

使用 Agilent 8860 气相色谱仪和 7697A 顶空进样器分析饮用水

作者

Ian Eisele
安捷伦科技有限公司
Wilmington, DE, USA
Youjuan Zhang
安捷伦科技（上海）有限公司
中国上海

摘要

采用多种类型的检测和样品引入的分析，证明 Agilent 8860 气相色谱仪的灵活性。采用顶空进样挥发性卤代烃和芳香烃以便 FID 和 ECD 检测，并使用 FPD 对有机磷农药进行检测。可配置单个 8860 气相色谱仪来运行两种分析。

前言

挥发性卤代烃和芳香烃可通过各种来源进入地下水层。例如，苯可以从石油生产和储存基地渗入地下水。顶空进样由于仅需极少的样品前处理，非常适合检测水中的上述污染物。

有机磷农药凭借其高功效和短残留时间，成为了应用最广泛的农药。然而，水中有机磷农药的污染问题受到了越来越多的关注。有机磷农药检测是水质检测的重要组成部分。气相色谱分析凭借其高效、准确度和灵敏度，广泛应用于有机磷农药的残留分析。

实验部分

仪器

采用 Agilent 7697A 顶空进样器对挥发性卤代烃和芳香烃进行了分析，该法可直接分析水样（图 1）。将顶空传输线安装在 Agilent 8860 气相色谱仪的分流/不分流进样口。在两色谱柱之间使用无吹扫的微板流路控制技术 (CFT) 分流器对样品进行分流。色谱柱 1 为 Agilent J&W DB-624 超高惰性色谱柱，与火焰离子化检测器 (FID) 连接，用于芳香烃检测。色谱柱 2 为 Agilent HP-5ms 超高惰性色谱柱，与电子捕获检测器 (ECD) 连接，用于卤代烃检测。表 1 列出了仪器条件。

使用配备 Agilent J&W DB-1701 色谱柱和火焰光度检测器 (FPD) 的 8860 气相色谱仪对有机磷农药进行了分析。使用配备 5 μ L 进样针和分流/不分流进样口的 Agilent 7693A 50 样品瓶自动液体进样器。表 2 列出了仪器条件。

试剂与标准品

将纯溶剂（纯度 > 99.99%，Sigma-Aldrich）溶于 99.9% 甲醇中，制得三种卤代烃和五种芳香烃标准品。在顶空样品瓶中将储备标准品加入 5 mL 水中，制得 6 个校准浓度。最终芳香烃浓度约为 250、1000、1500、2000、5000 和 10000 μ g/L，卤代烃浓度约为 20、50、100、200、500 和 1000 μ g/L。

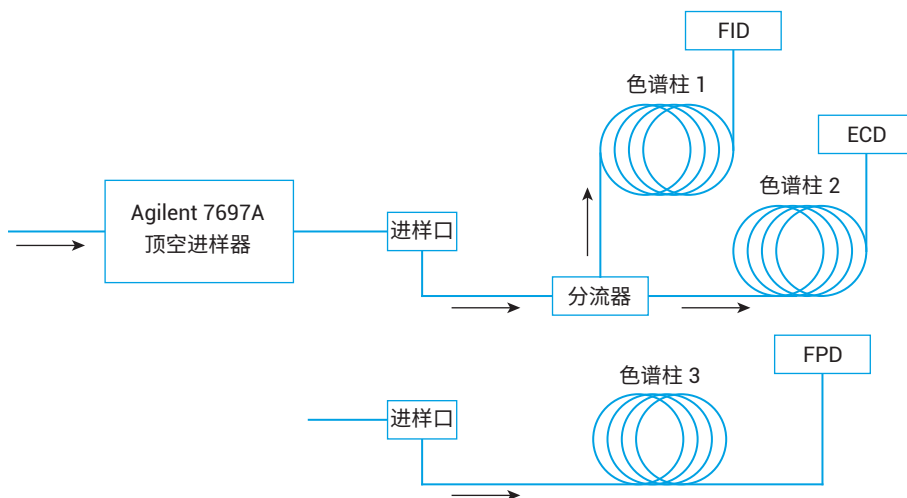


图 1. 配备 Agilent 7697A 顶空进样器的 Agilent 8860 气相色谱仪配置图

表 1. 挥发性卤代烃和芳香烃的分析方法条件

顶空	
柱温箱	70 °C
定量环	70 °C
传输线温度	100 °C
样品瓶平衡时间	40.00 min
进样持续时间	0.50 min
样品瓶振荡	级别 1
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	默认
进样口 (SSL)	
模式	分流
加热器	开启, 250 °C
压力	10.795 psi
载气	氮气
分流比	50:1
分流流速	50 mL/min
隔垫吹扫	3 mL/min
衬管	分流, 直型, 2 mm 内径超高惰性衬管 (部件号 5190-6168)
色谱柱	
色谱柱 1	Agilent DB-624 UI (部件号 122-1334UI)
尺寸	30 m × 250 µm, 1.40 µm
色谱柱 2	Agilent HP-5ms UI (部件号 19091S-433UI)
尺寸	30 m × 250 µm, 0.25 µm
流速	1 mL/min, 恒流模式
保留间隙柱	0.2 m × 250 µm
CFT 装置	双通道 T 形, 部件号 G3184-60065
柱温箱	
初始	40 °C 保持 2 min
	速率 (°C/min) 值 (°C) 保持时间 (min)
	6 120 4
色谱柱 1 检测器 (FID)	
加热器	250 °C
空气	400 mL/min
H ₂	30 mL/min
补偿气流速	氮气, 25 mL/min
色谱柱 2 检测器 (ECD)	
加热器	300 °C
补偿气流速	氮气, 60 mL/min

表 2. 有机磷农药的分析方法条件

进样口 (SSL)	
模式	不分流
加热器	开启, 230 °C
压力	13.5
载气	氮气
吹扫时间	0.75 min
吹扫流速	60 mL/min
隔垫吹扫	关闭
衬管	不分流 (部件号 5190-2293)
进样量	1 µL
色谱柱	
色谱柱 3	Agilent DB-1701 (部件号 122-0732)
尺寸	30 m × 250 µm, 0.25 µm
流速	1 mL/min, 恒流模式
柱温箱	
初始	100 °C 保持 0 min
	速率 (°C/min) 值 (°C) 保持时间 (min)
	25 170 0
	15 210 1
	10 220 0
	15 240 5
色谱柱 1 检测器 (FPD+)	
传输线温度	270 °C
燃烧室	150 °C
空气	60 mL/min
H ₂	60 mL/min
补偿气流速	氮气, 60 mL/min

6 种有机磷农药标准品均购自上海安谱科学仪器有限公司。各组分的浓度均为 100 $\mu\text{g/mL}$ 。用二氯甲烷配制含 6 种化合物的储备液，最终浓度为 1000 $\mu\text{g/L}$ 。每个校准浓度准备 6 个样品瓶，通过加标不同量的储备液获得所需浓度。配制得到的校准标准溶液的浓度分别为 20、50、100、200、500 和 1000 $\mu\text{g/L}$ 。

结果与讨论

挥发性卤代烃和芳香烃

挥发性卤代烃和芳香烃在各自通道中得到良好分离（图 2）。此配置获得了出色的峰面积和保留时间重现性。10 种加标水样中所有化合物的峰面积 %RSD 均不超过 2.46%，保留时间 %RSD 均不超过 0.017%（表 3）。每种组分的校准相关系数 (R^2) 高于 0.9994。

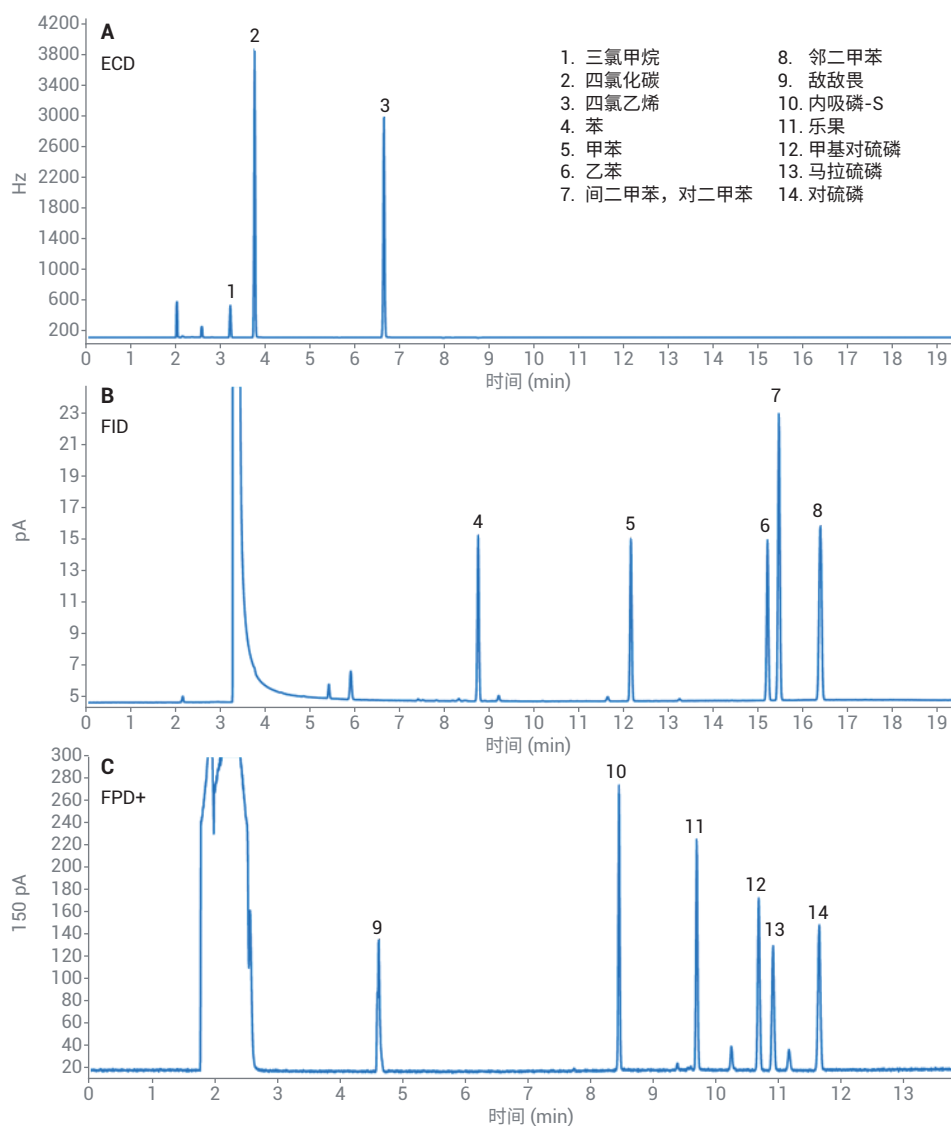


图 2. 水中加标的挥发性卤代烃和芳香烃的 ECD 色谱图 (A) 和 FID 色谱图 (B)。有机磷农药标准品的 FPD+ 色谱图 (C)

有机磷农药

图 2 显示浓度为 100 µg/L 时 6 种有机磷农药的色谱图示例。8860 气相色谱系统可为这些化合物提供良好的峰形和分离度，显示出从进样口到检测器的流路的高度惰性。如表 4 所示，所有这些化合物的相关系数均高于 0.9995。对 100 µg/L 的混标进样 6 次测试重现性。表 4 展示了出色的保留时间和峰面积重现性。所有化合物的保留时间 %RSD 均不超过 0.019%，峰面积 %RSD 均不超过 1.83%。

结论

Agilent 8860 气相色谱仪的灵活性可实现在单个系统中配置多种采样技术和三种不同的检测器。该系统可为各种分析物类型提供出色的结果。Agilent 7697A 顶空进样器的加入使该系统成为饮用水分析的通用工具。

表 3. 挥发性卤代烃和芳香烃的重现性与校准性能

化合物	峰面积 %RSD (n = 10)	保留时间 %RSD (n = 10)	校准 R ²
三氯甲烷	1.54	0.017	0.9999
四氯化碳	2.46	0.014	0.9995
四氯乙烯	2.15	0.010	0.9998
苯	1.85	0.008	0.9997
甲苯	1.88	0.006	0.9996
乙苯	1.79	0.008	0.9995
间二甲苯、对二甲苯	1.75	0.007	0.9995
邻二甲苯	1.46	0.009	0.9994

表 4. 有机磷农药的重现性与校准性能

化合物	峰面积 %RSD (n = 6)	保留时间 %RSD (n = 6)	校准 R ²
敌敌畏	1.36	0.017	0.9999
内吸磷-S	1.44	0.004	0.9998
乐果	1.56	0.009	0.9997
甲基对硫磷	1.48	0.015	0.9996
马拉硫磷	1.34	0.013	0.9999
对硫磷	1.83	0.019	0.9996

参考文献

1. Wang, C. X.; Zhang, J. Q.; Na, S. 使用通用 Agilent 7890B 气相色谱系统和 Agilent 7697A 顶空进样器分析水中的挥发性卤代烃、芳烃和有机磷农药, *安捷伦科技公司应用简报*, 出版号 5991-2787CHCN
2. Bureau of Environmental Protection of the People's Republic of China, *Water and Wastewater Monitoring Methods (Fourth Edition)*

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

本文中的信息、说明和指标如有变更,恕不另行通知。