

利用 Intuvo 9000 气相色谱仪减少 8270D 方法的分析时间

技术优势：Agilent Intuvo 9000 气相色谱仪联用
Agilent 5977A MSD



作者

Matthew Giardina^a

Mark Johnston^b

Bruce D. Quimby^a

Anastasia Andrianova^a

^a安捷伦科技有限公司,
美国威明顿市

^bTest America, Inc,
新泽西州爱迪生市

摘要

美国国家环境保护局 (EPA) 出版的方法 8270D 中，描述了半挥发性有机化合物 (SVOC) 定量的要求和方法。本应用简报介绍了在 Agilent Intuvo 9000 气相色谱仪上，将为 EPA 8270D 开发的 GC 方法（使用 30 m × 0.25 mm 色谱柱）转换到电加热的 20 m × 0.18 mm 色谱柱上，后者分析速度更快。

前言

EPA 方法 8270D 提供了 GC/MS 定量分析从固体废物、土壤、水或空气中提取的 SVOC 的程序和要求¹。通常，我们将 0.25 mm 内径的 30 m 毛细管柱 (30 m × 0.25 mm) 与标准对流式色谱柱加热器配套使用。通过细致的优化，运行时间可缩短至 20 分钟以内。为进一步缩短运行

时间，一些实验室开始研究使用内径更小的色谱柱来改善分离动力学和色谱柱电加热，以期提高程序升温速率并加快冷却速度。本应用简报展示了在 Intuvo 9000 气相色谱仪上，将为 EPA 8270D 开发的 GC 方法（使用 30 m × 0.25 mm 色谱柱）转换到电加热的 20 m × 0.18 mm 色谱柱上，后者分析速度更快。

实验部分

样品

实验样品为 110 种 50 µg/mL 的酸、碱和中性物质以及六种 40 µg/mL 的内标的二氯甲烷溶液。

仪器方法

表 1. 仪器方法

	原始方法	转换后的方法
GC	Intuvo 9000 气相色谱仪，配备简单的 MS 流路和分流/不分流芯片式保护柱 (G4587-60565)	Intuvo 9000 气相色谱仪，配备简单的 MS 流路和分流/不分流芯片式保护柱 (G4587-60565)
MS	Agilent 5977A MSD，配备惰性 EI 源和 6 mm 拉出极板	5977A MSD，配备惰性 EI 源和 6 mm 拉出极板
色谱柱	Agilent J&W DB-UI 8270D Intuvo 气相色谱柱，30 m × 0.25 mm, 0.25 µm (部件号 122-9732-INT)	J&W DB-5ms UI Intuvo 气相色谱柱，20 m × 0.18 mm, 0.18 µm (部件号 121-5522UI-INT)
衬管	带玻璃毛的超高惰性不分流单细径锥衬管 (部件号 5190-2293)	带玻璃毛的超高惰性低压降分流衬管 (部件号 5190-2295)
进样量	1 µL	1 µL
进样口	不分流 250 °C 0.2 分钟时吹扫流速为 50 mL/min 隔垫吹扫切换流量模式 3 mL/min	分流 250 °C 分流比 10:1 隔垫吹扫 3 mL/min
色谱柱压力/流速	7 psi，保持 0 分钟 90 psi/min 至 30 psi，保持 0.1 分钟 99 psi/min 至 13 psi，保持 2.6 分钟 1.5 psi/min 至 34 psi	1.2 mL/min
芯片式保护柱升温程序	45 °C，保持 0.5 分钟 20 °C/min 至 100 °C 25 °C/min 至 270 °C 10 °C/min 至 310 °C	200 °C，保持 0.4 分钟 25 °C/min 至 100 °C 32 °C/min 至 270 °C 12.5 °C/min 至 310 °C
柱温程序	45 °C，保持 0.5 分钟 20 °C/min 至 100 °C 25 °C/min 至 270 °C 10 °C/min 至 310 °C，保持 2.45 分钟	45 °C，保持 0.4 分钟 25 °C/min 至 100 °C 32 °C/min 至 270 °C 12.5 °C/min 至 310 °C，保持 1.95 分钟
总线温度	310 °C	310 °C
传输线温度	300 °C	320 °C
离子源温度	300 °C	350 °C
四极杆温度	150 °C	200 °C

结果与讨论

原始方法在内径 0.25 mm，膜厚 0.25 μm ，长 30 m 的色谱柱上进行了优化。为获得所有目标化合物的理想分离度，方法使用了四个程序升温 and 四个程序升压（表 1）。为提高分析速度，使用安捷伦方法转换软件将方法转换到具有相同相比率 ($\beta = 250$) 的窄径色谱柱 (20 m \times 0.18 mm, 0.18 μm)。首先，将原始方法的流速设置为恒定值 1.5 mL/min，然后选择最佳效率单选按钮并转换到窄径规格的色谱柱。这将得到表 1 中列出的转换后的升温程序以及转换后的流速 0.72 mL/min。然而，为满足 EPA 8270D 对分离度的要求，同时进一步减少运行时间，最终转换后的方法所用流速为 1.2 mL/min。

与原始色谱柱相比，窄径色谱柱的载样量更低，为减少色谱柱上材料的量，进样口采用分流模式操作，分流比为 10:1。这使转换后的方法与原始方法使用相同的标样组。大部分化合物的校准范围为 0.5–120 $\mu\text{g/mL}$ 。

图 1 展示了使用原始方法和转换后的方法的 SVOC 分离。根据最后一个目标物苯并[ghi]花的洗脱时间，窄径色谱柱的速度提升了近 1.4 倍。

根据 EPA 8270D，异构体的计算分离度指标（异构体之间峰谷高度与两个峰高平均值之比）不应超过 50%。图 2 展示了苯并[b]荧蒽和苯并[k]荧蒽的提取离子色谱图 (m/z 252)。计算得出异构体之间的

计算分离度为 33.5%，该值在方法指标范围内。

除对苯并[b]荧蒽和苯并[k]荧蒽的分离度要求外，一些实验室在分离茚并[1,2,3-cd]芘和二苯并蒽时也限制了分离度。虽然这些目标物

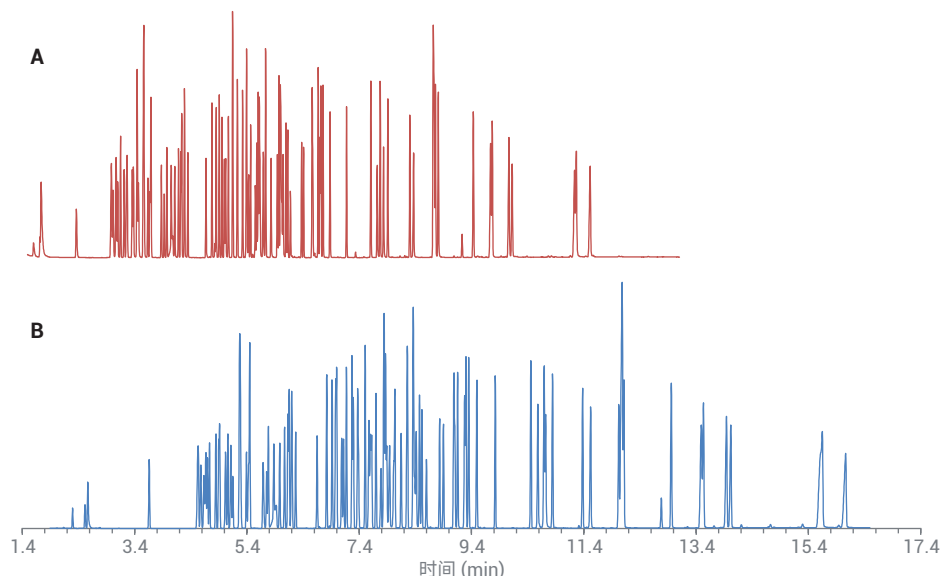


图 1. 使用快速方法 (A) 和原始方法 (B) 分离 SVOC

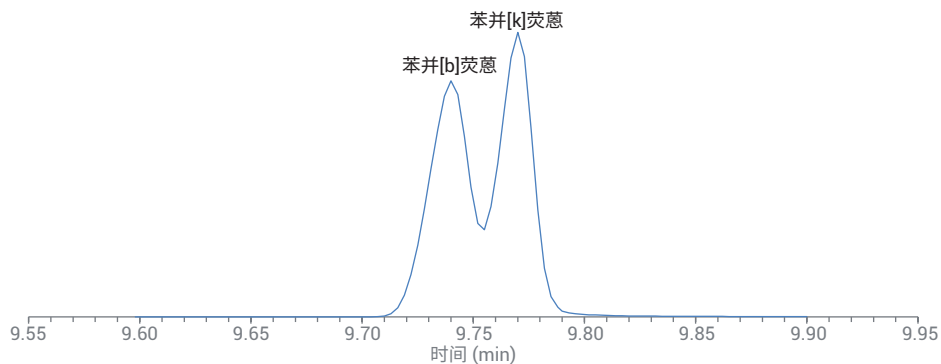


图 2. 使用快速方法的苯并[b]荧蒽和苯并[k]荧蒽的提取离子色谱图 (m/z 252)

并不是异构体，但二苯并蒽的一个定性离子与茚并芘的目标离子具有相同的质荷比 (m/z 276)。不使用解卷积时，这些化合物的共流会导致茚并芘的定量误差。图 3 展示了提取离子 m/z 276 和 278 的叠加谱图。 m/z 276 提取离子色谱图的计算分离度为 34.3%，满足不超过 50% 的要求。

与传统气相色谱仪不同的是，Intuvo 9000 结合了微流控程序升温的保留间隙柱（即芯片式保护柱）。在此方法中，芯片式保护柱主要作为一个“牺牲陷阱”，防止低挥发性基质进入色谱柱。基于芯片式保护柱采用的升温程序和溶质的挥发性，某些分析柱未能很好地聚集的化合物，可能会出现峰变宽的现象。这种现象可在前三个洗脱物 1,4-二氧六环、N-亚甲基二硝胺和吡啶中观察到，其中芯片式保护柱采用炉温跟踪模式（图 4A）。与柱温程序相比，炉温跟踪模式对芯片式保护柱加热器施加了正 25 °C 的偏移，从而导致起始温度为 70 °C。通过将芯片式保护柱起始温度提高到 200 °C（表 1），使化合物保持在气相中直至它们到达色谱柱，从而改善峰形，如图 4B 和表 2 所示。这使得对这些化合物可实现低至 5 $\mu\text{g/mL}$ 的可靠定量。

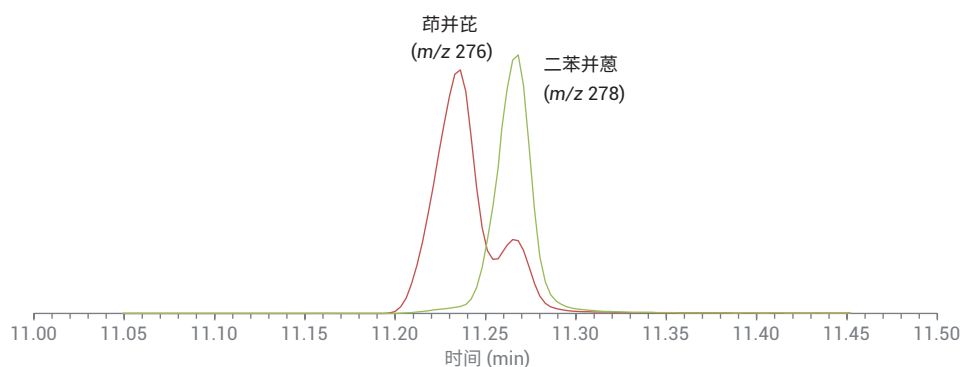


图 3. 茚并芘 (m/z 276) 和二苯并蒽 (m/z 278) 的提取离子色谱图叠加

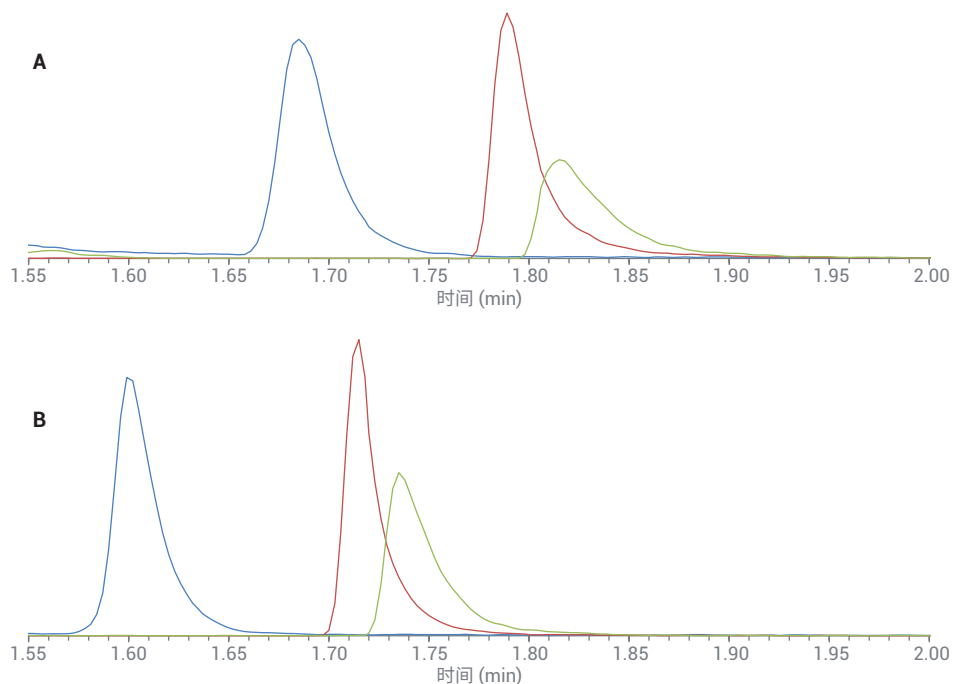


图 4. 1,4-二氧六环（蓝色， m/z 88）、N-亚甲基二硝胺（红色， m/z 74）和吡啶（绿色， m/z 78）的提取离子色谱图叠加，A 为芯片式保护柱采用炉温跟踪模式，B 为芯片式保护柱起始温度为 200 °C

表 2. 5% 峰高处的拖尾因子

	1,4-二氧六环	N-亚甲基二硝胺	吡啶
70 °C (炉温跟踪)	1.8	2.4	3.0
200 °C (程序升温)	1.7	1.9	2.4

结论

在 Intuvo 9000 气相色谱仪上，将优化的 EPA 8270D 的 SVOC 分离 GC 方法（使用 30 m × 0.25 mm 色谱柱）转换到了 20 m × 0.18 mm 色谱柱上。运行时间缩短了约 1.4 倍，同时满足方法的分离度要求。

参考文献

1. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS); Method 8270D; *United States Environmental Protection Agency, Revision 4*, February **2007**

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。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2018
2018年8月30日，中国出版
5994-0209ZHCN

