

# 采用 Agilent 8697 顶空进样器和 8890 GC 测定水中的苯及其衍生物

## 作者

Youjuan Zhang  
安捷伦科技有限公司

## 摘要

本应用简报介绍了使用中国环境保护行业标准 HJ 1067-2019 方法分析苯及其衍生物的方法。研究表明，Agilent 8697 顶空进样器与配备火焰离子化检测器 (FID) 的 Agilent 8890 GC 联用，能够实现可靠、高性价比的水中苯及其类似物分析。

## 前言

HJ 1067-2019 是一种使用配备 FID 的顶空气相色谱系统测定水中苯及其类似物的方法。该方法中详细介绍了样品提取、分析、鉴定和定量。

本应用简报证明 Agilent 8697 顶空进样器与 Agilent 8890 气相色谱系统联用，可准确可靠地分析水中的苯及其衍生物。此系统可轻松满足 HJ 1067-2019 方法中描述的化合物的性能要求。结果表明，这些目标化合物测定的校准曲线在方法要求范围内，且相关系数高于 0.999。对各化合物的相对标准偏差 (RSD) 进行测定。峰面积 %RSD 范围为 1.3%–2.4%，保留时间 %RSD < 0.045%。所有化合物的 MDLs 均 ≤ 0.2 µg/L。回收率约在 99.1%–101.7% 的范围内。

## 实验部分

### 化学品与试剂

所有试剂和溶剂均为 HPLC 或分析纯级。所有苯系物单标物均购自上海安谱实验科技股份有限公司。

### 溶液与标准品

通过加入一定量的各种标准化合物，配制混合标准品储备液。使用甲醇为溶剂配制浓度为 1000 µg/mL 的 8 种化合物储备液。使用甲醇配制浓度为 10 和 100 µg/mL 的中间储备液。

每个校准浓度准备 6 个顶空样品瓶，每个样品瓶加入 3 g 氯化钠和 10 mL 超纯水，然后添加不同量的储备液和中间储备液获得所需浓度。配制得到的校准标准溶液的浓度分别为 10、20、50、200、500 和 2,000 µg/L。将样品放入顶空托盘前，振摇样品瓶直至氯化钠完全溶解。

### 仪器条件

采用 Agilent 8697 顶空进样器与 Agilent 8890 GC/FID 系统进行分离。采用 Agilent OpenLab CDS 2.5 软件进行数据采集和分析。仪器条件见表 1。

表 1. 仪器条件

参数	值
<b>Agilent 8697 顶空进样器</b>	
定量环规格	1 mL
加压气体	氮气
加热炉温度	80 °C
定量环温度	80 °C
传输线温度	100 °C
样品瓶平衡时间	40 min
进样持续时间	0.5 min
样品瓶规格	20 mL
填充压力	15 psi
定量环填充模式	默认
样品瓶振荡	8 级
<b>Agilent 8890 GC</b>	
进样口	分流/不分流 200 °C，分流比 10:1 衬管：直型，去活，2 mm 内径（部件号 5181-8818）
色谱柱	Agilent J&W HP-INNOWax, 30 m × 0.32 mm, 0.5 µm（部件号 19091N-2131）
载气	氮气，2 mL/min，恒流
柱温箱	40 °C (5 min) 随后以 5 °C/min 升至 80 °C (5 min) 随后以 30 °C/min 升至 200 °C (5 min)
FID	250 °C，氢气：30 mL/min，空气：300 mL/min

## 结果与讨论

图 1 显示了 200  $\mu\text{g/L}$  浓度下通过 HS/GC/FID 系统获得的 8 种苯系物的典型色谱图。系统对所有化合物均显示出良好的分离度和峰形。如图 1 所示, 乙苯、对二甲苯和间二甲苯在 HP-INNOWax 色谱柱上实现了基线分离。

苯系物的校准曲线表现出优异的结果。所有化合物在研究范围内的校准系数 ( $R^2 \geq 0.9998$ )。图 2 展示了在该系统上获得的苯和乙苯的校准曲线信息。表 2 列出了每种化合物的  $R^2$  值。在 20 和 200  $\mu\text{g/L}$  的浓度下测定重现性 ( $n = 8$ )。如表 3 所示, 峰面积 %RSD 范围为 1.3%–2.4%, 保留时间 %RSD  $< 0.045\%$ 。

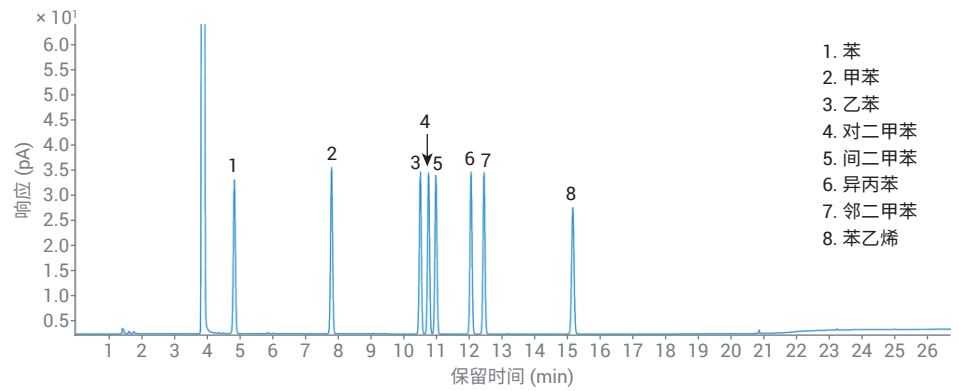


图 1. 浓度为 200  $\mu\text{g/L}$  的 8 个目标化合物的色谱图

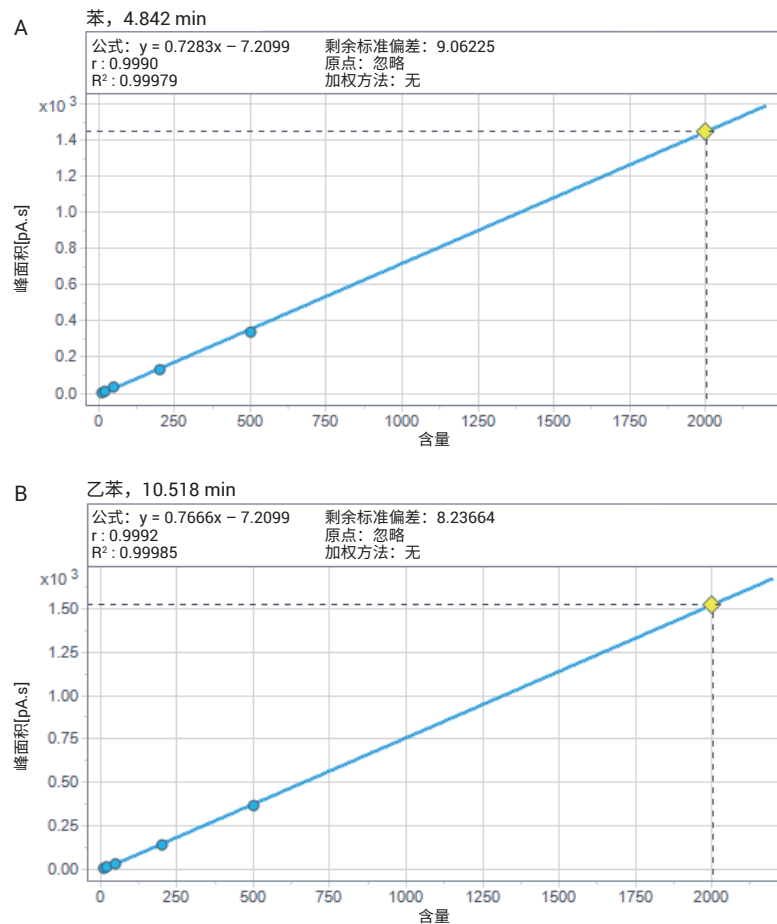


图 2. (A) 10–2000  $\mu\text{g/L}$  范围内的苯校准结果。(B) 10–2000  $\mu\text{g/L}$  范围内的乙苯校准结果

使用信噪比 (S/N) 计算方法检测限 (MDL)。使用浓度为 2 µg/L 的标准溶液测定 MDL，所有化合物的结果如表 3 所示。所有化合物的 MDLs ≤ 0.2 µg/L，符合 HJ 1067-2019 方法的指标要求。

通过分析未加标和加标水样测定方法回收率。将含苯及其衍生物的标样加标至自来水中，浓度为 200 µg/L。使用相同方法分析 6 个平行加标样品。使用公式 1 计算回收率。

**加标样品的浓度：**根据校准曲线计算出加标样品的浓度。

**未加标样品的浓度：**根据校准曲线计算出未加标样品的浓度。

**加标浓度：**加标样品中苯系化合物的浓度，为 200 µg/L。

表 3 中列出了回收率数据，表明 200 µg/L 下回收率范围为 99.1%–101.7%。

表 2. 本研究中，苯及其衍生物校准标样在 10–2000 µg/L 范围内的 R<sup>2</sup> 值

编号	名称	RT	线性方程	R <sup>2</sup>
1	苯	4.839	y = 0.7283x - 7.2099	0.9998
2	甲苯	7.807	y = 0.7677x - 8.5950	0.9998
3	乙苯	10.519	y = 0.7666x - 7.9522	0.9999
4	对二甲苯	10.771	y = 0.7541x - 7.7485	0.9999
5	间二甲苯	10.994	y = 0.7561x - 7.7873	0.9999
6	异丙苯	12.068	y = 0.7571x - 5.4705	0.9999
7	邻二甲苯	12.463	y = 0.7416x - 7.6819	0.9998
8	苯乙烯	15.173	y = 0.7033x - 7.0938	0.9998

表 3. 苯及其衍生物的 RSD、MDL 和回收率百分比

编号	名称	RT %RSD (n = 8)	峰面积 %RSD (n = 8)		MDL (µg/L)	平均回收率 % (n = 6) 200 µg/L
			20 µg/L	200 µg/L		
1	苯	0.045	1.77	1.74	0.16	101.7
2	甲苯	0.034	1.66	1.71	0.14	100.5
3	乙苯	0.022	1.69	1.62	0.16	99.9
4	对二甲苯	0.030	2.13	1.92	0.16	99.1
5	间二甲苯	0.026	1.82	1.73	0.17	99.7
6	异丙苯	0.025	1.30	1.51	0.16	100.2
7	邻二甲苯	0.023	1.80	1.74	0.16	100.7
8	苯乙烯	0.021	2.32	2.40	0.20	100.3

公式 1.

$$\text{回收率 (\%)} = \frac{(\text{加标后样品浓度} - \text{未加标样品浓度})}{\text{加标浓度}} \times 100$$

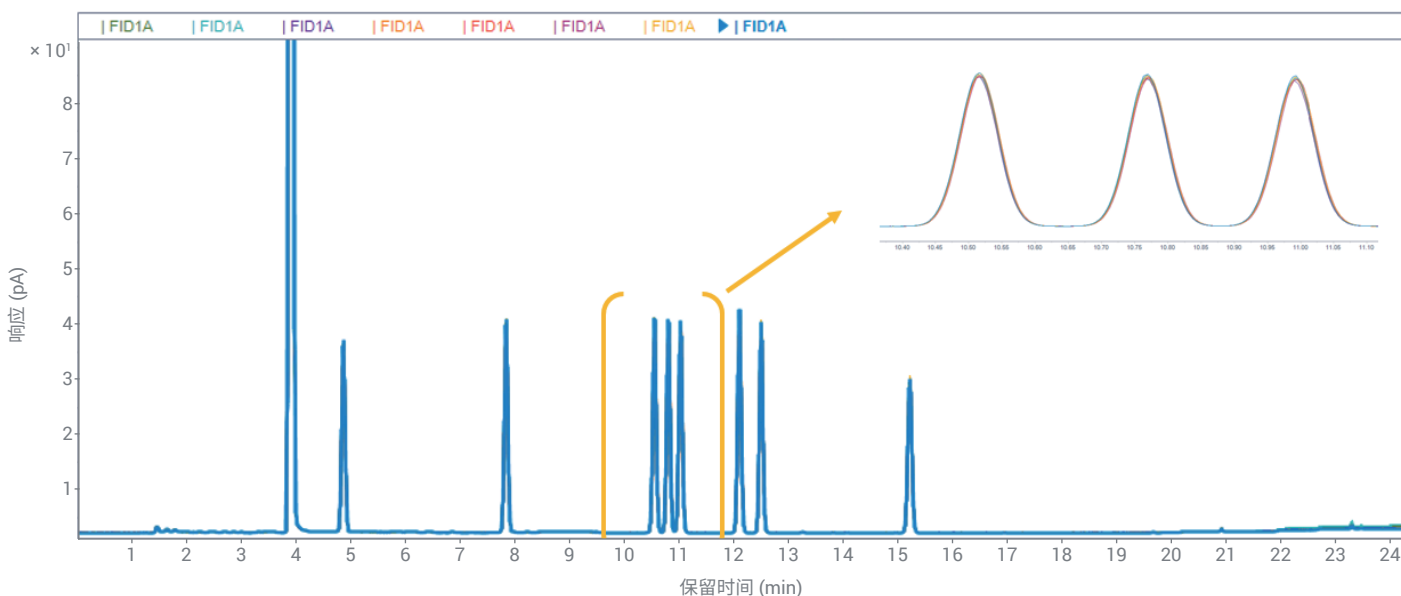


图 3. 200 µg/L 下 8 次重复进样的 GC/FID 叠加色谱图

## 结论

本应用简报表明，配备 8890 GC 和 FID 的 8697 顶空进样器可为水中苯及其类似物的分析提供可靠且经济的解决方案。从顶空到检测器的惰性流路能产生可靠的惰性水平，提供出色的峰形、分离度和优异的重现性。

## 参考文献

1. HJ 1067-2019, 水质 — 苯系物的测定 — 顶空/气相色谱法, 中国生态环境部, 中国环境监测总站 (发布日期: 2019 年 12 月 24 日)

查找当地的安捷伦客户中心:

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://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](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价:

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

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

DE44231.567986111

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 2 月 18 日, 中国出版  
5994-3074ZHCN