0.9996	2.2	0.962
顺式-1,2-二氯乙烯	2.863	0.9883	1.5	2.604
2,2-二氯丙烷	2.864	0.9969	2.1	3.231
溴氯甲烷	2.96	0.9992	2.5	5.000
氯仿	2.991	0.9998	2	0.650
1,1,1-三氯乙烷	3.071	0.9993	2	0.616
1,1-二氯丙烯	3.136	0.9846	1	3.704
四氯化碳	3.139	0.9995	1.5	1.392
1,2-二氯乙烷	3.213	0.9945	1.9	3.033
苯	3.213	0.9995	1.9	0.798
三氯乙烯	3.442	0.9989	2	0.639
1,2-二氯丙烷	3.517	0.9986	1.7	2.000
二溴乙烷	3.559	0.9943	1.5	1.000
溴二氯甲烷	3.606	0.9934	1.5	0.517
反式-1,3-二氯丙烯	3.754	0.9984	1.1	3.535
甲苯	3.87	0.9959	2.1	0.558
顺式-1,3-二氯丙烯	3.928	0.9985	1.9	4.697
1,1,2-三氯乙烷	3.987	0.9935	1.3	5.642
1,3-二氯丙烷	4.044	0.9987	1.7	2.709
四氯乙烯	4.048	0.9980	2.4	0.239
二溴氯甲烷	4.125	0.9946	1.1	1.457
1,2-二溴乙烷	4.166	0.9966	1.4	2.857

名称	RT (min)	CF R <sup>2</sup>	响应 RSD%	LOQ (µg/kg)
氯苯	4.317	0.9974	1.5	0.391
1,1,1,2-四氯乙烷	4.334	0.9958	2.4	0.460
乙苯	4.342	0.9699	1.8	1.258
间二甲苯、对二甲苯	4.377	0.9624	2.1	0.792
邻二甲苯	4.502	0.9671	1.5	3.370
苯乙烯	4.503	0.9646	1.9	1.787
三溴甲烷	4.612	0.9944	1.3	4.138
异丙基苯	4.683	0.9682	1.6	1.284
1,1,2,2-四氯乙烷	4.694	0.9526	4.5	4.434
1,2,3-三氯丙烷	4.713	0.9773	2.4	2.546
溴苯	4.72	0.9981	3.3	1.602
正丙苯	4.736	0.9872	1.3	1.093
2-氯甲苯	4.775	0.9945	1.5	2.078
1,3,5-三甲苯	4.784	0.9760	2.9	1.683
3-氯甲苯	4.79	0.9925	3.2	1.749
4-氯甲苯	4.804	0.9951	3.5	2.058
叔丁基苯	4.892	0.9873	2.5	3.213
1,2,4-三甲苯	4.904	0.9739	4.2	1.673
1-甲基丙基苯	4.959	0.9888	2.1	1.204
对异丙基甲苯	4.995	0.9803	1.9	1.491
1,3-二氯苯	5.001	0.9959	2.1	0.784
1,4-二氯苯	5.027	0.9988	3	0.887
1,2,3-三甲苯	5.035	0.9844	2.4	1.336
正丁苯	5.117	0.9890	1.7	1.725
1,2-二氯苯	5.139	0.9980	2.3	0.927
1,2-二溴-3-氯丙烷	5.36	0.9896 (5-200 µg/L)	3.8	5.731
1,3,5-三氯苯	5.421	0.9959	5	0.345
1,2,4-三氯苯	5.603	0.9968	3.1	0.623
六氯丁二烯	5.647	0.9806	1.9	0.462
萘	5.683	0.9871	1.3	2.180
1,2,3-三氯苯	5.758	0.9968	1.9	1.414

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://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](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

DE53638723

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，2021  
2021 年 12 月 27 日，中国出版  
5994-4449ZHCN

