

Определение летучих органических соединений в почве и донных отложениях

Газовый хромато-масс-спектрометр
Agilent 5977В на базе ГХ 8890 с парофазным
пробоотборником 7697А

Автор

Чжан Цзе (Zhang Jie)
Agilent Technologies Co. Ltd,
Шанхай

Аннотация

Точное определение летучих органических соединений (ЛОС) в загрязненной почве и донных отложениях имеет большое значение. Министерство охраны окружающей среды Китая разработало парофазный метод ГХ-МС HJ642-2013 для анализа ЛОС в почве и донных отложениях. Настоящие методические рекомендации, придерживающиеся китайского метода HJ642-2013, продемонстрировали превосходную производительность газового хромато-масс-спектрометра Agilent 5977В на базе ГХ 8890 с парофазным пробоотборником 7697А, для целевого анализа.

Введение

Летучие органические соединения — это вещества, имеющие температуру кипения между 50 и 260 °С при нормальном атмосферном давлении. Они используются во многих отраслях в качестве растворителей или промежуточных химических продуктов. Влияние таких ЛОС, как трихлорэтилен и толуол, часто вызывает серьезную озабоченность, например на свалках опасных отходов, где они загрязняют почву и донные отложения. Так как восстановление участка является затратным мероприятием, то решения относительно серьезности загрязнения и очистки должны основываться на точном измерении ЛОС.

Методы парофазного и динамического парофазного анализа используются применительно к ЛОС в почве и донных отложениях, при этом применяемый метод зависит от концентрации пробы.

Метод парофазного анализа отличается простотой в применении и хорошей воспроизводимостью. Он дает возможность использовать автосамплер и обеспечивает незначительный эффект памяти.

Методика 5021 US EPA¹ дает указания для подготовки ЛОС в почве и донных отложениях с помощью метода парофазного анализа. Газовая хроматография с масс-спектрометрическим детектированием (ГХ-МС) может использоваться для анализа подготовленной пробы, как отмечается в методике 8260 EPA. Методика HJ642-2013² является стандартом, используемым Министерством охраны окружающей среды Китая для определения 36 ЛОС в почве и донных отложениях посредством парофазного анализа ГХ-МС. Методика HJ 741-2015³ указывает парофазный анализ в качестве метода пробоподготовки. И EPA, и китайские методики требуют эффективной пробоподготовки и надежной инструментальной платформы для целевого анализа.

Высокоэффективный источник ионизации (HESI) обеспечивает значительное снижение предела обнаружения⁴. В настоящих методических рекомендациях анализировали ЛОС в чистом кварцевом песке и в образцах почвы с добавками согласно методике HJ642-2013 с применением новой объединенной платформы, включающей парофазный пробоотборник 7697A с ГХ 8890 и ГХ-МСД 5977В с высокоэффективным источником HESI. Определяли линейность, воспроизводимость, пределы обнаружения (LOD), пределы количественного определения (LOQ) для 36 целевых ЛОС и точность метода, чтобы показать потенциал этой новой системы.

Экспериментальная часть

Химические вещества и стандарты

Базовый раствор: был приготовлен базовый раствор из смеси 36 ЛОС с концентрацией 1000 мг/л в метаноле. Был получен базовый раствор внутреннего калибровочного стандарта с концентрацией 2000 мг/л в метаноле. В качестве внутренних калибровочных стандартов использовались фторбензол, хлорбензол-d₅ и 1,2-дихлорбензол-d₄. Стандарты суррогатов готовились с концентрацией 2000 мг/л в метаноле; толуол-d₈ и 4-бромфторбензол использовались в качестве суррогатов.

Модификатор матрицы: не содержащая органических веществ чистая вода (500 мл) доводилась до уровня pH ≤ 2 посредством добавления по каплям фосфорной кислоты и насыщалась хлоридом натрия (ч.д.а.).

Рабочий раствор: базовый раствор 36 ЛОС и базовый раствор суррогатов смешивались для получения рабочего раствора с концентрацией 10 и 1 мг/л в метаноле. Базовый раствор внутренних калибровочных стандартов разбавляли до 100 и 10 мг/л метанолом.

Подготовка калибровочного стандарта:

10 мл модификатора матрицы и 2 г кварцевого песка помещали в виалу для парофазного анализа на 20 мл. Аликвоты рабочих растворов смеси 36 ЛОС/суррогатов (10 мг/л) и внутренние калибровочные стандарты быстро добавлялись в раствор модификатора. Вials герметично закрывались сразу же после добавления. Конечные калибровочные стандарты готовились с концентрациями 2, 5, 10, 20, 50 и 100 мкг/л, а внутренние стандарты — с концентрацией 50 мкг/л.

Для испытания проб с низкой концентрацией калибровочные стандарты готовились с концентрациями 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2 и 5 мкг/л в 10 мл модификатора; внутренними стандартами — с концентрацией 5 мкг/л.

Оборудование и условия анализа

ГХ 8890 был оснащен испарителем с делением и без деления потока. Парофазный пробоотборник 7697A на 111 виал использовался для ввода газа из паровой фазы инкубируемой виалы в ГХ. Соединение трансфер-линии парофазного пробоотборника через септу испарителя использовалось для подачи пробы в испаритель. Для генерации ионов, сканирования и детектирования использовался ГХ-МСД 5977В HESI.

Для сбора данных применялось ПО Agilent MassHunter Acquisition версии 10.0. Для анализа данных использовались программы MassHunter Qualitative Analysis версии B.08.00 и MassHunter Quantitative Analysis версии B.08.00. Условия проведения анализа представлены в Таблице 1.

Результаты и их обсуждение

Согласно методике HJ 642-2013 эффективность работы МСД должна проверяться на ежедневной основе для обеспечения действительности и надежности данных МС. МСД настраивался автономно посредством выбора режима «**Настройка HES**». Проба бромфторбензола (1 мкл) с концентрацией 25 мкг/л вводилась для проверки соответствия результата настройки требованиям методики HJ642-2013. В Таблице 2 показаны результаты оценки.

Таблица 1. Условия анализа парофазного пробоотборника 7697А, GX 8890А и GX-МСД 5977В.

Параметр	Заданное значение
Температура испарителя	250 °С
Лайнер	Ultra Inert, внутренний диаметр 1 мм (кат. № 5190-4047)
Расход газа через колонку	Постоянный расход, 1,2 мл/мин
Коэффициент деления потока	10:1
Программа термостата	40 °С (2 минуты), 8 °С/мин до 90 °С (4 минуты), затем 6 °С/мин до 200 °С (10 минут)
Колонка	DB-624; 60 м × 0,25 мм; 1,4 мкм (кат. № 122-1364)
Транспортная линия МСД	200 °С
Источник МС	230 °С/300 °С (300 °С для пробы низкой концентрации)
Квадруполь МС	150 °С
Диапазон сканирования масс	m/z – от 35 до 300
Порог	0
Пробы АЦ	4
Коэффициент усиления	0,1/1 (0,1 – коэффициент усиления для пробы низкой концентрации)
Размер петли 7697А	1 мл
Газ для создания давления в виале	He
Температура в парофазной петле инжектора	100 °С
Температура в парофазном термостате	80 °С
Температура в парофазной транспортной линии	110 °С
Время установления равновесия в виале	35 мин
Объем виалы	20 мл, септа ПТФЭ/силикон
Встряхивание виалы	Уровень 7, 136 встряхиваний/мин с ускорением 530 см/с ²
Режим наддува виалы	По умолчанию
Давление наддува виалы	15 psi (1,03 бар)
Режим наполнения петли инжектора	Настраиваемый
Скорость изменения давления петли инжектора	20 psi/мин (1,38 бар/мин)
Конечное давление в петле инжектора	9 psi (1,03 бар)
Продолжительность уравнивания петли	0,1 мин
Режим управления носителем	Управление носителем в GX
Продувка после экстракции	Вкл.

Таблица 2. Оценка соответствия требованиям результатов настройки HES МСД.

Целевая масса	По отн. к массе	Нижний предел, %	Верхний предел, %	Относительная интенсивность сигнала (%)	Исходная интенсивность сигнала	Соотв./ не соотв.
95	95	100	100	100	677 753	Соотв.
96	95	5	9	7,2	48 518	Соотв.
173	174	–	2	0	0	Соотв.
174	95	50	–	84,6	573 269	Соотв.
175	174	5	9	7,9	45 371	Соотв.
176	174	95	105	98	561 620	Соотв.
177	176	5	10	6,9	38 635	Соотв.

Сбор данных МСД осуществлялся в режиме SIM. Рисунок 1 демонстрирует общую ионную хроматограмму в режиме SIM для стандартов с концентрацией 20 мкг/л в 10 мл модификатора матрицы и 2 г кварцевого песка.

В методике HJ642-2013 используется метод внутреннего стандарта для количественного анализа; таким образом, воспроизводимость и линейность оборудования проверялись на основе результатов количественного анализа концентрации вместо абсолютного отклика целевых веществ. Было

выполнено шесть последовательных анализов калибровочных стандартов с концентрацией 20 мкг/л. Значения ОСО (%) детектированных концентраций 38 ЛОС находились в диапазоне от 1,7 до 4,6% с одним исключением, стиролом (ОСО 7%), что продемонстрировало превосходную воспроизводимость количественного анализа.

Таблица 3. Линейность прибора, предел обнаружения, воспроизводимость и степень извлечения при нормальных условиях эксплуатации HES МСД.

Название	ВУ/мин	Формула CF	CF R ²	Концентрация ОСО, %	LOQ (мкг/кг)	LOD (мкг/кг)	Степень извлечения	
							20 мкг/л	40 мкг/л
Винилхлорид	5,034	$y = 0,101690 * x + 6,290804E-004$	0,996	2,2	4,8	1,4	112,5%	107,1%
1,1-Дихлорэтилен	7,327	$y = 0,276991 * x - 3,581275E-004$	0,998	2	4,0	1,2	111,5%	106,8%
Дихлорметан	8,07	$y = 0,207358 * x + 0,002525$	0,996	2,2	5,1	1,5	102,3%	104,3%
транс-1,2-Дихлорэтилен	8,503	$y = 0,287113 * x + 0,001344$	0,997	2,1	4,1	1,2	100,6%	100,3%
цис-1,2-Дихлорэтилен	10,136	$y = 0,276668 * x - 1,884161E-004$	0,999	2,2	3,8	1,1	99,4%	101,0%
1,1-Дихлорэтан	9,175	$y = 0,484499 * x + 0,002331$	0,997	2,1	3,7	1,1	109,9%	106,8%
Хлороформ	10,672	$y = 0,445198 * x + 0,007469$	0,996	2	4,2	1,3	110,0%	105,7%
1,1,1-Трихлорэтан	11,109	$y = 0,491543 * x + 0,001691$	0,998	1,7	3,6	1,1	107,4%	105,8%
Тетрахлорметан	11,454	$y = 0,455046 * x + 0,001120$	0,998	1,8	4,0	1,2	104,6%	103,5%
1,2-Дихлорэтан	11,874	$y = 0,255379 * x + 0,011468$	0,996	2,1	4,9	1,5	110,4%	105,5%
Бензол	11,878	$y = 1,042873 * x + 0,004004$	0,998	2,2	3,5	1,0	106,0%	104,6%
Трихлорэтилен	13,272	$y = 0,411061 * x - 0,001326$	0,999	2	3,9	1,2	103,0%	104,3%
1,2-Дихлорпропан	13,824	$y = 0,306996 * x - 0,002118$	0,999	2,2	3,3	1,0	107,5%	107,9%
Бромдихлорметан	14,416	$y = 0,378155 * x - 0,002188$	0,999	2,1	4,1	1,2	106,6%	106,4%
Толуол	16,37	$y = 0,889250 * x - 0,010461$	0,999	2,3	4,2	1,2	101,7%	104,9%
Толуол-d ₈	16,201	$y = 1,206994 * x - 0,010969$	0,998	2,3	4,1	1,2	101,0%	105,1%
1,1,2-Трихлорэтан	17,348	$y = 0,190979 * x - 6,646855E-004$	0,999	1,9	4,6	1,4	107,4%	105,8%
Тетрахлорэтилен	17,779	$y = 0,389153 * x + 1,166931E-004$	0,999	2	3,9	1,2	100,3%	100,0%
Дибромхлорметан	18,404	$y = 0,216751 * x - 0,002372$	0,999	2	4,9	1,5	100,3%	101,7%
1,2-Дибромэтан	18,756	$y = 0,135619 * x - 8,135818E-004$	0,999	1,9	4,8	1,5	102,0%	101,8%
Хлорбензол	20,014	$y = 0,990760 * x - 0,002667$	0,999	2,2	3,8	1,1	99,1%	99,3%
Этилбензол	20,266	$y = 3,093411 * x - 0,049524$	0,998	2,7	3,7	1,1	109,0%	114,1%
1,1,1,2-Тетрахлорэтан	20,199	$y = 0,649519 * x - 0,006668$	0,999	1,9	5,0	1,5	116,0%	115,7%
м,п-Ксилол	20,569	$y = 2,458761 * x - 0,043076$	0,997	2,8	4,2	1,3	108,6%	114,2%
Стирол	21,663	$y = 1,726545 * x - 0,067283$	0,995	7	8,1	2,4	81,0%	91,3%
о-Ксилол	21,637	$y = 1,235302 * x - 0,031450$	0,998	2,9	3,9	1,2	100,5%	110,5%
Бромформ	22,187	$y = 0,239708 * x - 0,004527$	0,998	2	6,8	2,0	104,5%	106,4%
4-Бромфторбензол	23,032	$y = 0,952233 * x - 0,016871$	0,999	2,4	3,9	1,2	94,6%	101,4%
1,2,3-Трихлорпропан	23,523	$y = 0,490147 * x - 0,002929$	0,999	2,1	6,2	1,9	119,1%	114,8%
1,1,2,2-Тетрахлорэтан	23,375	$y = 0,606064 * x - 0,007174$	0,999	2	6,1	1,8	113,4%	111,8%
1,3,5-Триметилбензол	24,162	$y = 2,577696 * x - 0,080450$	0,996	3,6	5,0	1,5	89,5%	100,5%
1,2,4-Триметилбензол	25,17	$y = 2,492454 * x - 0,083100$	0,996	4,6	4,0	1,2	86,8%	99,1%
1,3-Дихлорбензол	25,951	$y = 1,545224 * x - 0,011240$	0,999	2,4	4,2	1,3	97,0%	97,5%
1,4-Дихлорбензол	26,181	$y = 1,547282 * x - 0,007234$	0,998	2,3	4,7	1,4	96,4%	96,3%
1,2-Дихлорбензол	27,18	$y = 1,415233 * x - 0,010719$	0,999	2,5	4,1	1,2	98,1%	97,9%
1,2,4-Трихлорбензол	31,399	$y = 1,102990 * x - 0,011530$	0,998	2,9	4,7	1,4	82,1%	80,1%
Гексахлорбутадиен	31,854	$y = 0,825483 * x - 3,454680E-004$	0,998	2,9	4,0	1,2	84,2%	73,6%

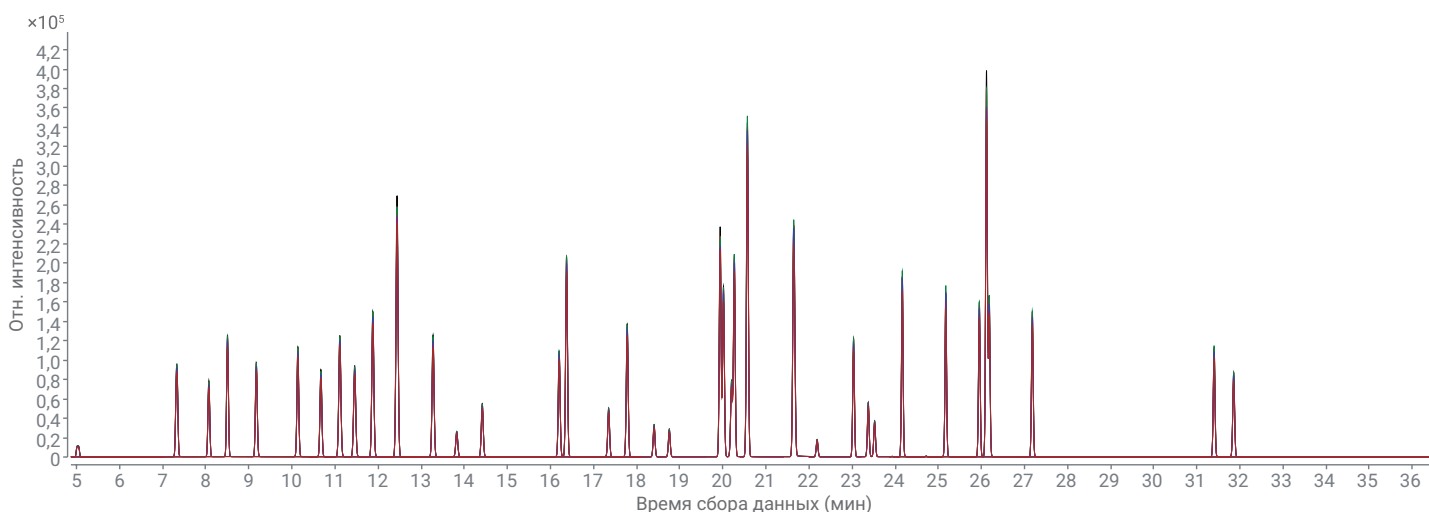


Рис. 1. Наложение общих ионных хроматограмм в режиме SIM шести параллельных вводов проб с концентрацией 20 мкг/л.

Линейность оборудования оценивалась в диапазоне концентраций от 2 до 100 мкг/л в 10 мл модификатора матрицы, что соответствует 10–500 мкг/кг в реальных пробах. Все целевые компоненты продемонстрировали хорошую линейность с коэффициентами (R^2) формулы линейной регрессии, превышающими 0,995.

Степень извлечения определялась посредством добавления 20 и 50 мкл калибровочных стандартов с концентрацией 10 мг/л в реальные образцы почвы массой 2 г (что соответствует концентрациям ЛОС 100 и 250 мкг/кг в образце почвы). Испытывался образец почвы без добавок, затем разница между пробой с добавкой и пробой без добавок использовалась для расчета степени извлечения. Степень извлечения для добавки 20 мкл находилась в диапазоне между 81 и 119%, а для добавки 50 мкл — между 74 и 115%. Результаты были эквивалентны эффективности извлечения, указанной в методике HJ642-2013.

Минимальные пределы обнаружения (MDL) для 38 целевых ЛОС, включая два суррогата, были рассчитаны на основе воспроизводимости количественного анализа при 2 мкг/л, затем LOD (мкг/кг) и LOQ (мкг/кг) были найдены на основании величин MLD в соответствии с методикой HJ642-2013 (табл. 3). LOD для соответствующего рабочего процесса находился в диапазоне между 1,0 и 2,5 мкг/кг (при коэффициенте усиления МСД 0,1). Этого было достаточно для обнаружения целевых ЛОС на уровне нескольких мкг/кг согласно требованиям HJ642-2013.

В настоящих методических рекомендациях использовался масс-детектор с высокоэффективным источником HES. Мы сравнили результаты с нашей предыдущей работой по анализу ЛОС (на основе источника ионизации с экстракционной линзой, но с аналогичными настройками квадруполя и коэффициента усиления). Мы обнаружили, что для той же пробы соотношение сигнал–шум на источнике HES было приблизительно в 3–7 раз выше достигнутого с применением источника ионизации с экстракционной линзой. Для дополнительного испытания влияния HES на способность МСД к обнаружению

был задан коэффициент усиления МСД 1,0. Именно это значение обычно используется для источника ионизации с экстракционной линзой в аналогичных методиках, а температура источника ионизации была оптимизирована до 300 °С. Для испытания была подготовлена серия проб ЛОС, от 50 нг/л до 5 мкг/л (эквивалент 0,25–25 мкг/кг в реальной матрице) в 10 мл модификатора матрицы и 2 г кварцевого песка. Значения MDL на основе новых условий анализа рассчитывались в соответствии с воспроизводимостью количественного анализа восьми параллельных вводов стандартов с концентрацией 50 нг/л. В табл. 4 представлены значения MDL, а также сведения о линейности прибора и ионах-квантификаторах и ионах-квалификаторах. Рисунок 2 демонстрирует наложенные общие ионные хроматограммы в режиме SIM восьми параллельных вводов дибромхлорметана и 1,2-дибромэтана с концентрацией 50 нг/л для демонстрации воспроизводимости прибора при анализе проб низкой концентрации. Показано, что созданная система является идеальным выбором для надежного и чувствительного детектирования ЛОС в твердых матрицах даже на уровне 100 ppt (нг/кг).

Таблица 4. Предел обнаружения, предел количественного определения и линейность метода (от 50 нг/л до 5 мкг/л) при оптимизированных условиях HES МСД.

	Название	ВУ (мин)	Формула CF	CF R ²	LOQ (мкг/кг)	LOD (мкг/кг)	Ион-квантификатор (m/z)	Ион-квалификатор (m/z)
1	Винилхлорид	5,047	$y = 0,658957 * x - 6,016395E-005$	0,9994	0,142	0,043	62	64
2	1,1-Дихлорэтилен	7,327	$y = 2,339186 * x - 2,969010E-004$	0,9992	0,078	0,024	96	61, 63
3	Дихлорметан (от 200 ppb до 5 ppb)	8,074	$y = 1,802609 * x + 0,031520$	0,9994	0,267	0,080	84	86, 49
4	транс-1,2-Дихлорэтилен	8,506	$y = 2,307819 * x - 1,849103E-004$	0,9995	0,096	0,029	96	61, 98
5	1,1-Дихлорэтан	10,139	$y = 2,378814 * x - 1,544549E-004$	0,9996	0,094	0,028	63	65, 83
6	цис-1,2-Дихлорэтилен	9,174	$y = 4,499424 * x - 4,801002E-004$	0,9996	0,122	0,037	96	61, 98
7	Хлороформ	10,671	$y = 3,927227 * x + 0,002925$	0,9996	0,109	0,033	83	85
8	1,1,1-Трихлорэтан	11,114	$y = 4,064121 * x - 4,835625E-004$	0,9995	0,139	0,042	97	99, 61
9	Тетрахлорметан	11,453	$y = 3,628096 * x - 4,676820E-004$	0,9995	0,139	0,042	117	119
10	1,2-Дихлорэтан	11,875	$y = 2,527376 * x + 0,025430$	0,9995	0,115	0,035	62	98
11	Бензол	11,881	$y = 9,837078 * x + 0,026800$	0,9994	0,143	0,043	78	-
12	Трихлорэтилен	13,275	$y = 4,037059 * x - 1,428444E-004$	0,9996	0,081	0,025	95	97, 130, 132
13	1,2-Дихлорпропан	13,827	$y = 3,372180 * x - 3,653243E-004$	0,9996	0,114	0,034	63	112
14	Бромдихлорметан	14,419	$y = 3,320849 * x + 1,474400E-004$	0,9996	0,119	0,036	83	85, 127
15	Толуол-d ₈ (суррогат)	16,375	$y = 8,946947 * x + 0,004931$	0,9996	0,078	0,024	98	-
16	Толуол	16,204	$y = 14,159816 * x - 5,075302E-004$	0,9996	0,087	0,026	92	91
17	1,1,2-Трихлорэтан	17,347	$y = 1,974437 * x - 1,028654E-004$	0,9997	0,133	0,040	83	97, 85
18	Тетрахлорэтилен	17,783	$y = 3,351350 * x + 1,908451E-004$	0,9996	0,101	0,030	164	129, 131, 166
19	Дибромхлорметан	18,402	$y = 1,886300 * x - 1,633177E-004$	0,9996	0,117	0,035	129	127
20	1,2-Дибромэтан	18,758	$y = 1,485851 * x - 1,379536E-004$	0,9997	0,119	0,036	107	109, 188
21	Хлорбензол	20,017	$y = 9,561805 * x + 0,014300$	0,9996	0,322	0,097	112	77, 114
22	1,1,1,2-Тетрахлорэтан	20,266	$y = 36,572088 * x + 0,001083$	0,9997	0,101	0,031	131	133, 119
23	Этилбензол	20,205	$y = 5,817481 * x - 0,001149$	0,9995	0,171	0,052	91	106
24	м,л-Ксилол	20,570	$y = 27,057635 * x + 0,003155$	0,9995	0,102	0,031	106	91
25	Стирол	21,666	$y = 12,418970 * x - 0,004286$	0,9931	0,241	0,072	106	91
26	о-Ксилол	21,640	$y = 13,423336 * x + 0,001023$	0,9997	0,100	0,030	104	78
27	Бромформ	22,189	$y = 2,204780 * x - 3,367844E-004$	0,9997	0,172	0,052	173	175, 254
28	4-Бромфторбензол (суррогат)	23,036	$y = 11,487625 * x - 7,553560E-004$	0,9996	0,105	0,032	95	174, 176
29	1,1,2,2-Тетрахлорэтан	23,523	$y = 5,835213 * x - 0,001140$	0,9998	0,134	0,040	83	131, 85
30	1,2,3-Трихлорпропан	23,375	$y = 6,683218 * x - 2,225683E-004$	0,9998	0,206	0,062	75	77
31	1,3,5-Триметилбензол	24,162	$y = 29,367748 * x - 0,006584$	0,9990	0,192	0,058	105	120
32	1,2,4-Триметилбензол	25,173	$y = 26,561166 * x + 2,444729E-004$	0,9990	0,149	0,045	105	120
33	1,3-Дихлорбензол	25,954	$y = 15,629264 * x - 0,001070$	0,9996	0,104	0,031	146	111, 148
34	1,4-Дихлорбензол	26,181	$y = 14,892998 * x - 0,001860$	0,9994	0,091	0,028	146	111, 148
35	1,2-Дихлорбензол	27,184	$y = 14,968164 * x - 8,822657E-004$	0,9997	0,108	0,033	146	111, 148
36	1,2,4-Трихлорбензол	31,401	$y = 10,835935 * x - 5,724957E-004$	0,9994	0,158	0,048	180	182, 145
37	Гексахлорбутадиен	31,856	$y = 7,775980 * x - 7,142012E-004$	0,9997	0,139	0,042	225	223, 227

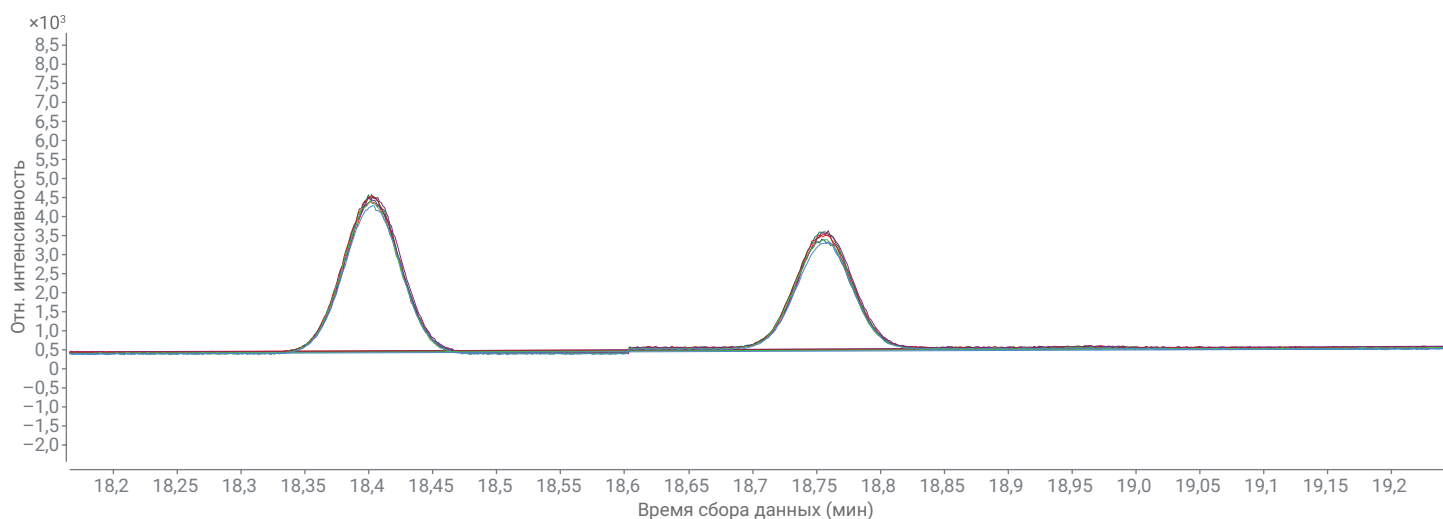


Рис. 2. Наложение общих ионных хроматограмм в режиме SIM восьми параллельных вводов дибромхлорметана и 1,2-дибромэтана при концентрации 50 нг/л в 10 мл модификатора матрицы.

В диапазоне концентраций (от 50 нг/л до 5 мкг/л) 36 соединений имели $R^2 > 0,999$. Два соединения были исключениями: дихлорметан и стирол. Значение R^2 для стирола составляло 0,993, уступая другим соединениям, но тем не менее удовлетворяя требованиям методики HJ642-2013 в отношении линейной калибровки. Концентрация дихлорметана в фоне была более 100 нг/л, что входило в нижнюю часть диапазона линейности. После вычитания фона линейность дихлорметана улучшилась с 200 нг/л до 5 мкг/л, как показано в табл. 4.

Выводы

Настоящие методические рекомендации демонстрируют, что ГХ 8890 и ГХ-МСД 5977В в сочетании с парофазным пробоотборником 7697А представляют собой идеальную платформу для надежного анализа ЛОС в почве и донных отложениях. Воспроизводимость количественного анализа системы (1–5%), низкие значения LOD/LOQ (LOD в диапазоне между 1,0 и 2,5 мкг/кг для реального образца почвы или донного

отложения), превосходная линейность для большинства соединений с коэффициентами регрессии $> 0,995$ и хорошие степени извлечения метода (73–115%) соответствуют или превосходят требования Китайского экологического стандарта HJ642-2013. Кроме того, если пользователям требуется более чувствительное детектирование, можно оптимизировать рабочие параметры HES для обеспечения уровня предела обнаружения 100 ppt и хорошей линейности в диапазонах низкой концентрации.

Литература

1. Volatile Organic Compounds in Soils and Other Solid Matrices using Equilibrium Headspace Analysis. *US EPA Методика 5021, 1996 г., редакция 0*, US EPA, США.
2. Soil and Sediment. Determination of Volatile Organic Compounds - Headspace-Gas Chromatography/Mass Method. HJ 642-2013, опубликовано Министерством экологии и окружающей среды Китайской народной республики.
3. Soil and Sediment - Determination of Volatile Organic Compounds - Headspace-Gas Chromatography Method. HJ 741-2015, опубликовано Министерством экологии и окружающей среды Китайской народной республики.
4. Improved Volatiles Analysis Using Static Headspace, the Agilent 5977B GC/MSD, and a High-Efficiency Source. *Методические рекомендации Agilent Technologies*, номер публикации 5991-6539EN, **2016 г.**

www.agilent.com/chem

Информация в этом документе может быть изменена без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2019.
Напечатано в США 27 марта 2019 г.
5994-0662RU