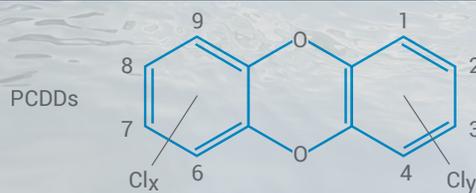
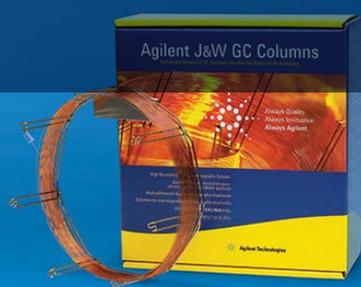


使用 GC/MS 分析环境样品中的二恶英

消耗品工作流程订购指南



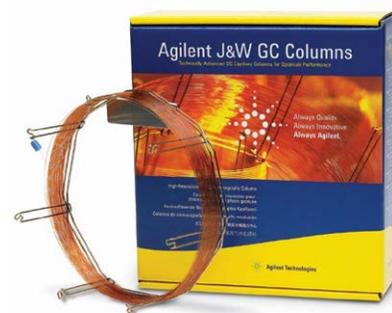
2,3,7,8-取代四至八氯代二苯并对二恶英和二苯并呋喃的测定

二恶英和呋喃是环境污染物，属于所谓的“肮脏的一打”——即被称为持久性有机污染物 (POPs) 的一组化学物质。它们在自然过程以及与工业活动相关的高温加热过程中被释放到环境中。二恶英令人关注，因为它们会污染环境和食物链，且随时间推移会在脂肪组织中生物累积。

关于在全球范围内消除使用某些 POPs 的《斯德哥尔摩公约》签署后，二恶英被认为是 POPs 的一部分，全球领先的政府和政府外机构制定了规定二恶英可接受限量的法规。二恶英的测试被认为是高度专业化的，需要非常高的灵敏度、极高的稳定性和精度。从历史上看，USEPA 开发了分析各种环境基质中二恶英和呋喃的方法，这些方法已在全球范围内使用，包括：

- EPA 1613B^[1] — 通过同位素稀释 HRGC/HRMS 分析四至八氯代二恶英和呋喃
- EPA 8280B^[2] — 用于通过高分离度气相色谱/低分辨率质谱 (HRGC/LRMS) 检测和定量测定多氯代二苯并对二恶英 (PCDDs) 和多氯二苯并呋喃 (PCDFs)
- EPA 8290A 方法^[3] — 提供使用高分离度气相色谱/高分辨率质谱 (HRGC/HRMS) 检测和定量测定多氯二苯并对二恶英 (PCDDs) 和多氯二苯并呋喃 (PCDFs) 的流程
- EPA 23 方法^[4] — 适用于测定固定来源的多氯代二苯并对二恶英和多氯二苯并呋喃

所有方法都允许使用同一组色谱柱和备件。



EPA 1613B 方法和 SGS Axys 161305 方法

1613B 方法由美国国家环境保护局科学技术办公室开发，用于通过同位素稀释、高分离度毛细管柱气相色谱 (HRGC)/高分辨质谱 (HRMS) 对水性和其他基质中的四至八氯代二苯并对二恶英和二苯并呋喃进行异构体特异性测定。

如原文所述，1613B 方法要求具备不低于 10000 的高质量数分辨率，由于缺乏更好的替代方案，只能使用 GC/HRMS 来实现。这些仪器的维护成本较高，并需要具备高度专业的技能才能操作。

MS/MS 技术提供了 HRMS 方法的许多特异性和灵敏度优势，并消除了高质量数分辨率或 HRMS 仪器的成本和复杂性需求。使用 GC/MS/MS (GC/TQ) 测定二恶英和呋喃的方法有望降低实验室成本。

表 1. 用于 SGS Axys 161305 方法的 GC/TQ 参数

参数	值
气相色谱	
型号	Agilent 7890B 气相色谱仪
色谱柱	Agilent DB-5, 60 m × 0.25 mm, 0.1 μm (部件号 122-5061)
色谱柱气路	恒定流速, He 载气
进样器模式	不分流
进样口衬管	进样口衬管, 不分流, 双锥, 去活 (部件号 5181-3315)
进样量	1.0 μL
进样器温度	290 °C
流速	0.93 mL/min
升温程序	90 °C 下保持 2 min, 以 22 °C/min 的速率升至 200 °C, 以 1 °C/min 的速率升至 215 °C, 保持 10 min, 以 5.2 °C/min 的速率升至 300 °C, 保持 2.7 min
总运行时间	51.05 min
平衡时间	0.1 min
质谱仪	
型号	Agilent 7010B 三重四极杆气质联用系统
电离模式	EI, 70 eV
采集模式	MRM
灯丝电流	100 μA
碰撞气体	N ₂ , 1.5 mL/min
淬灭气体	He, 2.25 mL/min
气相色谱接口温度	290 °C
离子源温度	290 °C
四极杆 1 温度	150 °C
四极杆 2 温度	150 °C



安捷伦与 SGS AXYS Analytical Services Ltd. 合作，使用 Agilent 7890B 气相色谱仪与 Agilent 7010B 三重四极杆 GC/MS 的联用系统开发了 SGS Axys 16130 方法^[5]。该方法满足用于分析环境基质中多氯二恶英和呋喃 (PCDDs/PCDFs) 的 1613B 方法的 QA/QC 和性能指标，并获得 US EPA 批准作为使用 EPA 1613B 分析二恶英的替代检测方案。

使用 GC/HRMA 和 GC/TQ 测定实际样品中 PCDD 和 PCDF 浓度的比较 (图 1) 表明，两种技术获得的结果相当。

EPA 1613B 要求邻近流出的异构体以及 2,3,7,8-取代的 TCDD 和 TCDF 异构体之间的峰谷高度小于 25%，以获得更准确的 TEQ 值^[1]。使用 GC/TQ SGS Axys 16130 方法^[5]，前后峰谷高度/峰高分离度值分别为 20.4 和 7.8 (图 2)，且没有超过 25% 的阈值。

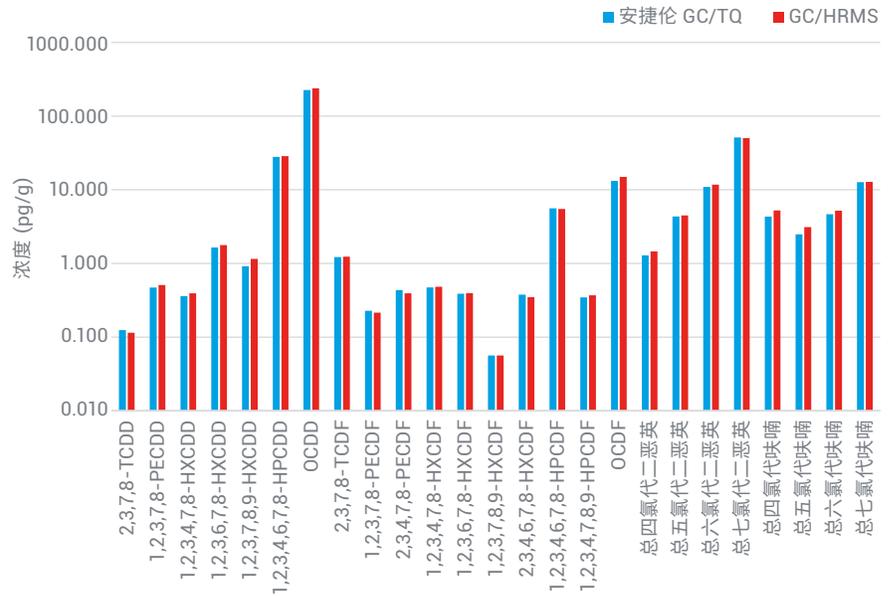


图 1. 通过 GC/TQ (蓝条) 和 GC/HRMS (红条) 测定实际生物固体样品得到的总 PCDD/PCDF 的比较

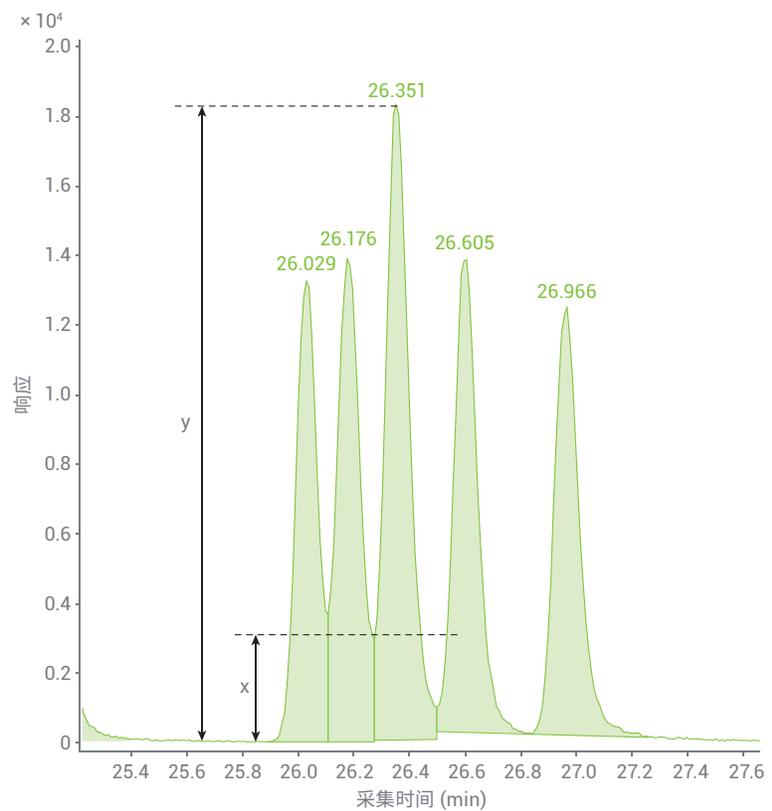


图 2. 采用 SGS Axys 16130 方法^[5]，通过 GC/TQ 分析得到的 2,3,7,8-TCDD 及其邻近流出物

用于二恶英分析的其他气相色谱柱

在另一种使用 GC/TQ 和 J&W DB-5ms 超高惰性气相色谱柱（部件号 122-5562UI）的方法^[6]中，使用如图 3 所示的设置和条件。该色谱柱的出色惰性实现了对称峰，并在分离无毒和有毒 2,3,7,8-TCDF 异构体时达到了小于 25% 的峰谷高度标准。然而，必须注意的是，使用 DB-5ms UI 色谱柱时，2,3,7,8 TCDD 和 1,2,3,9-TCDD 的洗脱顺序与 DB-5 色谱柱上的顺序相反。

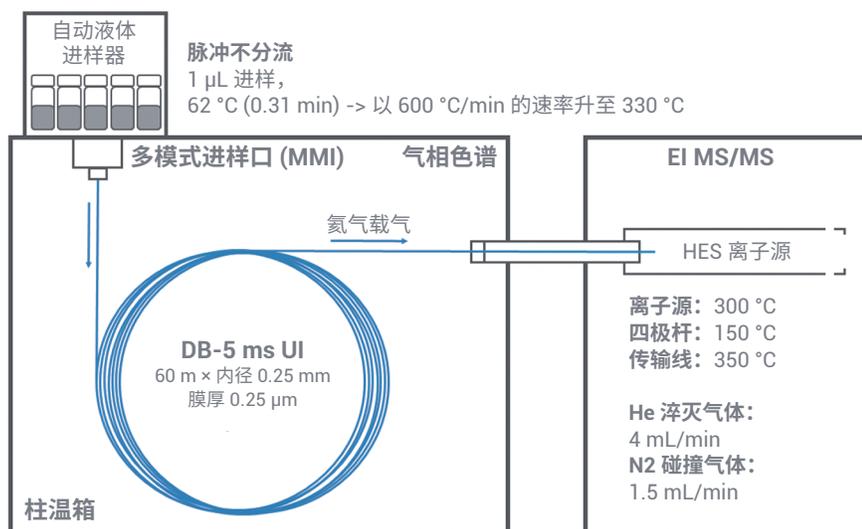


图 3. 使用 Agilent J&W DB-5ms UI 色谱柱的 GC/TQ 配置和条件^[6]

表 2. 通常用于分析环境二恶英的气相色谱柱

Agilent J&W 气相色谱柱	特征	分析结果
DB-5 分析柱 ⁵	低流失	经济; 获 EPA 批准
DB-5ms 超高惰性分析柱 ⁶	<ul style="list-style-type: none"> 极低的柱流失 超高惰性 	<ul style="list-style-type: none"> 准确定量 出色的数据质量 无毒和有毒 2,3,7,8-TCDF 异构体的分离
DB-225 确认柱 ^[1] (如果需要)	低流失	经济; 获 EPA 批准
VF-Xms 分析柱 ^[7]	<ul style="list-style-type: none"> 经过亚芳基高度修饰的固定相, 对含氯化合物具有独特选择性 可以替代 DB-5 固定相的极性更高的选择 	<ul style="list-style-type: none"> 从其他邻近流出的异构体中基线分离 2,3,7,8-TCDF 无需确认柱

参考文献

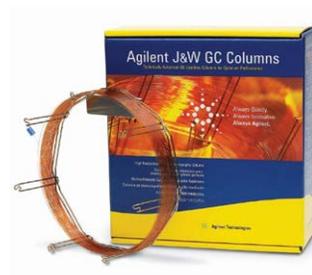
1. www.epa.gov/sites/production/files/2015-06/documents/SOP_HWSS_25_revision_3.pdf
2. www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/8280b.pdf
3. www.epa.gov/sites/production/files/2016-01/documents/sw846method8290a.pdf
4. method_23.pdf (epa.gov)
5. EPA 1613B 的替代检测方案, 使用安捷伦三重四极杆 GC/MS 测定 2,3,7,8-取代四至八氯代二苯并对二恶英和二苯并呋喃 — 5994-3029EN
6. 利用同位素稀释 GC/MS/MS 分析水中的四至八氯代二恶英和呋喃 — 5994-0677EN
7. 使用 Agilent J&W FactorFour VF-Xms 气相色谱柱分析所有 136 种四至八氯代二苯并对二恶英和二苯并呋喃 — SI-02196

用于二恶英分析的色谱柱和备件的订购信息

下表提供关于此分析中使用的安捷伦产品的建议，因此您可以快速找到所需的产品。单击下表标题中的我的列表* 链接，将产品添加到安捷伦网上商城“收藏产品”列表中。然后输入您需要的产品数量，您的列表便会保留在“收藏产品”下，供您将来订购时使用。

表中列出了我的列表中用于二恶英分析的所有消耗品。

描述	部件号
我的列表中的化学标准品	
氯代二苯并对二恶英混标, 10 µg/mL, 甲苯, 1 mL	RPE-065M-1
氯代二苯并呋喃混标, 10 µg/mL, 甲苯, 1 mL	RPE-045M-1
2,3,7,8-四氯联苯并对二恶英, 50 µg/mL, 甲苯, 1 mL	RPE-029S-1
八氯联苯并对二恶英, 50 µg/mL, 甲苯, 1 mL	RPE-017S-1
2,3,7,8-四氯联苯并呋喃, 50 µg/mL, 甲苯, 1 mL	RPE-037S-1
1,2,3,7,8-五氯联苯并呋喃, 50 µg/mL, 甲苯, 1 mL	RPE-042S-1
1,2,3,4,7,8-六氯联苯并呋喃, 50 µg/mL, 甲苯, 1 mL	RPE-043S-1
八氯联苯并呋喃, 50 µg/mL, 甲苯, 1 mL	RPE-019S-1
我的列表中的气相色谱柱 — 主要分析柱	
DB-5, 60 m × 0.25 mm, 0.1 µm (SGS Axys 161305 方法)	122-5061
DB-5ms UI, 60 m × 0.25 mm, 0.25 µm	122-5562UI
气相色谱柱 — 确认柱 (如果需要)	
DB-225, 30 m × 0.32 mm, 0.25 µm	123-2232
我的列表中的气相色谱备件	
进样口衬管, 不分流, 双细径锥, 去活	5181-3315
流失性与温度经过优化 (BTO) 的不粘连进样口隔垫, 11 mm, 50/包	5183-4757
超高惰性分流平板, 带垫圈, 1/包	5190-6144
超高惰性分流平板, 带垫圈, 10/包	5190-6145
手拧式柱螺帽, 带锁定环, 进样口	G3440-81011
手拧式柱螺帽, 带锁定环, MSD	G3440-81013
15% 石墨/85% Vespel 密封垫圈, 内径 0.4 mm, 10/包	5181-3323
我的列表中的样品瓶和瓶盖	
样品瓶, 螺口, 棕色, 硅烷化, 带书写签, 经认证, 2 mL, 100/包	5183-2072
瓶盖, 螺口, 蓝色, PTFE/硅橡胶/PTFE 隔垫, 100/包。瓶盖尺寸: 12 mm	5182-0723
样品瓶内插管, 250 µL, 玻璃, 圆锥形, 带聚合物支架, 已去活, 100/包 内插管尺寸: 5.6 × 30 mm	5181-8872
我的列表中的 MS 备件	
EI 灯丝 (用于 7000A/B/C/D、5977B 惰性 Plus、5977A Extractor、惰性或不锈钢和 5975 系统)	G7005-60061
用于 7010 三重四极杆 GC/MS 的 HES 灯丝	G7002-60001
我的列表中的气体过滤器	
用于 7890 的 Gas Clean 气体净化载气工具包	CP17988
用于 8890 和 8860 的 Gas Clean 气体净化载气工具包	CP179880
Gas Clean 载气净化器更换滤芯	CP17973



* 如果这是您首次使用安捷伦网上商城，需要输入电子邮件地址进行账户验证。如果您没有注册安捷伦账户，请单击 www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos 进行账号注册。该功能仅在启用了电子商务功能的地区有效。您也可以通过客户服务中心或经销商渠道订购所有物品。

Agilent CrossLab：洞察敏锐，成就超群

CrossLab 提供仪器之外的服务、消耗品和实验室资源管理，帮助实验室提高效率、优化操作、延长仪器正常运行时间，并提升用户技能等。

如需了解关于 Agilent CrossLab 的更多信息，以及洞察敏锐、成就超群的示例，请访问 www.agilent.com/crosslab

安捷伦客户服务中心：

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

DE44340.6673032407

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，2021
2021 年 6 月 4 日，中国出版
5994-3550ZHCN