应用简报

Agilent
Trusted Answers

使用 P&T-8890 GC/FID/5977 MSD 系统分析土壤和沉积物中的 VOCs 和石油烃 (C_6–C_9)

HJ 605-2011 和 HJ 1020-2019 方法

作者

Youjuan Zhang
安捷伦科技（上海）有限公司
中国上海，邮编 200131中国

摘要

中国的环境实验室主要使用 HJ 605-2011 分析土壤和沉积物中的挥发性有机化合物 (VOCs)，同时使用 HJ 1020-2019 测定同一基质中的石油烃 (C_6–C_9)。本应用简报适合同时分析土壤和沉积物中 VOCs 和石油烃 (C_6–C_9) 的实验室。Teledyne Tekmar Atomx XYZ 吹扫捕集 (P&T) 系统以及配置火焰离子化检测器 (FID) 和质谱检测器 (MSD) 的 Agilent 8890 气相色谱仪 (GC) 可提供统一的气相色谱配置，实现在一台仪器上灵活运行 HJ 605 和 HJ 1020 方法。本应用简报的结果符合 HJ 605-2011 和 HJ 1020-2019 方法概述的所有性能标准。

前言

土壤污染日益受到关注，因为其可能是地下水（饮用水）污染的源头，受到污染的土壤还会降低土地开发的可用性。中国环境保护部开发了多种方法来测试环境样品中的污染物，以支持其废弃物管理计划。VOCs 和石油烃是土壤和沉积物中经常检出的污染物。HJ 605-2011 详细介绍了使用 P&T 和 GC/MS 系统测定土壤和沉积物中 VOCs 的方法[1]。HJ 1020-2019 描述了使用 P&T 和 GC/FID 分析同一基质中石油烃 (C_6–C_9) 的方法[2]。很多环境实验室使用两台独立的气相色谱系统按照这两个标准检测上述类型的化合物。两种标准品使用相同的样品预处理设备，针对相同基质，但使用不同的气相色谱检测器检测不同分析物。本应用使用配置两个检测器（FID 和 MSD）的 Agilent 8890 气相色谱仪来检测 VOCs 和石油烃。使用可吹扫的两通 CFT 设备以 1:1 的比例将色谱柱流出物分流至 MSD 和 FID，构成了适用于常规分析土壤和沉积物样品中两类化合物的通用系统。

本应用简报介绍了一种建立完善的分析方法，使用同时配置 FID 和 MSD 的一套气相色谱系统，分别用于 VOCs 和石油烃 (C_6–C_9) 的分析。在新的组合平台上测试了 65 种目标 VOCs 和石油烃的线性、重现性、方法检测限 (MDL) 和回收率。

实验部分

本系列实验使用 Agilent 8890 气相色谱仪、配置 FID 的 Agilent 5977B MSD 以及 Teledyne Tekmar Atomx XYZ 进样器。使用可吹扫的两通 CFT 装置将柱流出物 1:1 分流到 FID 和 MSD。系统配置如图 1 所示。表 1 和表 2 列出了参数详细信息。P&T、GC 和 MSD 参数与 HJ 605 和 HJ 1020 方法指南兼容。

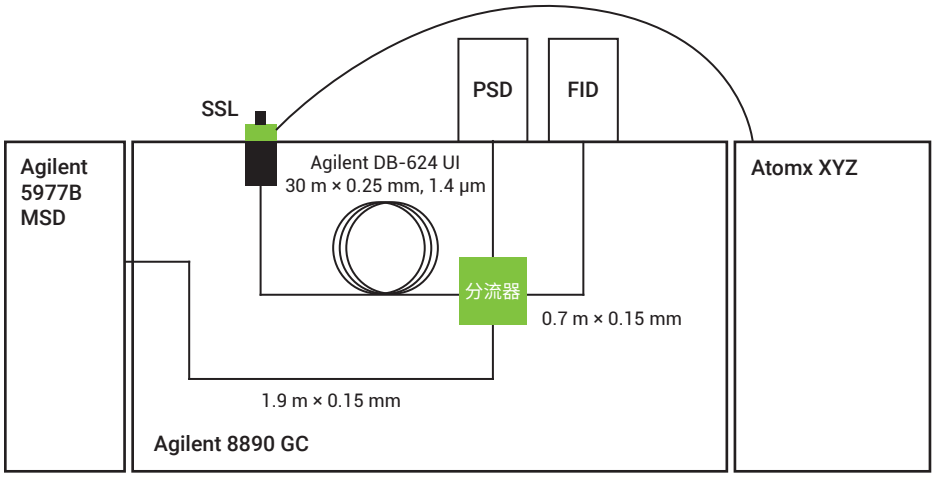


图 1. 系统配置

表 1. Teledyne Tekmar Atomx XYZ 土壤分析方法条件

参数	值
待机	
阀箱温度	140 °C
传输线温度	140 °C
样品塔样品台温度	90 °C
水加热器温度	90 °C
样品杯温度	20 °C
土壤阀温度	100 °C
待机流速	10 mL/min
吹扫就绪温度	40 °C
吹扫	
水体积	10 mL
吹扫混合速度	中等
吹扫时间	11 min
吹扫流速	40 mL/min
吹扫温度	20 °C
MCS 吹扫温度	20 °C
干气吹扫时间	2 min
干气吹扫流速	100 mL/min

参数	值
脱附	
水针冲洗体积	7 mL
吹扫进样针时间	0.25 min
脱附预热温度	245 °C
GC 起始信号	开始脱附
脱附时间	2 min
排空流速	300 mL/min
脱附温度	250 °C
烘烤	
烘烤时间	2 min
烘烤流速	200 mL/min
烘烤温度	280 °C
MCS 烘烤温度	180 °C
捕集阱	9 号

化学品、标准品和样品前处理

65 种 VOCs 和石油烃 (C_6–C_9) 混标购自上海安谱科学仪器有限公司。氟苯、氯苯-d_5、1,4-二氯苯-d_4、二溴氟甲烷、甲苯-d_8、4-溴氟苯、2-甲基戊烷和正癸烷的单标物同样购自上海安谱科学仪器有限公司。三份待测土壤样品（样品 1、样品 2 和样品 3）来自一家客户实验室。样品 1 和样品 2 用于回收率测试，而样品 3 用于实际样品分析。

用甲醇配制 65 种 VOCs 浓度为 10 µg/mL 的储备液。用甲醇将氟苯（内标 1）、氯苯-d_5（内标 2）和 1,4-二氯苯-d_4（内标 3）的内标 (IS) 混合物稀释至 25 µg/mL。用甲醇配制 10 µg/mL 二溴氟甲烷、甲苯-d_8 和 4-溴氟苯的替代混合物。用水稀释 10 µg/mL 储备液和 10 µg/mL 替代物溶液，制成 5、10、20、50、100 和 200 µg/L 的校准溶液。向 6 个样品瓶 (40 mL) 中各加入 5 mL 校准溶液，配制各校准浓度的溶液。使用 Atomx XYZ 将 10 µL 内标 (25 µg/mL) 自动加入各样品瓶中。

用甲醇配制浓度为 500 µg/mL 的石油烃储备液。用水稀释储备液，制成 0、0.1、0.2、1、2 和 6 µg/mL 的校准溶液。向 6 个样品瓶 (40 mL) 中各加入 5 mL 校准溶液，配制各校准浓度的溶液。

表 2. Agilent 8890 GC 和 5977B MSD 系统条件

Agilent 8890 GC 条件	
进样口	SSL，250 °C，分流比 15:1
衬管	直型，去活，2 mm 内径（部件号 5181-8818）
CFT 装置	可吹扫的两路分流器（部件号 G3180-60501），分流比 1:1 MSD:FID
PSD	3.8 psi 恒压
色谱柱	Agilent DB-624 超高惰性色谱柱, 30 m × 0.25 mm, 1.4 µm（部件号 122-1334UI）
载气	氦气，1.5 mL/min，恒流
柱温箱	1. 根据 HJ 605 方法建议：38 °C (1.8 min)，随后以 10 °C/min 升至 120 °C，再以 15 °C/min 升至 240 °C (2 min) 2. 根据 HJ 1020 方法建议：38 °C (1 min)，随后以 3.8 °C/min 升至 80 °C (1 min)，再以 10 °C/min 升至 105 °C (5 min)，再以 10 °C/min 升至 150 °C (1 min)，再以 10 °C/min 升至 180 °C (5 min)
FID 限流器	0.7 m × 0.15 mm 内径去活熔融石英管线（部件号 160-2625-10）
MSD 限流器	1.9 m × 0.15 mm 内径去活熔融石英管线（部件号 160-2625-10）
FID	温度：250 °C，氢气：30 mL/min，空气：300 mL/min 色谱柱 + 尾吹气 (N_2) = 恒定值：25 mL/min
MSD 传输线温度	250 °C
Agilent 5977B MSD	
离子源类型	EI
离子源温度	230 °C
四极杆温度	150 °C
拉出极	3 mm
调谐文件	Atune.u
采集类型	全扫描

结果与讨论

挥发性有机化合物分析

在 SCAN 模式下采集 VOCs 的 MSD 数据，并通过 Agilent MassHunter 软件进行分析。图 2 显示了 65 种目标化合物在 50 µg/L 浓度下的色谱图。大部分分析物得到了极好的峰形。6 种早洗脱的化合物极易挥发，与水和甲醇发生共洗脱。因此，这些化合物的工作溶液应在进样前新鲜配制。工作溶液中的甲醇量可能会影响分析物的峰形和响应。为获得稳定可靠的响应，应使每种工作溶液中的甲醇量保持恒定。

HJ 605-2011 方法中使用内标定量方法，因此根据内标校正的定量分析结果来验证仪器的重现性和线性性能，而不是使用目标分析物的绝对响应。在 20 µg/L 下连续进行 7 次校准溶液分析。65 种 VOCs 实测浓度的 RSD% 在 0.6%–5.5% 范围内，表现出优异的定量分析精度。表 3 和图 3 显示了所有化合物的详细信息，结果符合 HJ 605 方法要求的 RSD 低于 20% 的标准。

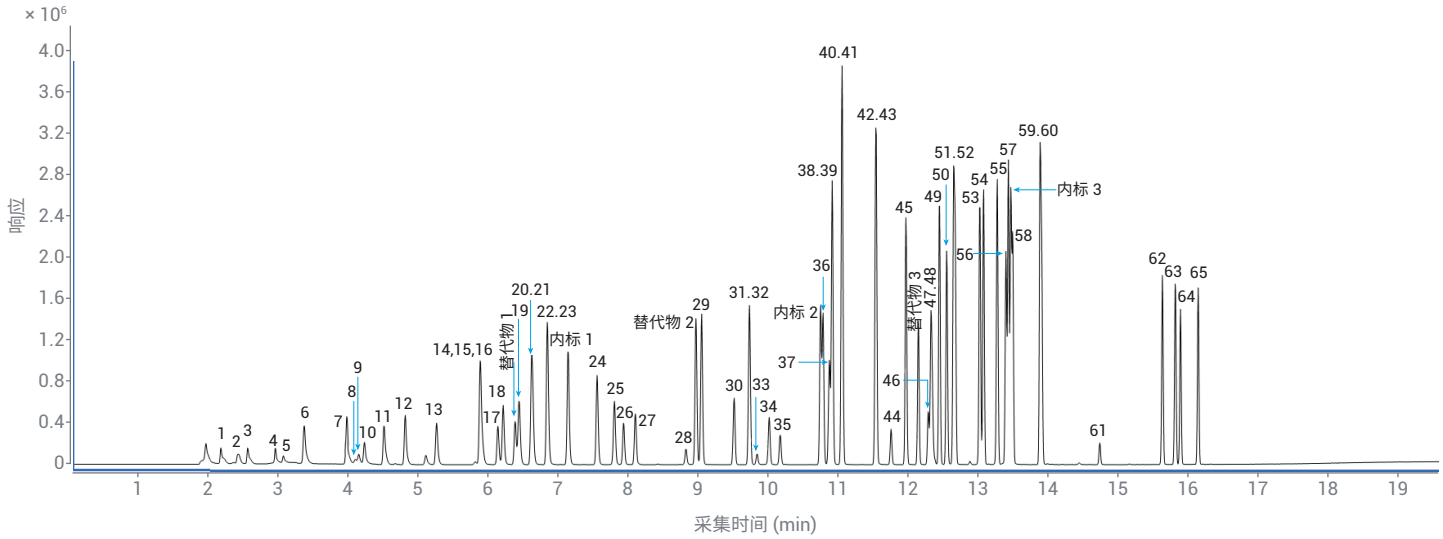


图 2. 65 种目标化合物 (50 µg/L) 的总离子色谱图

表 3. VOCs 分析结果

编号	名称	保留时间	*m/z*	CF R^2	MDL (µg/kg)	浓度 RSD% (n = 7)	平均回收率 % (n = 4)	
							样品 1	样品 2
1	二氟二氯甲烷	2.182	85.0	0.99984	0.7	2	91.1	90.6
2	氯甲烷	2.429	50.0	0.99987	1.4	4.7	90.9	87.1
3	氯乙烯	2.564	62.0	0.99989	0.6	1.6	89.6	88.0
4	溴甲烷	2.964	94.0	0.99955	0.6	1.8	85.3	90.2
5	氯乙烷	3.076	64.0	0.99810	1.1	5.5	87.1	90.7
6	三氯一氟甲烷	3.376	101.0	0.99987	0.2	4.7	87.2	88.7
7	1,1-二氯乙烯	3.982	96.0	0.99997	0.2	2.5	90.5	90.6
8	丙酮	4.100	58.0	0.99955	0.5	2.1	90.6	119.4
9	碘甲烷	4.152	142.0	0.99902	1.0	1.3	96.6	93.7
10	二硫化碳	4.235	76.0	0.99934	0.3	3.5	92.2	89.6
11	二氯甲烷	4.517	84.0	0.99999	0.2	0.7	94.6	92.1
12	反式-1,2-二氯乙烯	4.817	96.0	0.99974	0.4	0.7	96.2	91.7
13	1,1-二氯乙烷	5.264	63.0	0.99998	0.3	1.2	95.0	94.3
14	顺式-1,2-二氯乙烯	5.888	95.9	0.99995	0.6	0.6	96.4	91.7
15	2,2-二氯丙烷	5.894	77.0	0.99998	0.5	1.1	93.9	95.1
16	2-丁酮	5.923	72.0	0.99921	0.8	3.8	101.0	109.3
17	溴氯甲烷	6.141	130.0	1.00000	0.4	1.2	96.9	93.0
18	三氯甲烷	6.217	83.0	0.99986	0.2	1.4	93.5	92.9
替代物 1	二溴氟甲烷	6.388	111.0	0.99999	0.4	2	94.8	93.2
19	1,1,1-三氯乙烷	6.441	97.0	0.99998	0.3	1.4	92.1	92.7
20	1,1-二氯丙烯	6.623	75.0	0.99988	0.4	1.3	95.4	92.2
21	四氯化碳	6.635	119.0	0.99999	0.5	2.1	93.0	93.3
22	苯	6.846	78.0	0.99998	0.4	1.2	95.1	94.5
23	1,2-二氯乙烷	6.852	62.0	0.99948	0.2	2	94.8	96.6
24	三氯乙烯	7.558	132.0	0.99985	0.3	0.6	96.3	93.6
25	1,2-二氯丙烷	7.805	63.0	0.99997	0.4	1.2	97.0	97.0
26	二溴甲烷	7.935	174.0	0.99981	0.3	1.1	97.8	93.7
27	溴二氯甲烷	8.105	83.0	0.99994	0.4	1.6	95.3	94.8
28	4-甲基-2-戊酮	8.829	85.0	0.99446	3.6	4	113.6	117.7
替代物 2	甲苯-D8	8.970	98.0	0.99979	0.5	1.1	93.5	91.3
29	甲苯	9.052	92.0	0.99995	0.5	1.2	93.2	91.4
30	1,1,2-三氯乙烷	9.517	83.0	0.99998	0.3	1.1	97.1	97.9
31	四氯乙烯	9.735	166.0	0.99974	0.2	1.6	97.1	97.7
32	1,3-二氯丙烷	9.735	76.0	0.99989	0.3	0.9	91.1	87.0
33	2-己酮	9.846	43.0	0.99751	1.0	4.4	103.7	117.6
34	二溴氯甲烷	10.017	129.0	0.99934	0.6	2	95.1	93.7
35	1,2-二溴乙烷	10.176	107.0	0.99960	0.3	1	98.3	96.3
36	氯苯	10.787	112.0	0.99998	0.3	1.5	93.0	89.2
37	1,1,1,2-四氯乙烷	10.876	131.0	0.99984	0.5	1.6	92.6	90.4
38	乙苯	10.917	91.0	0.99866	0.4	1.4	91.7	89.7
39	1,1,2-三氯丙烷	10.923	63.0	0.99897	0.3	1.4	94.5	96.2
40.41	间二甲苯、对二甲苯	11.058	106.0	0.99913	0.3	1.3	91.1	88.5
42	邻二甲苯	11.534	91.1	0.99899	0.5	1.2	92.5	89.6
43	苯乙烯	11.546	104.0	0.99889	0.4	1.5	92.5	87.9

编号	名称	保留时间	*m/z*	CF R^2	MDL (µg/kg)	浓度 RSD% (n = 7)	平均回收率 % (n = 4)	
							样品 1	样品 2
44	三溴甲烷	11.758	173.0	0.99858	0.6	1.8	97.6	94.9
45	异丙基苯	11.970	105.0	0.99986	0.8	1.6	96.1	91.9
替代物 3	4-溴氟苯	12.146	174.0	0.99924	0.7	1.7	97.9	89.6
46	1,1,2,2-四氯乙烷	12.287	83.0	0.99912	0.4	1.2	101.1	107.7
47	溴苯	12.328	156.0	0.99912	0.5	1	98.2	90.9
48	1,2,3-三氯丙烷	12.346	75.0	0.99986	0.4	1.2	98.8	102.6
49	正丙苯	12.452	91.0	0.99931	0.7	1.3	93.9	90.1
50	2-氯甲苯	12.552	91.0	0.99984	0.5	1.1	94.6	89.9
51	1,3,5-三甲苯	12.652	105.0	0.99959	0.6	1.2	94.4	90.0
52	4-氯甲苯	12.676	91.1	0.99973	0.3	0.8	93.7	89.4
53	叔丁基苯	13.028	119.0	0.99994	0.8	1.4	94.3	89.3
54	1,2,4-三甲苯	13.081	105.0	0.99967	0.5	1.1	94.5	89.2
55	仲丁基苯	13.275	105.0	0.99891	0.6	1.4	92.7	87.3
56	1,3-二氯苯	13.399	146.0	0.99996	0.4	1.2	94.5	85.8
57	对异丙基甲苯	13.434	119.0	0.99901	0.4	1.2	92.4	86.4
58	1,4-二氯苯	13.499	146.0	0.99998	0.2	0.9	94.4	85.6
59	正丁基苯	13.887	91.0	0.99922	0.4	1	90.5	86.0
60	1,2-二氯苯	13.911	146.0	1.00000	0.2	0.8	95.5	87.3
61	1,2-二溴-3-氯丙烷	14.740	157.0	0.99577	0.6	3.4	105.9	106.9
62	1,2,4-三氯苯	15.634	180.0	0.99871	0.7	1.6	93.5	76.7
63	六氯丁二烯	15.822	260.0	0.99789	1.0	2.3	85.7	71.0
64	萘	15.893	128.0	0.99991	1.1	2	100.2	91.9
65	1,2,3-三氯苯	16.146	182.0	0.99870	0.6	1.1	92.8	74.4

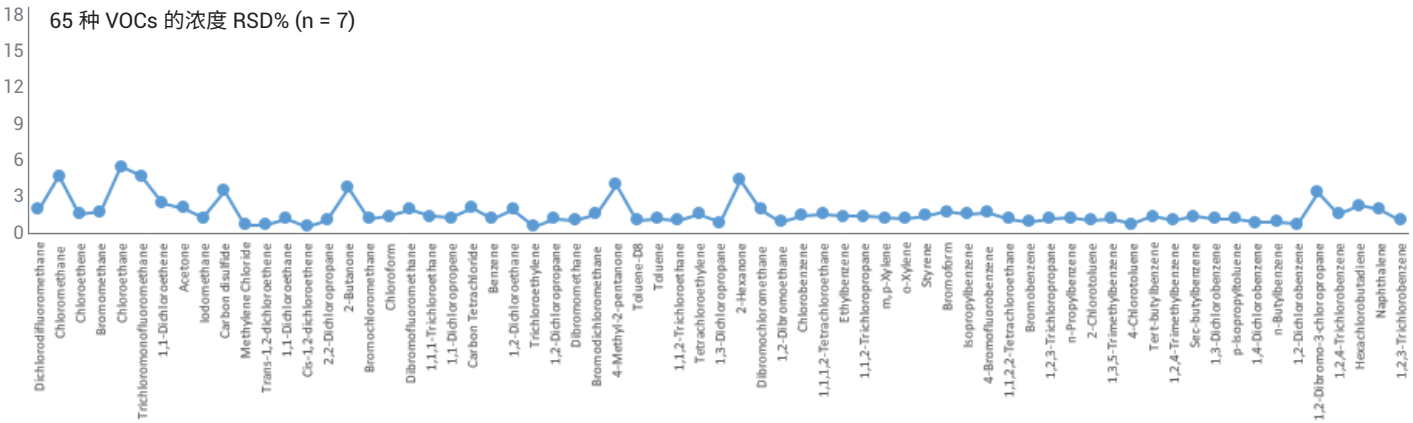


图 3. 20 µg/L 下 65 种 VOCs 的 RSD% 浓度

根据内标方法绘制校准曲线，在 5 µg /L 至 200 µg/L 的范围内取 6 个浓度水平。表 3 列出了 65 种 VOCs 的相关系数 R^2 值。所有化合物的 R^2 值均处于 0.99446–1 范围内，呈良好的线性关系。以 5 µg/L 的最低校准标样浓度重复进样 7 次，根据标准偏差计算 65 种 VOCs 的方法检测限 (MDL)，然后按照 HJ 605-2011 方法要求转化为 MDL (µg/kg)。除 4 种化合物（氯甲烷、氯乙烷、4-甲基-2-戊酮和萘）的 MDLs 低于 3.6 µg/kg 之外，所有 MDLs 均低于 1.1 µg/kg。

通过将 25 µL 的 10 mg/L 校准标样加标至 5 g 实际土壤样品中（相当于土壤样品中 50 µg/kg VOCs）来测试方法回收率。本研究中的两份土壤样品（样品 1 和样品 2）来自客户的实验室。测试了各加标样品的 4 次重复进样，并计算了平均回收率，如图 4 和表 3 所示。如表 3 所示，样品 1 的回收率在 85.3%–113.6% 之间，样品 2 的回收率在 71.0%–119.4% 之间。考虑到样品 1 和样品 2 中的基质不同，回收率的差异可以接受。样品 2 的基质更为复杂，该样品中后流出组分的回收率相对较低，因为那些化合物的沸点很高，且较难从实际样品中吹扫出来。

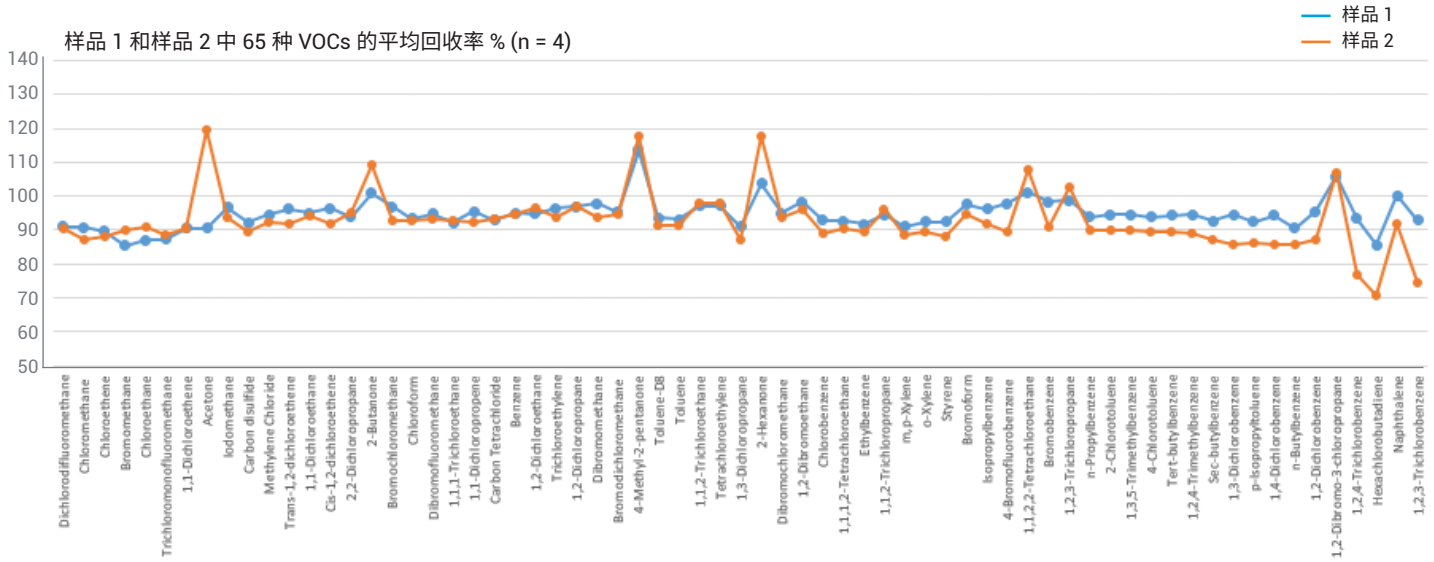


图 4. 样品 1 和样品 2 中 65 种 VOCs 的平均回收率

石油烃 (C_6–C_9) 分析

HJ 1020-2019 方法规定：FID 信号保留时间在 2-甲基戊烷（包括）和正癸烷（不包括）之间的化合物为本实验的目标化合物，并将这些峰鉴定为 C_6–C_9 的整体积分。在继续进行校准和分析之前，进样 2-甲基戊烷 (C_6H_{14}) 和正癸烷 ($C_{10}H_{22}$) 的单标溶液进行定性测试，以确定 C_6–C_9 的保留时间范围。积分从 2-甲基戊烷信号出现开始，到正癸烷信号出现前结束。使用 MassHunter 软件中的 *Area Sum ON/OFF*（面积求和开/关）功能进行积分。

图 5 显示了使用 HJ 605 方法的柱温箱升温程序时，由 FID 信号获得的三张色谱图（2-甲基戊烷单标、正癸烷单标以及 C_6–C_9 混标）的叠加。比较三张色谱图可轻松确定 C_6–C_9 的保留时间范围。

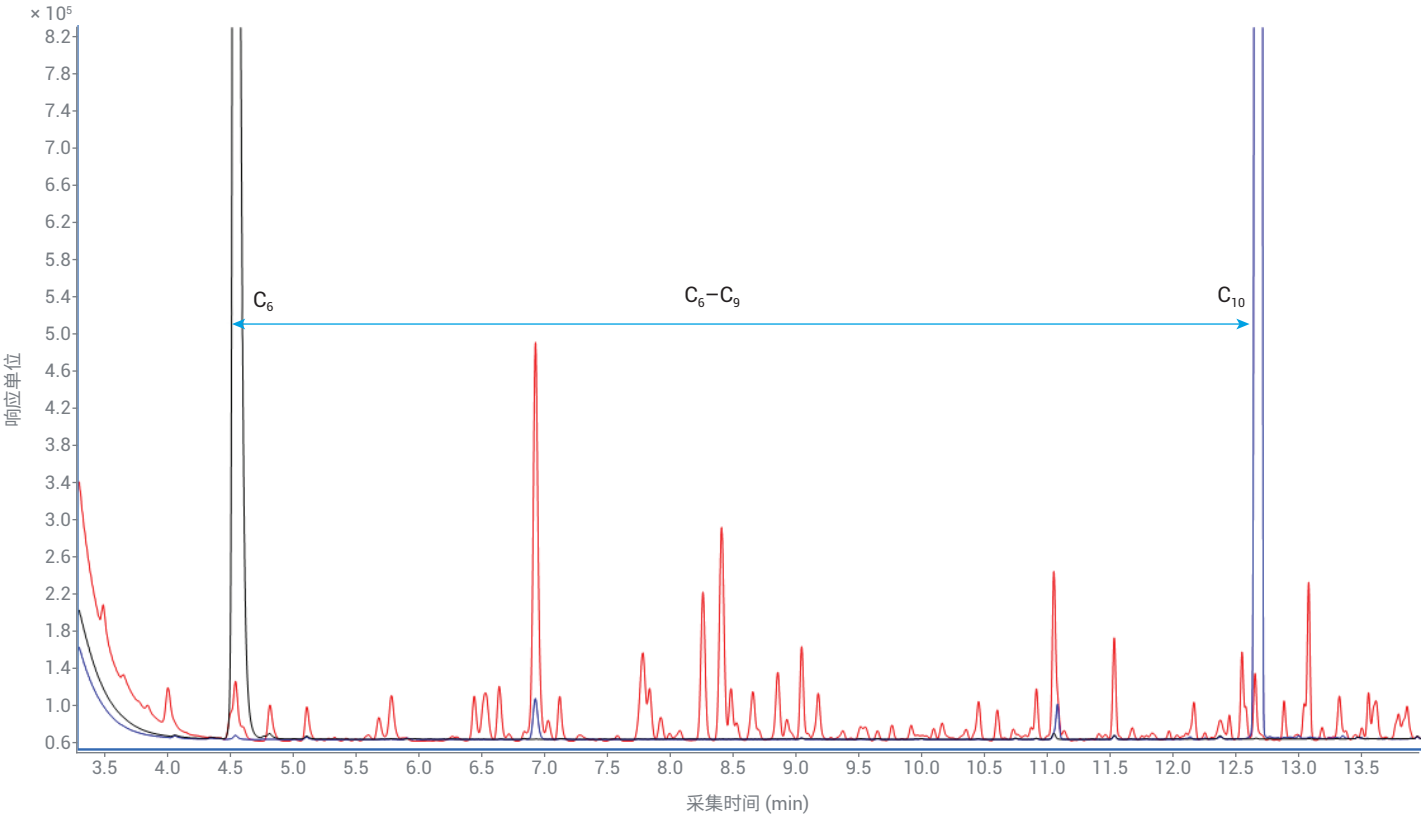


图 5. 使用 HJ 605 柱温箱升温程序从系统中获得的色谱叠加图。黑线表示 2-甲基戊烷 (C_6) 单标溶液；蓝线代表正癸烷 (C_{10}) 单标溶液；红线代表石油烃校准溶液。C_6（包括）和 C_{10}（不包括）之间的峰命名为 C_6–C_9

图 6 显示了校准性能。0.9997 的相关系数表示在整个校准范围内获得了良好的线性拟合。通过测定 0.1 µg/mL 和 1 µg/mL 两个浓度水平 7 次连续进样的检测器响应，完成了重现性测试。结果如表 4 和图 7 所示。测得的面积相对标准偏差 (RSD) 分别为 3.7% 和 0.8%，远低于 HJ 1020 方法中 RSD 最大 25% 的要求。石油烃的 MDL 同样根据 0.1 µg/mL 最低浓度的校准标样七次重复进样的标准偏差计算得出。为满足 HJ 1020-2019 方法的要求，用 5 g 样品计算 MDL，所得 MDL 相当于 0.02 mg/kg。通过将 10 µL 的 500 mg/L 校准标样加标至 5 g 土壤样品中（相当于土壤样品中 1 mg/kg 石油烃）来测试方法回收率。样品 1 和样品 2 用于回收率测试。测试了各加标样品的 3 次重复进样，并计算了平均回收率。如表 4 所示，样品 1 和样品 2 的回收率分别为 91.8% 和 89.4%。样品 1 较高的回收率同样证明样品 2 的基质比样品 1 更复杂。

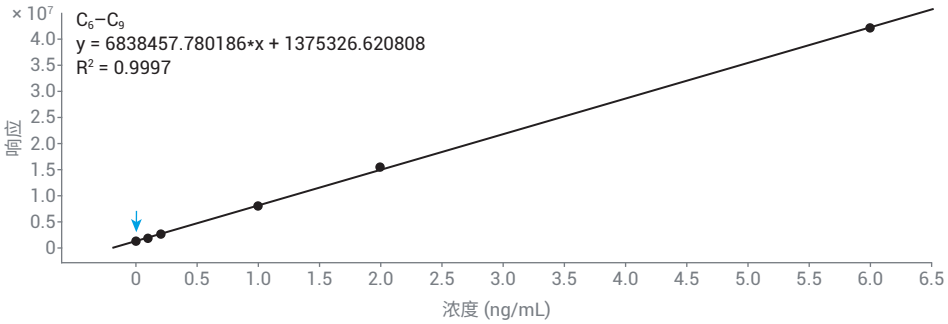


图 6. 石油烃在 0–6 µg/mL 范围内 6 个浓度下的线性校准结果

表 4. 石油碳烃分析结果

名称	CF R^2	RSD (n = 7)		MDL (mg/kg)	平均回收率 % (n = 3)	
		0.1 µg/mL	1 µg/mL		样品 1	样品 2
C_6–C_9	0.9997	3.7	0.8	0.02	91.8	89.4

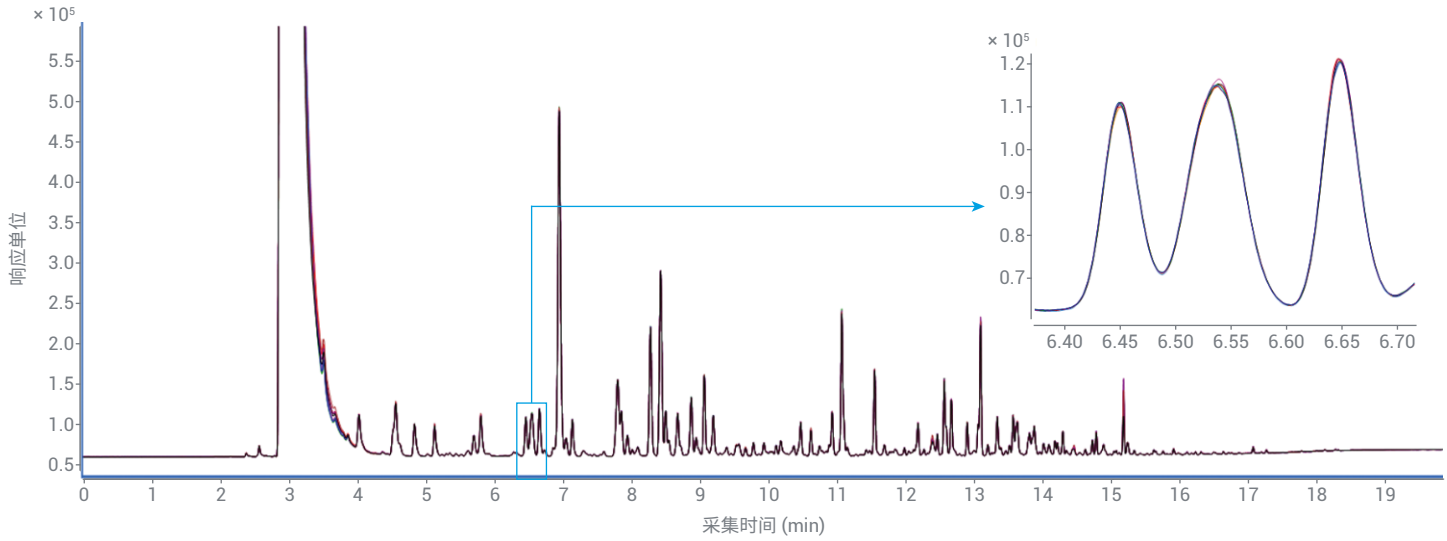


图 7. 1 µg/mL 浓度下重复分析获得的 7 张色谱图的叠加

实际样品分析

使用统一的气相色谱配置分析 VOCs 时，专为 MSD 通道上每种 VOC 化合物选择了特定的定量离子，因此获得了准确的定量结果。但石油烃分析是通过 FID 信号实现定量的。如果土壤样品中存在 VOCs，并在 C_6–C_9 洗脱窗口内洗脱，其在 FID 上的响应将计入 C_6–C_9 组峰的积分面积中。因此，这将干扰目标石油烃的定量。为此，可将石油烃实际样品的分析分为两种情况。第一种情况是从疑似含石油烃污染物的场地获得的样品。第二种是所含污染物未知的样品，可能同时含有石油烃和 HJ 605 方法中提到的 VOCs。

如果是第一种情况的实际样品，那么 HJ 605 方法中的柱温箱升温程序同样也适用于石油烃的分析。如果是第二种情况的实际样品，那么要注意，C_6-C_9 的定性窗口在采用 HJ 605 方法的柱温箱升温程序和 HJ 1020 方法的柱温箱升温程序是不同的。图 8 展示了 HJ 605 化合物列表中在 C_6–C_9 保留时间窗口内洗脱的某些 VOCs。根据 HJ 1020 方法的定义，将 C_6（包括）和 C_{10}（不包括）之间的峰命名为 C_6–C_9。如果使用 HJ 605 柱温箱升温程序，HJ 605 中二氯甲烷到 2-氯甲苯之间的 VOCs 和其他石油烃均将鉴定为 C_6–C_9。使用 HJ 1020 方法推荐的柱温箱升温程序时，极性不同的化合物在 Agilent DB-624 超高惰性色谱柱上的保留能力不同，4-氯甲苯和 1,3,5-三甲基苯的洗脱时间早于 C_{10}。

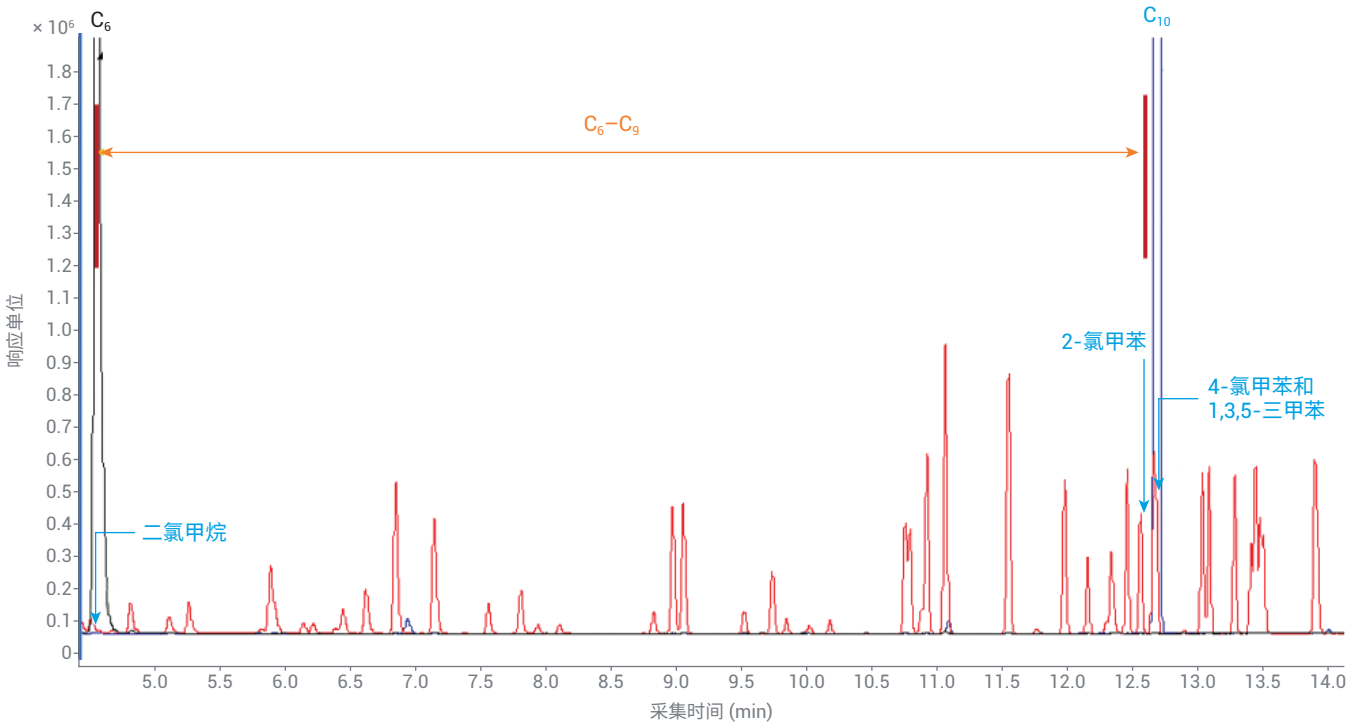


图 8. 从系统中获得的 FID 色谱叠加图。黑线表示 2-甲基戊烷 (C_6) 单标溶液；蓝线代表正癸烷 (C_{10}) 单标溶液；红线代表 65 种 VOCs 校准溶液。使用 HJ 605 柱温箱升温程序时，C_6（包括）和 C_{10}（不包括）之间的峰命名为 C_6–C_9

如图 9 所示，使用 HJ 1020 柱温箱升温程序时，HJ 605 方法中二氯甲烷和 1,3,5-三甲基苯之间的目标化合物会在 C_6–C_9 保留时间窗口内洗脱。与在 HJ 605 方法柱温箱温度下实现的分离相比，使用 HJ 1020 柱温箱温度会将额外两种化合物（即 4-氯甲苯和 1,3,5-三甲基苯）鉴定为 C_6–C_9 烃类。因此，当 VOCs 或沸点较高的 VOCs（如 1,3,5-三甲基苯和 4-氯甲苯）不存在时，可以使用 HJ 605 柱温箱升温程序进行石油烃分析，这么做的好处是，VOCs 和石油烃可以采用同一个采集方法。但如果实际样品中含有沸点较高的 VOCs，为获得可靠的定量结果，还是建议在石油烃分析过程中使用 HJ 1020 柱温箱升温程序。使用统一系统的另一个优势在于能够使用 MSD 信号报告单独的 BTEX 结果。MSD 信号还可帮助确认石油烃分析结果中是否存在 VOC 干扰。

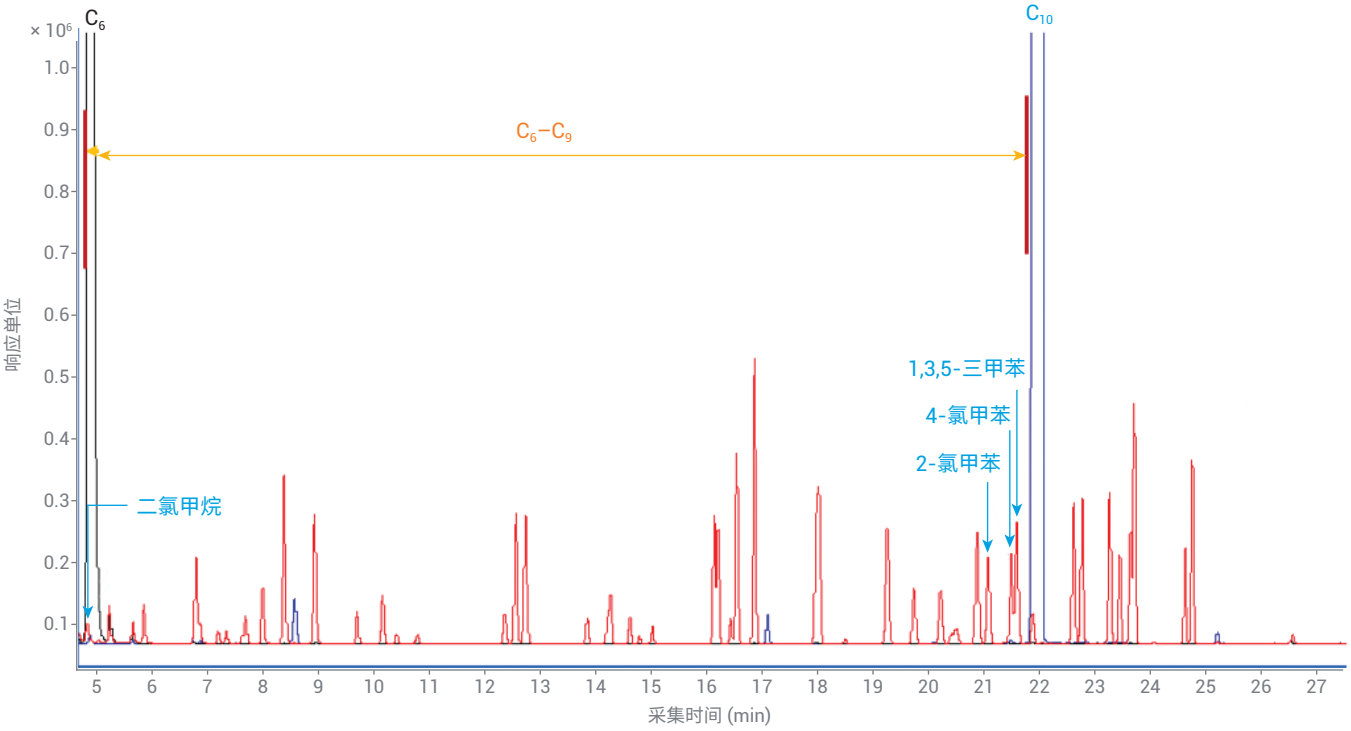


图 9. 从系统中获得的 FID 色谱叠加图。黑线表示 2-甲基戊烷 (C_6) 单标溶液；蓝线代表正癸烷 (C_{10}) 单标溶液；红线代表 VOCs 校准溶液。使用 HJ 1020 柱温箱升温程序时，C_6（包括）和 C_{10}（不包括）之间的峰命名为 C_6–C_9

在相同的实验条件下运行样品 3 以对方法进行评价。样品 3 分为两部分。一部分在加入内标后用于 VOC 分析，不含内标的另一部分用于石油烃分析。建议在样品瓶中使用搅拌子，以确保充分混合并获得真实样品的一致结果。图 10 显示分析样品 3 产生的 MSD 信号（黑色迹线）和 FID 信号（红色迹线）的叠加。可以根据 VOCs 和石油烃的校准曲线分别对两个信号进行定量。除丙酮、2-己酮和 1,2,4-三氯苯外，计算得出的所有 VOC 浓度均远低于线性最小值 (5 µg/L)。表 5 列出了样品 3 的 VOC 计算结果。根据石油烃 (C_6–C_9) 的校准曲线，C_6–C_9 的浓度远低于 0.1 µg/mL。

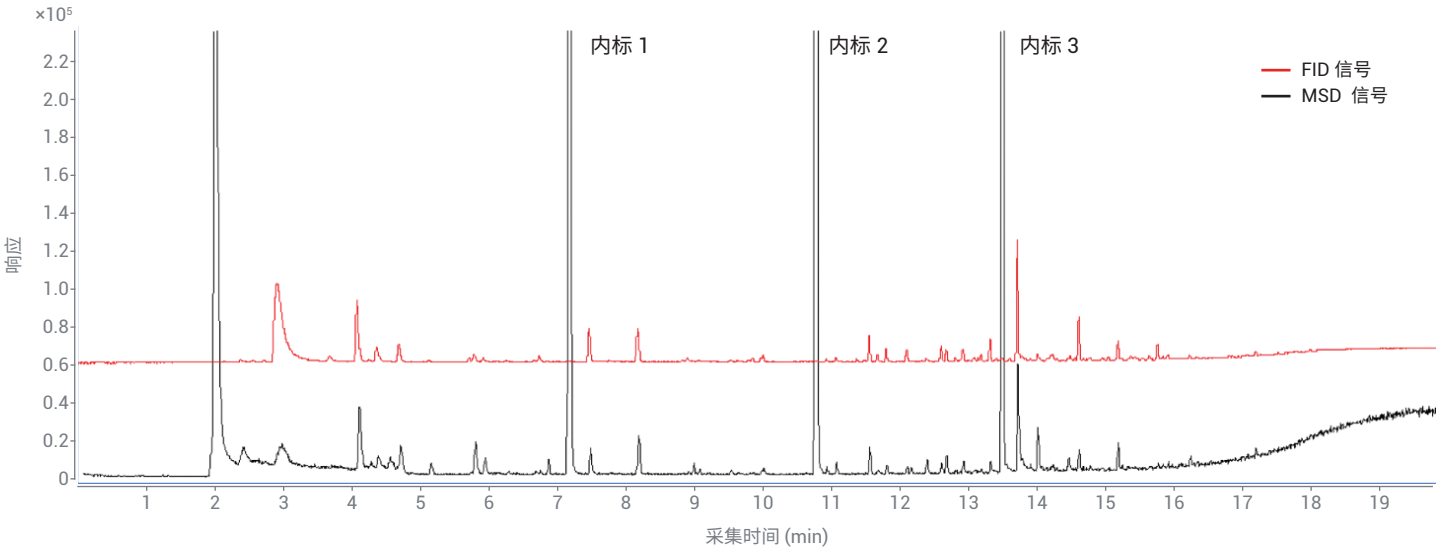


图 10. 使用 HJ 605 柱温箱升温程序时，实际样品（样品 3）的 GC/MS-SCAN 和 FID 色谱图

表 5. 样品 3 的结果

化合物名称	浓度计算值 (µg/L)
丙酮	33
2-己酮	8
1,2,4-三氯苯	5

高通量实际样品分析

通过两次分别进样，然后将 MSD 和 FID 信号代入不同的校准曲线，对真实样品中的 VOCs 和石油烃 (C_6–C_9) 进行分析，得到定量结果。这个硬件配置也可以通过一次实际样品的进样，同时采集 MSD 和 FID 信号。图 11 显示了使用 HJ 605 柱温箱升温程序，在含有石油烃和较低沸点 VOCs 的样品中同时采集的 MSD 和 FID 信号。由于使用了内标方法定量分析 VOCs，因此应在样品中添加三个内标。MSD 信号用于 VOC 分析，而 FID 信号用于石油烃分析。对于 FID 信号，在进行定量计算时应扣除内标峰。尽管 VOCs 和石油烃的校准曲线需要分别取样不同标准溶液来绘制，但对于实际土壤样品，一次进样可用于分析两种类型的化合物。然后可以分别处理数据。

这一高通量方法适用于两种情况：

- 使用 HJ 605 柱温箱升温程序（总运行时间：20 分钟）分析同时含有石油烃和较低沸点 VOCs（DB-624 超高惰性色谱柱上先于 4-氯甲苯洗脱的化合物）的样品
- 使用 HJ 1020 柱温箱升温程序（总运行时间：35 分钟）分析同时含有石油烃和 VOCs 的样品

如 HJ 方法所述，VOCs 的总运行时间为 20 分钟，石油烃的总运行时间为 35 分钟。因此，两次单独的 VOC 和石油烃分析大约需要 60 分钟。本应用简报展示了运行高通量样品分析需要 20 或 35 分钟。这一新流程大幅缩短了预处理时间，并提高了实验室分析效率。对于希望尽可能提升样品通量并缩短周转时间的实验室而言，这一高通量样品分析特别具有吸引力。

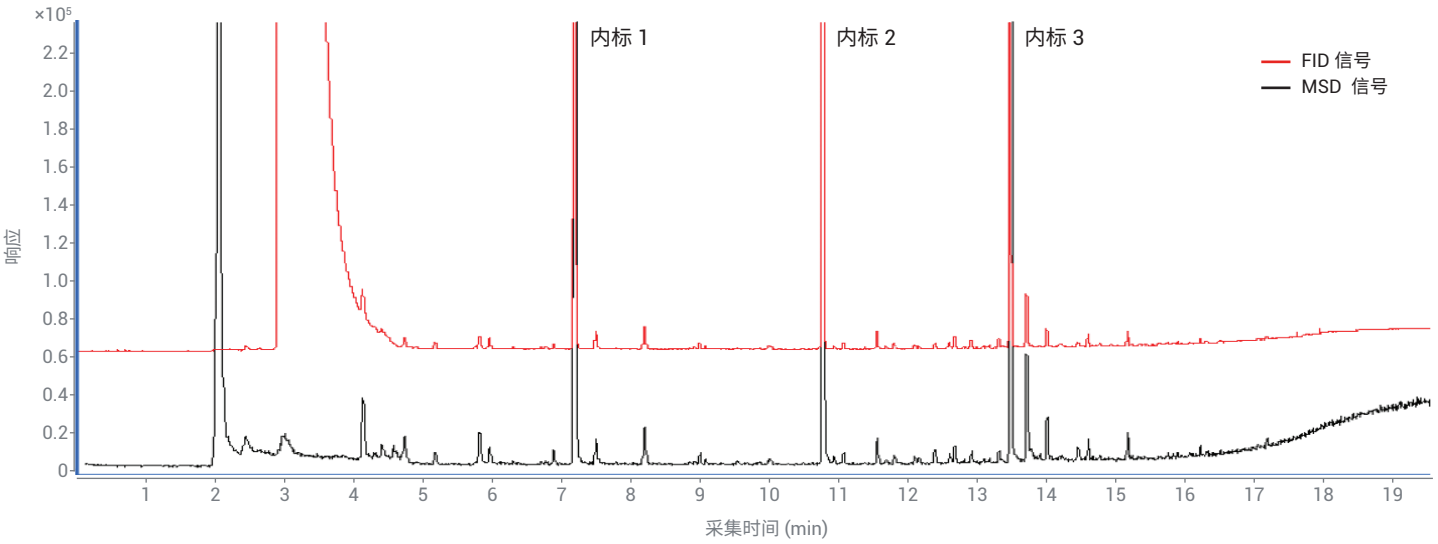


图 11. 使用 HJ 605 柱温箱升温程序时，系统同时获得的实际样品（样品 3）GC/MS-SCAN 和 FID 色谱图

结论

本应用简报展示了使用 P&T/8890 GC/FID 5977B MSD 统一配置可在一台仪器上灵活分析 VOCs 或石油烃 (C_6–C_9)。如需严格遵守 HJ 标准要求，可使用 HJ 605 和 HJ 1020 方法建议的方法参数，在同一台系统上分别检测 VOCs 和石油烃。本研究还介绍了快速分析，对于同时含有石油烃和较低沸点 VOCs 的样品，可以使用 HJ 605 柱温箱升温程序经一次进样同时分析两类化合物。这一通用系统获得的结果均符合 HJ 605-2011 和 HJ 1020-2019 方法概述的所有性能标准。系统对需要低成本和高灵活性的实验室特别具有吸引力。

参考文献

1. Soil and Sediment-Determination of Volatile Organic Compounds-Purge and Trap Gas Chromatography/Mass Spectrometry Method. HJ 605-2011
2. Soil and Sediment-Determination of Petroleum Hydrocarbons (C6-C9)-Purge and Trap Gas Chromatography. HJ 1020-2019

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

DE.2521527778

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，2020

2020 年 8 月 10 日，中国出版
5994-2250ZHCN

Agilent
Trusted Answers