

# Determinação de Compostos Orgânicos Voláteis no Solo e em Sedimentos

Usando um amostrador headspace Agilent 7697A,  
o GC 8890 e uma plataforma combinada GC/MSD  
5977B

## **Autor**

Zhang Jie  
Agilent Technologies Co. Ltd,  
Xangai

## **Resumo**

A detecção precisa de compostos orgânicos voláteis (VOCs) no solo e em sedimentos contaminados é de particular importância. O Ministério Chinês de Proteção Ambiental produziu um método de GC/MS com headspace, o HJ642-2013, para a análise de VOCs no solo e em sedimentos. Esta Nota de aplicação seguiu o método HJ642-2013 da China e demonstrou o excelente desempenho do instrumento de headspace Agilent 7697A, do GC 8890 e da plataforma combinada 5977B MSD para a análise direcionada.

## Introdução

Os VOCs são definidos como tendo pontos de ebulição entre 50 e 260 °C em condições normais de pressão atmosférica. Eles são usados em muitas indústrias como solventes ou intermediários químicos. Os VOCs, como o tricloroetileno e o tolueno, são de grande preocupação nos locais de resíduos perigosos que contêm solo e sedimentos contaminados. Como a remediação da instalação é dispendiosa, as decisões relativas à importância da contaminação e da limpeza devem ser baseadas em medições precisas de VOC.

Os métodos headspace e purge and trap são utilizados para a análise de VOCs no solo e em sedimentos, com o método utilizado dependendo da concentração da amostra. O método de headspace apresenta fácil operação e boa repetibilidade. Permite o uso de um amostrador automático e produz pouco carryover.

O método da US EPA 5021<sup>1</sup> fornece diretrizes para a preparação de VOCs no solo e em sedimentos usando um método de headspace. É possível usar cromatografia gasosa/espectrometria de massas (GC/MS) para analisar a amostra preparada, como mencionado no método EPA 8260. O HJ642-2013<sup>2</sup> é um padrão usado pelo Ministério Chinês de Proteção Ambiental para a determinação de 36 VOCs no solo e em sedimentos usando GC/MS com headspace. O HJ 741-2015<sup>3</sup> também especificou a técnica de headspace como o método de preparo de amostras. Tanto os métodos EPA quanto os chineses exigem um preparo efetivo de amostras e uma plataforma de instrumentos confiável para abordar a análise direcionada.

O HES é um modelo revolucionário na geração de íons, que produz um maior rendimento de corrente iônica e um limite de detecção menor<sup>4</sup>. Nesta Nota de Aplicação, os VOCs em areia de quartzo limpa e em amostras de solo com adição foram analisados em uma nova plataforma combinada, um amostrador headspace 7697A com um GC 8890 e um GC/MSD 5977B com HES, seguindo o método HJ642-2013. A linearidade, a repetibilidade, os limites de detecção (LODs) e os limites de quantificação (LOQs) foram testados para os 36 VOCs alvo, assim como a precisão do método, para mostrar o que pode ser alcançado neste novo sistema.

## Parte experimental

### Produtos químicos e padrões

**Solução estoque:** preparou-se uma solução estoque de uma mistura de 36 VOCs a 1.000 mg/L em metanol. Uma solução estoque padrão de calibração interna foi produzida a uma concentração de 2.000 mg/L em metanol. Os padrões internos de calibração foram fluorobenzeno, clorobenzeno-d<sub>5</sub> e 1,2-diclorobenzeno-d<sub>4</sub>. Foram preparados padrões surrogate a uma concentração de 2.000 mg/L em metanol; tolueno-d<sub>8</sub> e 4-bromofluorobenzeno são usados como substitutos.

**Modificador de matriz:** quinhentos mililitros de água livre orgânica foram ajustados para pH ≤2 por gotas de ácido fosfórico e saturados com cloreto de sódio de nível analítico.

**Solução de trabalho:** a solução estoque de 36 VOCs e a solução estoque substituta foram misturadas com 10 e 1 mg/L de solução de trabalho em metanol. A solução estoque dos padrões internos de calibração foi diluída para 100 e 10 mg/L em metanol.

### Preparação de padrões de calibração:

dez mililitros de modificador de matriz e 2 g de areia de quartzo foram adicionados a um vial do headspace de 20 mL. Alíquotas de soluções de trabalho da mistura de 36 VOCs/substitutos (10 mg/L) e padrões internos de calibração foram adicionadas rapidamente à solução modificadora. Os vials foram selados imediatamente após a adição. Os padrões finais de calibração foram preparados a 2, 5, 10, 20, 50 e 100 µg/L e os padrões internos a 50 µg/L para todos os níveis de concentração.

Para um teste de amostra de baixa concentração, os padrões de calibração em 10 mL de modificador foram preparados a 0,05, 0,1, 0,2, 0,5, 1, 2 e 5 µg/L, com padrões internos a 5 µg/L.

### Instrumentação e condições analíticas

O 8890 GC foi equipado com um injetor split/splitless. O amostrador headspace 7697A de 111 frascos foi usado para injeção de gás do headspace do vial incubado para o GC. Uma conexão de fluxo contínuo através de um septo do injetor foi usada para introdução de gás no injetor. O GC/MSD 5977B configurado com um HES foi usado para geração, varredura e detecção de íons.

O software Agilent MassHunter Acquisition, versão 10.0, foi usado para coleta de dados. O MassHunter Qualitative Analysis, versão B.08.00, e o MassHunter Quantitative Analysis, versão B.08.00, foram usados para análise de dados. A Tabela 1 lista as condições analíticas.

## Resultados e discussão

De acordo com o HJ 642-2013, o desempenho do MSD deve ser verificado diariamente para garantir a validade e confiabilidade dos dados do MS.

O MSD foi ajustado de forma autônoma, selecionando o modo de **ajuste do HES**. Um microlitro de 25 µg/mL de amostra de BFB foi injetado para verificar a conformidade do resultado de tune com o requisito do HJ642-2013. A Tabela 2 mostra o resultado da avaliação do tune.

**Tabela 1.** Condições analíticas do amostrador headspace 7697A, GC 8890A e GC/MSD 5977B.

Parâmetro	Ponto de ajuste
Temperatura do injetor	250 °C
Liner	Ultra inerte com 1 mm de diâmetro interno (p/n 5190-4047)
Fluxo da coluna	Fluxo constante, 1,2 mL/min
Razão de split	10:1
Programa do forno	40 °C (2 minutos), 8 °C/min até 90 °C (4 minutos), depois, 6 °C/min até 200 °C (10 minutos)
Coluna	DB-624, 60 m x 0,25 mm, 1,4 µm (p/n 122-1364)
Linha de transferência de MSD	200 °C
Fonte de MS	230 °C/300 °C (300 °C é para amostra de baixa concentração)
MS quadrupolo	150 °C
Faixa de scan de massa	35 a 300 m/z
Limiar	0
Amostras de A/D	4
Fator de ganho	0,1/1 (GF de 1,0 é para amostra de baixa concentração)
Tamanho do loop 7697A	1 mL
Gás de pressurização de vial	He
Temperatura do loop do HS	100 °C
Temperatura do forno do HS	80 °C
Temperatura da linha de transferência do HS	110 °C
Tempo de equilíbrio do vial	35 minutos
Tamanho do vial	20 mL, septos de PTFE/silicone
Agitação do vial	Nível 7, 136 agitações/min com aceleração de 530 cm/S <sup>2</sup>
Modo de enchimento do vial	Padrão
Pressão de enchimento do vial	15 psi
Modo de enchimento do loop	Personalizado
Taxa de aumento do loop	20 psi/min
Pressão final do loop	9 psi
Tempo de equilíbrio do loop	0,1 minutos
Modo de controle de arraste	Controle de arraste do GC
Ventilação após extração	Ativada

**Tabela 2.** Avaliação de conformidade de resultados do tune do HES MSD.

Massa-alvo	Rel para massa	Limite inferior em %	Limite superior em %	Abundância relativa (%)	Abundância bruta	Aprovado/Reprovado
95	95	100	100	100	677.753	Aprovado
96	95	5	9	7,2	48.518	Aprovado
173	174	--	2	0	0	Aprovado
174	95	50	--	84,6	573.269	Aprovado
175	174	5	9	7,9	45.371	Aprovado
176	174	95	105	98	561.620	Aprovado
177	176	5	10	6,9	38.635	Aprovado

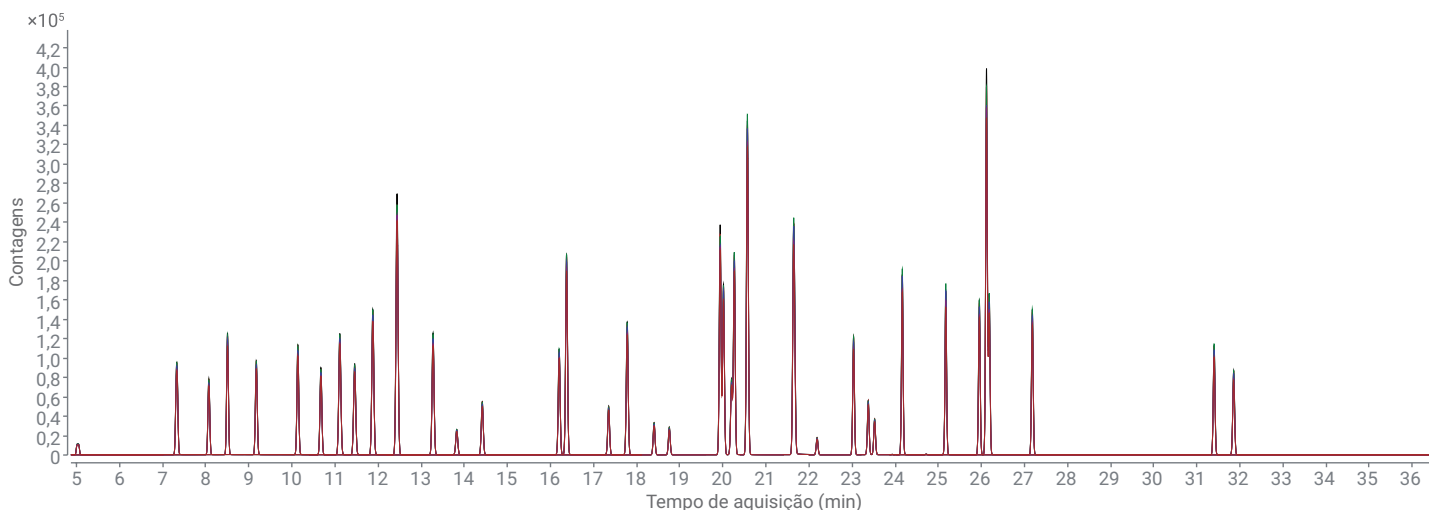
Os dados do MSD foram adquiridos no modo SIM. A Figura 1 mostra os traços do SIM de TIC para padrões de 20 µg/L em 10 mL de modificador de matriz e 2 g de areia de quartzo.

O HJ642-2013 utilizou um método ISTD para quantificação, para que a repetibilidade do instrumento e o desempenho de linearidade fossem verificados com base nos resultados da quantificação da concentração ao invés da resposta absoluta dos analitos alvo.

Seis análises consecutivas de padrões de calibração a 20 µg/L foram executadas. A % de DPR das concentrações detectadas para 38 VOCs estavam na faixa de 1,7 a 4,6%, com uma exceção, o estireno, com % de DPR de 7%, que demonstrou excelente precisão de quantificação.

**Tabela 3.** Linearidade do instrumento, LOD, precisão e taxa de recuperação sob condições de operação normais de HES-MSD.

Nome	TR/min	Fórmula CF	CF R <sup>2</sup>	% de DPR da concentração	LOQ (µg/kg)	LOD (µg/kg)	Taxa de recuperação	
							20 µg/L	40 µg/L
Cloreto de vinila	5,034	y = 0,101690 * x + 6,290804E-004	0,996	2,2	4,8	1,4	112,5%	107,1%
1,1-Dicloroetano	7,327	y = 0,276991 * x - 3,581275E-004	0,998	2	4,0	1,2	111,5%	106,8%
Cloreto de metileno	8,07	y = 0,207358 * x + 0,002525	0,996	2,2	5,1	1,5	102,3%	104,3%
trans-1,2-Dicloroetano	8,503	y = 0,287113 * x + 0,001344	0,997	2,1	4,1	1,2	100,6%	100,3%
cis-1,2-Dicloroetano	10,136	y = 0,276668 * x - 1,884161E-004	0,999	2,2	3,8	1,1	99,4%	101,0%
1,1-Dicloroetano	9,175	y = 0,484499 * x + 0,002331	0,997	2,1	3,7	1,1	109,9%	106,8%
Clorofórmio	10,672	y = 0,445198 * x + 0,007469	0,996	2	4,2	1,3	110,0%	105,7%
1,1,1-Tricloroetano	11,109	y = 0,491543 * x + 0,001691	0,998	1,7	3,6	1,1	107,4%	105,8%
Tetracloroeto de carbono	11,454	y = 0,455046 * x + 0,001120	0,998	1,8	4,0	1,2	104,6%	103,5%
1,2-Dicloroetano	11,874	y = 0,255379 * x + 0,011468	0,996	2,1	4,9	1,5	110,4%	105,5%
Benzeno	11,878	y = 1,042873 * x + 0,004004	0,998	2,2	3,5	1,0	106,0%	104,6%
Tricloroetileno	13,272	y = 0,411061 * x - 0,001326	0,999	2	3,9	1,2	103,0%	104,3%
1,2-Dicloropropano	13,824	y = 0,306996 * x - 0,002118	0,999	2,2	3,3	1,0	107,5%	107,9%
Bromodichlorometano	14,416	y = 0,378155 * x - 0,002188	0,999	2,1	4,1	1,2	106,6%	106,4%
Tolueno	16,37	y = 0,889250 * x - 0,010461	0,999	2,3	4,2	1,2	101,7%	104,9%
Tolueno-d <sub>8</sub>	16,201	y = 1,206994 * x - 0,010969	0,998	2,3	4,1	1,2	101,0%	105,1%
1,1,2-Tricloroetano	17,348	y = 0,190979 * x - 6,646855E-004	0,999	1,9	4,6	1,4	107,4%	105,8%
Tetracloroetileno	17,779	y = 0,389153 * x + 1,166931E-004	0,999	2	3,9	1,2	100,3%	100,0%
Dibromoclorometano	18,404	y = 0,216751 * x - 0,002372	0,999	2	4,9	1,5	100,3%	101,7%
1,2-Dibromoetano	18,756	y = 0,135619 * x - 8,135818E-004	0,999	1,9	4,8	1,5	102,0%	101,8%
Clorobenzeno	20,014	y = 0,990760 * x - 0,002667	0,999	2,2	3,8	1,1	99,1%	99,3%
Etilbenzeno	20,266	y = 3,093411 * x - 0,049524	0,998	2,7	3,7	1,1	109,0%	114,1%
1,1,1,2-Tetracloroetano	20,199	y = 0,649519 * x - 0,006668	0,999	1,9	5,0	1,5	116,0%	115,7%
m,p-Xileno	20,569	y = 2,458761 * x - 0,043076	0,997	2,8	4,2	1,3	108,6%	114,2%
Estireno	21,663	y = 1,726545 * x - 0,067283	0,995	7	8,1	2,4	81,0%	91,3%
o-Xileno	21,637	y = 1,235302 * x - 0,031450	0,998	2,9	3,9	1,2	100,5%	110,5%
Bromofórmio	22,187	y = 0,239708 * x - 0,004527	0,998	2	6,8	2,0	104,5%	106,4%
4-Bromofluorobenzeno	23,032	y = 0,952233 * x - 0,016871	0,999	2,4	3,9	1,2	94,6%	101,4%
1,2,3-Tricloropropano	23,523	y = 0,490147 * x - 0,002929	0,999	2,1	6,2	1,9	119,1%	114,8%
1,1,2,2-Tetracloroetano	23,375	y = 0,606064 * x - 0,007174	0,999	2	6,1	1,8	113,4%	111,8%
1,3,5-Trimetilbenzeno	24,162	y = 2,577696 * x - 0,080450	0,996	3,6	5,0	1,5	89,5%	100,5%
1,2,4-Trimetilbenzeno	25,17	y = 2,492454 * x - 0,083100	0,996	4,6	4,0	1,2	86,8%	99,1%
1,3-Diclorobenzeno	25,951	y = 1,545224 * x - 0,011240	0,999	2,4	4,2	1,3	97,0%	97,5%
1,4-Diclorobenzeno	26,181	y = 1,547282 * x - 0,007234	0,998	2,3	4,7	1,4	96,4%	96,3%
1,2-Diclorobenzeno	27,18	y = 1,415233 * x - 0,010719	0,999	2,5	4,1	1,2	98,1%	97,9%
1,2,4-Triclorobenzeno	31,399	y = 1,102990 * x - 0,011530	0,998	2,9	4,7	1,4	82,1%	80,1%
Hexaclorobutadieno	31,854	y = 0,825483 * x - 3,454680E-004	0,998	2,9	4,0	1,2	84,2%	73,6%



**Figura 1.** Traços do SIM de TIC sobrepostos para seis replicatas de amostras de 20 µg/L.

A linearidade do instrumento foi avaliada na faixa de concentração de 2 a 100 µg/L em 10 mL de modificador de matriz, correspondendo a entre 10 e 500 µg/kg em amostras reais. Todos os componentes alvo apresentaram boa linearidade, com coeficientes ( $R^2$ ) da fórmula de regressão linear superiores a 0,995.

A recuperação do método foi testada adicionando 20 e 50 µL de padrões de calibração de 10 mg/L a 2 g de amostras de solo reais (correspondendo a 100 e 250 µg/kg de VOCs na amostra de solo). A amostra de solo sem adição foi testada e, em seguida, a diferença entre a amostra com e sem adição foi usada para o cálculo da taxa de recuperação. A taxa de recuperação estava entre 81 e 119% para 20 µL de adição e entre 74 e 115% para 50 µL de adição. Os resultados foram equivalentes ao desempenho de recuperação referenciado no método HJ642-2013.

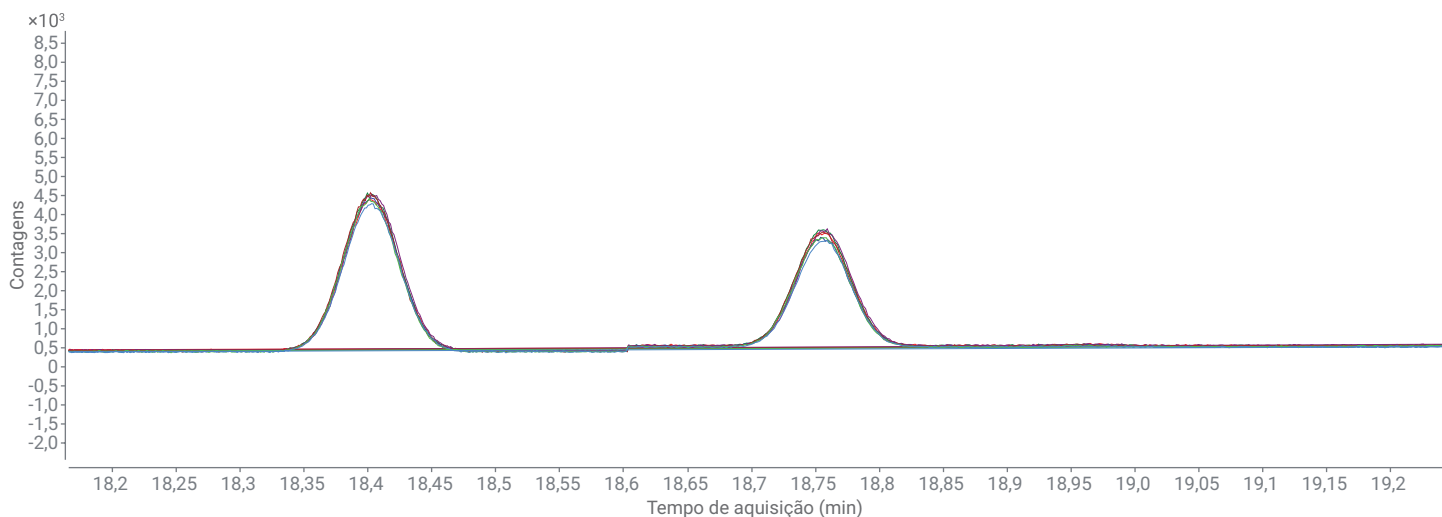
Os limites de detecção mínimos (MDLs) para 38 VOCs alvo, incluindo dois substitutos, foram calculados com base na precisão da quantificação a 2 µg/L e, em seguida, traduzidos para o LOD (µg/kg) e o LOQ (µg/kg) do método, de acordo com o método HJ642-2013 (Tabela 3). O LOD fornecido pelo fluxo de trabalho aplicado estava entre 1,0 e 2,5 µg/kg (com MSD GF a 0,1). Isso foi suficiente para detectar os compostos VOC alvo em um nível de µg/kg de dígito único, conforme exigido pelo HJ642-2013.

Esta Nota de Aplicação utilizou o HES para geração e transmissão de íons. Comparamos os resultados com nosso trabalho anterior sobre análise de VOCs (com base em uma fonte de íons de extrator, mas com configurações similares de quadrupolo e fator de ganho de EMV). Descobrimos que, para a mesma amostra, o S/N alcançado pelo HES era aproximadamente três a sete vezes maior do que o obtido com a fonte de íons do extrator. Para testar ainda mais o impacto do HES na capacidade

de detecção do MSD, o fator de ganho do MSD foi definido em 1,0. Este é o mesmo valor geralmente usado pela fonte de íons do extrator em aplicações semelhantes e a temperatura da fonte de íons foi otimizada para 300 °C. Uma série de amostras de VOCs, de 50 ng/L a 5 µg/L (equivalente a entre 0,25 e 25 µg/kg em matriz real) foram preparadas em 10 mL de modificador de matriz e 2 g de areia de quartzo limpa para testes. Os MDLs baseados nas novas condições analíticas foram calculados de acordo com a precisão de quantificação de oito réplicas de padrões de 50 ng/L. A Tabela 4 apresenta os MDLs e a linearidade, bem como os íons quantificadores e qualificadores usados. A Figura 2 mostra os traços do SIM de TIC sobrepostos de oito replicatas de dibromoclorometano e 1,2-dibromoetano a 50 ng/L para mostrar a repetibilidade do instrumento para análise de amostra de baixa concentração. Os dados demonstraram que o sistema estabelecido é uma escolha ideal para a detecção confiável e sensível de VOCs em matrizes sólidas, mesmo ao nível de 100 ppt (ng/kg).

Tabela 4. LOD, LOQ e linearidade do método (50 ng/L a 5 µg/L) sob condições otimizadas de HES-MSD.

	Nome	TR (min)	Fórmula CF	CF R <sup>2</sup>	LOQ (µg/kg)	LOD (µg/kg)	Íon quantificador (m/z)	Íons qualificadores (m/z)
1	Cloreto de vinila	5,047	$y = 0,658957 * x - 6,016395E-005$	0,9994	0,142	0,043	62	64
2	1,1-Dicloroetano	7,327	$y = 2,339186 * x - 2,969010E-004$	0,9992	0,078	0,024	96	61, 63
3	Cloreto de metileno (200 ppt a 5 ppb)	8,074	$y = 1,802609 * x + 0,031520$	0,9994	0,267	0,080	84	86, 49
4	trans-1,2-Dicloroetano	8,506	$y = 2,307819 * x - 1,849103E-004$	0,9995	0,096	0,029	96	61, 98
5	1,1-Dicloroetano	10,139	$y = 2,378814 * x - 1,544549E-004$	0,9996	0,094	0,028	63	65, 83
6	cis-1,2-Dicloroetano	9,174	$y = 4,499424 * x - 4,801002E-004$	0,9996	0,122	0,037	96	61, 98
7	Clorofórmio	10,671	$y = 3,927227 * x + 0,002925$	0,9996	0,109	0,033	83	85
8	1,1,1-Tricloroetano	11,114	$y = 4,064121 * x - 4,835625E-004$	0,9995	0,139	0,042	97	99, 61
9	Tetracloro de carbono	11,453	$y = 3,628096 * x - 4,676820E-004$	0,9995	0,139	0,042	117	119
10	1,2-Dicloroetano	11,875	$y = 2,527376 * x + 0,025430$	0,9995	0,115	0,035	62	98
11	Benzeno	11,881	$y = 9,837078 * x + 0,026800$	0,9994	0,143	0,043	78	-
12	Tricloroetileno	13,275	$y = 4,037059 * x - 1,428444E-004$	0,9996	0,081	0,025	95	97, 130, 132
13	1,2-Dicloropropano	13,827	$y = 3,372180 * x - 3,653243E-004$	0,9996	0,114	0,034	63	112
14	Bromodiclorometano	14,419	$y = 3,320849 * x + 1,474400E-004$	0,9996	0,119	0,036	83	85, 127
15	Tolueno-d <sub>8</sub> (substituto)	16,375	$y = 8,946947 * x + 0,004931$	0,9996	0,078	0,024	98	-
16	Tolueno	16,204	$y = 14,159816 * x - 5,075302E-004$	0,9996	0,087	0,026	92	91
17	1,1,2-Tricloroetano	17,347	$y = 1,974437 * x - 1,028654E-004$	0,9997	0,133	0,040	83	97, 85
18	Tetracloroetileno	17,783	$y = 3,351350 * x + 1,908451E-004$	0,9996	0,101	0,030	164	129, 131, 166
19	Dibromoclorometano	18,402	$y = 1,886300 * x - 1,633177E-004$	0,9996	0,117	0,035	129	127
20	1,2-Dibromoetano	18,758	$y = 1,485851 * x - 1,379536E-004$	0,9997	0,119	0,036	107	109, 188
21	Clorobenzeno	20,017	$y = 9,561805 * x + 0,014300$	0,9996	0,322	0,097	112	77, 114
22	1,1,1,2-Tetracloroetano	20,266	$y = 36,572088 * x + 0,001083$	0,9997	0,101	0,031	131	133, 119
23	Etilbenzeno	20,205	$y = 5,817481 * x - 0,001149$	0,9995	0,171	0,052	91	106
24	m,p-Xileno	20,570	$y = 27,057635 * x + 0,003155$	0,9995	0,102	0,031	106	91
25	Estireno	21,666	$y = 12,418970 * x - 0,004286$	0,9931	0,241	0,072	106	91
26	o-Xileno	21,640	$y = 13,423336 * x + 0,001023$	0,9997	0,100	0,030	104	78
27	Bromofórmio	22,189	$y = 2,204780 * x - 3,367844E-004$	0,9997	0,172	0,052	173	175, 254
28	4-Bromofluorobenzeno (substituto)	23,036	$y = 11,487625 * x - 7,553560E-004$	0,9996	0,105	0,032	95	174, 176
29	1,1,2,2-Tetracloroetano	23,523	$y = 5,835213 * x - 0,001140$	0,9998	0,134	0,040	83	131, 85
30	1,2,3-Tricloropropano	23,375	$y = 6,683218 * x - 2,225683E-004$	0,9998	0,206	0,062	75	77
31	1,3,5-Trimetilbenzeno	24,162	$y = 29,367748 * x - 0,006584$	0,9990	0,192	0,058	105	120
32	1,2,4-Trimetilbenzeno	25,173	$y = 26,561166 * x + 2,444729E-004$	0,9990	0,149	0,045	105	120
33	1,3-Diclorobenzeno	25,954	$y = 15,629264 * x - 0,001070$	0,9996	0,104	0,031	146	111, 148
34	1,4-Diclorobenzeno	26,181	$y = 14,892998 * x - 0,001860$	0,9994	0,091	0,028	146	111, 148
35	1,2-Diclorobenzeno	27,184	$y = 14,968164 * x - 8,822657E-004$	0,9997	0,108	0,033	146	111, 148
36	1,2,4-Triclorobenzeno	31,401	$y = 10,835935 * x - 5,724957E-004$	0,9994	0,158	0,048	180	182, 145
37	Hexaclorobutadieno	31,856	$y = 7,775980 * x - 7,142012E-004$	0,9997	0,139	0,042	225	223, 227



**Figura 2.** Traços do SIM de TIC sobrepostos de oito replicatas de dibromoclorometano e 1,2-dibromoetano a 50 ng/L em 10 mL de modificador de matriz.

Na faixa de concentração (50 ng/L a 5 µg/L), 36 compostos tinham  $R^2 > 0,999$ . Dois compostos foram exceções: cloreto de metileno e estireno. O  $R^2$  para estireno foi de 0,993, não tão bom quanto outros compostos, mas ainda dentro dos requisitos de HJ642-2013 para calibração linear. A concentração de cloreto de metileno no fundo foi superior a 100 ng/L, o que interferiu com o limite inferior da faixa de linearidade. Com a subtração de fundo, a linearidade do cloreto de metileno melhorou, de 200 ng/L para 5 µg/L, como mostrado na Tabela 4.

## Conclusões

Esta Nota de Aplicação demonstra que um GC 8890 e um GC/MSD 5977B acoplados a um amostrador headspace 7697A é uma plataforma ideal para análise sensível e confiável de VOCs no solo e em sedimentos. A precisão da quantificação do sistema (1–5%), o LOD/LOQ baixo (o LOD estava na faixa de 1,0 a 2,5 µg/kg para amostras reais de solo ou sedimentos), a excelente linearidade para a maioria dos compostos com coeficientes de

regressão  $> 0,995$  e as boas taxas de recuperação do método (73–115%) cumpriram ou excederam o requisito da Padrão Ambiental Chinês HJ642-2013. Além disso, se os usuários exigirem uma detecção mais sensível, os parâmetros operacionais do MSD HES podem ser otimizados para fornecer um limite de detecção de 100 ppt e boa linearidade em faixas de baixa concentração.

## Referências

1. Volatile Organic Compounds in Soils and Other Solid Matrices using Equilibrium Headspace Analysis. *Método da US EPA 5021* **1996**, revisão 0, US EPA, EUA.
2. Soil and Sediment. Determination of Volatile Organic Compounds - Headspace-Gas Chromatography/Mass Method. HJ 642-2013, publicado pelo Ministério da Ecologia e Meio Ambiente da República Popular da China.
3. Soil and Sediment - Determination of Volatile Organic Compounds - Headspace-Gas Chromatography Method. HJ 741-2015, publicado pelo Ministério da Ecologia e Meio Ambiente da República Popular da China.
4. Improved Volatiles Analysis Using Static Headspace, the Agilent 5977B GC/MSD, and a High-efficiency Source. *Nota de aplicação Agilent Technologies*, número de publicação 5991-6539EN, **2016**.

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

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2019  
Impresso nos EUA, 27 de março de 2019  
5994-0662PTBR