

# 环境样品中的多环芳烃分析

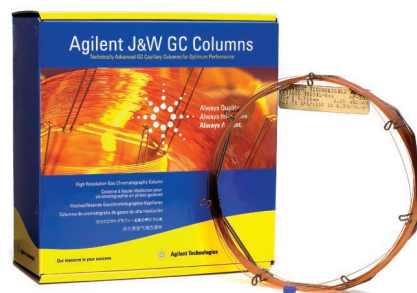
使用单四极杆或三重四极杆气质联用系统并以氦气或氢气作为载气  
消耗品工作流程订购指南



多环芳烃 (PAHs) 属于持久性有机污染物，主要来源于能源领域（煤、石油和天然气）、制造业（铝、橡胶、水泥和沥青）、发电和垃圾焚烧中的各种工业活动。对这些污染物的监测非常重要，因为它们具有生物累积性，并且即使在低浓度下也有毒性。

美国国家环境保护局 (EPA) 对 16 种 PAHs 进行了监管，规定了公共用水中的最大污染物浓度 (MCL)，以降低饮用受污染的市政供水以及工业废水对健康造成的不利影响。

EPA 625.1 和 EPA 8270 C/D/E 将 PAH 作为半挥发性分析物的一部分进行分析，而 EPA 610 和 EPA 8100 方法专门用于分析 PAH，具有更高的准确度、分离度和灵敏度。虽然可以通过多种技术分析 PAH，但 GC/MS 在水、土壤和其他复杂基质的痕量 PAH 分析方面具有高选择性和灵敏度。尽管氦气通常被视为 GC/MS 分析的理想载气，但频繁的氦气短缺问题增加了使用氢气作为载气的需求。



氢气是一种反应性气体，可能会在进样口、色谱柱中引起化学反应，有时还会在 MS EI 离子源中引起化学反应，从而改变分析结果。Agilent Hydro 惰性离子源是一款针对 GC/MSD 全新设计的 Extractor 离子源，可解决这些问题并提高 GC/MS 中 H<sub>2</sub> 载气的性能。

### 使用氢气代替氦气载气时需要考虑的因素

PAHs 是相对稳定的化合物，因此在使用经优化的方法并遵循这些应用简报所述的建议以避免峰拖尾时，可以使用氢气载气进行分析<sup>[1-3]</sup>。

表 1. 使用氢气载气时需要考虑的重要因素

考虑因素	描述
氢气	建议使用纯度为 99.9999% 且水和氧气含量较低的内部氢气作为载气。必须使用可靠的洁净氢气来源。如需长期使用，建议使用氢气纯度高于 99.9999% 且水和氧气含量较低的发生器。建议为氢气发生器配备水分过滤器。对于短期使用，可以采用充装色谱级或研究级氢气的钢瓶。
脉冲不分流进样	用于将 PAHs（尤其是重质组分）尽可能多地从 GC 进样口传输到色谱柱中。
进样口衬管	安捷伦通用超高惰性中部砂芯进样口衬管可为土壤提取物提供良好的峰形，并具有出色的惰性和使用寿命。砂芯可传热给 PAHs，并堵住进入进样口基座的通道。如果 PAHs 沉积到进样口基座，将很难气化并吹扫到色谱柱中。
色谱柱规格	建议采用两根 Agilent J&W DB-EUPAH 色谱柱（20 m × 0.18 mm 内径，0.14 μm），以便在反吹配置中保持理想的载气流速和进样口压力。
8890 PSD 模块和柱中反吹	Agilent 8890 气相色谱气路模块是一种气路反吹模块 (PSD)，针对反冲应用进行了优化，可实现无缝脉冲进样。气流反向功能由安捷伦吹扫 Ultimate 接头 (PUU) 提供。此时，PUU 为插在两根相同的 20 m 色谱柱之间的三通。在分析过程中，需要使用来自 8890 PSD 模块的补偿气流速较小的载气吹扫连接管路。在反吹过程中，需要大幅提高来自 PSD 的补偿气流速，将高沸点污染物向后吹扫出第一根色谱柱并向前吹扫出第二根色谱柱。
Hydro 惰性 EI 离子源	当使用氢气作为载气时，Agilent Hydro 惰性离子源可替代 Extractor 离子源。它采用可大大减少离子源中的不良反应的材料制成，能够在配合使用氢气时保持谱图保真度。众所周知，即便使用氦气作为载气，PAH 对 MS EI 离子源而言也是一种独特的挑战 <sup>[4]</sup> 。使用氢气作为载气可以改善 PAH 分析的性能，尤其是使用 Hydro 惰性离子源时。9 mm 提取透镜是 Hydro 惰性离子源的默认配置 <sup>[5,6]</sup> ，也是 PAH 分析的理想选择，因为它可以提供优异的校准线性、响应精度和峰形。
碰撞气体	当使用氢气作为载气时，在 GC/TQ 中只能使用氮气作为碰撞气体。必须将碰撞池氮气入口接头密封。理想的氮气流速为 1.5 mL/min。在之前有关使用氢气载气分析 PAH 的研究中，也证明该流速为理想的流速 <sup>[9]</sup> 。
MS/MS	与 GC/MS 相比，GC/TQ 中的 MRM 模式具有更高的选择性，减少或消除了由基质产生的干扰响应，从而简化了高基质样品分析过程中的数据审查。干扰响应通常需要对定量离子或定性离子进行手动积分。

## 分离 PAH 异构体

PAHs 分析面临的一大挑战是 PAH 异构体的色谱分离，因为它们具有相同的化学结构。这些异构体的分子量相同，质谱仪无法对它们进行区分。

根据分析目标为 PAHs 选择合适的气相色谱柱。表 2 列出了推荐的色谱柱对环境中受监管的关键 PAHs 和杂质的分离情况。

表 2. Agilent J&W 气相色谱柱对受监管的关键 PAHs 和常见杂质峰的分离情况

受监管的关键 PAHs: EPA 610、EPA 8100 和 EPA 8270D				
分析物列表	Select PAH <sup>[7-9]</sup>	DB-EUPAH <sup>[10]</sup>	DB-5ms UI <sup>[10]</sup>	DB-UI8270D <sup>[11]</sup>
萘	x	x	x	x
芴	x	x	x	x
芴烯	x	x	x	x
芴	x	x	x	x
菲	x	x	x	x
蒽	x	x	x	x
荧蒽	x	x	x	x
芘	x	x	x	x
苯并[a]蒽	x	x	x	x
环戊烯[c,d]芘	x	x	x	x
三亚苯 (杂质)	x	共流出	共流出	共流出
蒽	x	共流出	共流出	共流出
苯并[b]荧蒽	x	x	共流出	共流出
苯并[j]荧蒽	x	x	共流出	共流出
苯并[k]荧蒽	x	x	x	x
苯并[a]芘	x	x	x	x
茚并[1,2,3-c,d]芘	x	x	x	x
二苯并[a,h]蒽	x	x	x	x
苯并[g,h,i]花	x	x	x	x
总分析时间	< 15 min <sup>[7]</sup>	< 24 min <sup>[10]</sup>	< 18 min <sup>[10]</sup>	< 22 min <sup>[11]</sup>
最高操作温度	325–350 °C	320–340 °C	325–350 °C	325–350 °C
业务成果	超高 PAH 特异性  高效 	超高 PAH 特异性  经济 	通用性  高效 	超高的数据可靠性；实现所有 8270 半挥发性分析物（包括 PAHs）的出色分离 
选择标准	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 准确定量所有 16 种 EPA PAHs</li> <li>- 独特的选择性，可分离所有异构体</li> <li>- 一款能够从三亚苯中分离蒽（如果存在）的色谱柱</li> </ul>	对三亚苯:蒽的分离没有严格要求时的理想选择	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 经济型选择</li> <li>- 非常适用于大多数仅需报告少数 PAH 异构体的 EPA 方法</li> </ul>	按照 EPA 方法 8270 C/D/E 分析 PAHs

\* x = 完全基线分离

## 分子量歧视

PAH 分析面临的另一个挑战是分子量歧视。以下情况可能会出现该问题：

- 进样口温度设置过低 (< 300 °C)，进样口样品气化不完全
- 未优化不分流进样的保持时间，无法有效地将所有样品转移到分析柱的柱头
- 进样口衬管选择不当。该问题在色谱图中表现为较高分子量 PAHs 的响应较低

有关避免分子量歧视的建议以及优化 GC/MS 或 GC/MS/MS PAH 分析的最佳实践<sup>[4,12]</sup>：

- 进样量：1–2 µL
- 进样口、MS 离子源和传输线温度：320 °C。温度低于 300 °C 将导致 PAH 拖尾。使加热区保持良好的隔热和高温，减少可能的系统冷点和信号损失
- 吹扫激活时间：45–90 秒不分流
- 4 mm 不分流衬管，带中部砂芯（或玻璃毛）。砂芯（或玻璃毛）可传热给 PAH，并堵住进入进样口基座的通道。如果 PAH 沉积到进样口基座，将很难气化并吹扫到色谱柱中。玻璃砂芯衬管是玻璃毛衬管的一种出色的替代品，因为它避免了玻璃毛断裂或在衬管内移动的风险
- 采用 20–50 psi 的脉冲不分流进样，持续 0.9 分钟，将高沸点 PAH 转移至色谱柱。液相上的“冷阱捕集”通常用于高分子量、高沸点分析物，例如不分流/PTV/MMI 型进样的 PAHs。对于许多样品溶剂，采用 75 °C 的初始柱温箱温度通常可以获得高质量峰形
- 使用内径 0.15/0.18 mm 的高效气相色谱柱可在不损失分离度的情况下加快分析速度

- 在不影响 MS 检测器灵敏度的情况下，采用更高的色谱柱流速，大幅缩短进样口（和系统）驻留时间。在恒流模式下进行分析

0.15 mm：1.2 mL/min He

0.18 和 0.25 mm：1.2–1.4 mL/min He

注意：虽然内径为 0.18 mm 和 0.25 mm 的气相色谱柱可运行更高的流速，但会导致 MS 的灵敏度降低。对于 HES 离子源，不建议流速超过 1.5 mL/min。

- 使用保留间隙柱和/或反吹消除样品交叉污染、减少维护并缩短分析周期
- 使用 Agilent JetClean 可大幅减少手动离子源清洁工作，尤其是对于高基质样品的分析。文献已证明，利用氢气 (0.33 mL/min) 连续清洁离子源能够显著改善 PAH 分析中随时间变化的校准线性和响应精度
- 9 mm 提取透镜大幅减小了可沉积 PAH 的表面，并且是针对氢气进行了优化的 Hydro 惰性离子源的默认透镜。它是 PAH 分析的理想选择，可以提供优异的校准线性、响应精度和峰形
- 在稀释或制备校准混标之前，先将 PAH 标准品放置至室温，因为在冷藏期间，分子量较高的 PAH 可能会从溶液中沉淀出来

EPA 方法中最常用的样品前处理步骤包括使用二氯甲烷进行液液萃取。如需分析大量样品，自动化固相微萃取 (SPME) 可减少样品操作，减少溶剂消耗量并缩短每个样品的分析时间<sup>[13-14]</sup>。PAL3 系列 RSI 和 RTC 系统提供的 Agilent SPME Arrow 具有比同类型纤维头产品更高的机械稳定性和更大的表面积容量。这种设计可提高痕量水平灵敏度，缩短萃取时间并提高通量。SPME 纤维头和 Arrow 均可用于手动取样。

## 参考文献

1. 使用配备氢气载气和 Agilent Hydro 惰性离子源的 GC/MS 对 PAHs 进行分析, [5994-5711ZHCHN](#)
2. 用氢气载气对 PAHs 进行 GC/MS/MS 分析: 在挑战性的土壤基质中使用 Agilent Hydro 惰性离子源, [5994-5776ZHCHN](#)
3. Optimized PAH Analysis Using Triple Quadrupole GC/MS with Hydrogen Carrier (使用三重四极杆 GC/MS 和氢气载气优化 PAH 分析), [5994-2192EN](#)
4. 用于分析挑战性基质中 PAH 的优化的 GC/MS/MS 方法: 使用配备 JetClean 和柱中反吹的 Agilent 8890/7000D 三重四极杆气质联用系统, [5994-0498ZHCHN](#)
5. Anderson, K. A. *et al.* Modified Ion Source Triple Quadrupole Mass Spectrometer Gas Chromatograph for Polycyclic Aromatic Hydrocarbons. *J. Chromatog. A* **2015**, *1419*, 89–98. DOI: 10.1016/j.chroma.2015.09.054
6. Quimby, B. D. *et al.* In-Situ Conditioning in Mass Spectrometer Systems. *US* 8,378,293, **2013**
7. Fast Separation of 16 US EPA 610 Regulated PAHs on Agilent J&W Select PAH GC Columns (使用 Agilent J&W Select PAH 气相色谱柱对 16 种 US EPA 610 规定的 PAHs 进行快速分离), [SI-02263](#)
8. Separation of 54 PAHs on an Agilent J&W Select PAH GC Column (采用 Agilent J&W Select PAH 气相色谱柱分离 54 种 PAHs), [SI-02232](#)
9. 使用 Agilent J&W Select PAH 气相色谱柱和 Agilent Intuvo 9000 气相色谱提高欧盟和 EPA PAH 分析的重现性, [5994-0877ZHCHN](#)
10. 使用高效气相色谱柱分析 PAH: 色谱柱选择与最佳实践, [5990-5872CHCHN](#)
11. 使用特殊设计的 Agilent J&W DB-UI8270D 色谱柱分析半挥发性物质, [5991-0250CHCHN](#)
12. 用于分析挑战性基质中 PAH 的优化的 GC/MS 方法: 使用配备 JetClean 和柱中反吹的 Agilent 5977 系列 GC/MSD, [5994-0499ZHCHN](#)
13. Analysis of Low-level PAHs in Drinking Water with an Agilent PAL3 Equipped with SPME ARROW (使用配备 SPME ARROW 的 Agilent PAL3 分析饮用水中的低浓度 PAHs), [5994-0590EN](#)
14. Examination of Lower Molecular Weight PAHs in Drinking Water Using Agilent PDMS SPME Fibers (使用 Agilent PDMS SPME 纤维头检测饮用水中的低分子量 PAHs), [5994-1301EN](#)



## 轻松挑选和订购信息

要从安捷伦在线商城订购下表中列出的商品，请单击“我的列表 #”标题链接将商品添加至您的“收藏产品”列表中。然后输入您需要的产品数量，添加至购物车并继续结算。您的列表便会保留在“收藏产品”下，供您将来订购时使用。

如果这是您首次使用“收藏产品”，系统会要求您输入电子邮件地址进行账户验证。如果您已有安捷伦账户，可以直接登录。但是，如果您尚未注册安捷伦账户，则需要注册账户。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。

### 我的列表：PAH 标准品

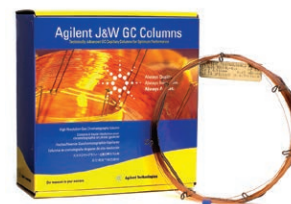
描述	货号
安捷伦 PAH 分析仪校准样品试剂盒	G3440-85009
<b>EPA 8100 标准品</b>	
PAH 标准品 (16 种分析物; 校准标样)	PM-810-1
PAH 混标 (16 种分析物; QC 参比标样)	PM-613A-1
<b>EPA 610 标准品</b>	
PAH 试剂盒 (17 个安瓿瓶)	PK-610
PAH 标准品 (2000 µg/mL)	US-106N-1
基质加标标准品 (6 种分析物)	PM-025-1
<b>EPA 8270 C/D/E 标准品</b>	
EPA 方法 8270 C/D 校准标样试剂盒	US-121K
半挥发性化合物内标	US-108N-1
碱性、中性物质替代物标准品	ISM-280N-1
酸性物质替代物标准品	ISM-290N-1
半挥发性化合物替代物标准品	ISM-333X



请访问 [www.agilent.com/chem/standards](http://www.agilent.com/chem/standards)，了解其他体积和浓度的标准品。

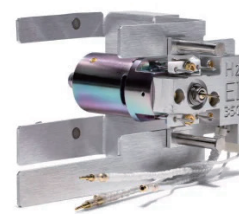
### 我的列表：气相色谱柱

描述	货号
Agilent J&W DB-EUPAH, 20 m × 0.18 mm, 0.14 µm (数量: 2, 使用氢气载气时推荐使用)	121-9627
Agilent DB-UI8270D, 30 m × 0.25 mm, 0.25 µm	122-9732
Agilent DB-UI8270D, 20 m × 0.18 mm, 0.36 µm	121-9723
Agilent J&W Select PAH, 30 m × 0.25 mm, 0.15 µm	CP7462
Agilent J&W Select PAH, 15 m × 0.15 mm, 0.10 µm	CP7461
Agilent J&W DB-5ms UI 20 m × 0.18 mm, 0.18 µm	121-5522UI



### 我的列表：用于过渡至 H<sub>2</sub> 载气的 Hydro 惰性离子源

描述	货号
Hydro 惰性离子源全套组件，用于 5977	G7078-67930
Hydro 惰性离子源全套组件，用于 7000 TQ	G7006-67930
Hydro 惰性离子源 GC/MSD 升级套件。包含从 5977A/B/C Inert Plus 离子源升级所需的部件	5505-0083
Hydro 惰性离子源 GC/TQ 升级套件。包含从 7000C/D/E Inert Plus 离子源升级所需的部件	5505-0084
GC 安装工具包，不锈钢。包含 1/8 英寸不锈钢管线、接头、带不锈钢接头的大容量通用捕集阱以及工具包	19199S



### 我的列表：气相色谱备件

描述	货号
进样口衬管，通用，超高惰性，中部砂芯，870 μL，4 mm，1/包 (推荐)	5190-5105
进样口隔垫，高级绿色，不粘连，11 mm，50/包	5183-4759
气相色谱仪进样口分流平板，带垫圈，超高惰性，1/包	5190-6144
吹扫 Ultimate 接头组件	G3186-80580
CFT 可塑金密封垫圈，镀金，内径 0.4 mm，适用于 0.1–0.25 mm 内径熔融石英管	G2855-28501
蓝色系列自动进样器进样针，10 μL，固定式针头	G4513-80220
密封垫圈，内径 0.4 mm，15% 石墨/85% Vespel，适用于 0.1 至 0.25 mm 色谱柱，10/包	5181-3323
手拧式柱螺帽，带锁定环，用于进样口	G3440-81011
手拧式柱螺帽，带锁定环，用于 MSD	G3440-81013



### 我的列表：MS 备件

描述	货号
EI 灯丝 (用于 7000A/B/C/D、5977B Inert 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
拉出极板，9 mm，惰性离子源	G3440-20022
拉出极板，9 mm，Extractor 离子源*	G3870-20449



\*G3870-20449 包括 3 mm 拉出极板。对于 PAH 应用，请替换为 9 mm 拉出极板 (货号 G3440-20022)

### 我的列表：Gas Clean 气体净化过滤器

描述	货号
用于 8890 和 8860 的 Gas Clean 气体净化载气工具包	CP179880
Gas Clean 载气净化器替换滤芯	CP17973
Intuvo Gas Clean 气体净化过滤器套装	CP17995



### 我的列表：样品容器备件

描述	货号
A-Line 螺口样品瓶，2 mL，棕色，带书写签，100/包。样品瓶规格：12 × 32 mm (12 mm 瓶盖)	5190-9590
瓶盖，螺口，蓝色，PTFE/红色硅橡胶隔垫，100/包。瓶盖尺寸：12 mm	5182-0717



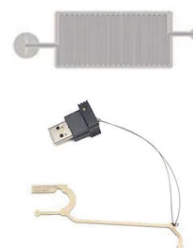
### 我的列表：Intuvo 气相色谱柱

描述	货号
Agilent J&W DB-EUPAH Intuvo, 20 m × 0.18 mm, 0.14 μm	121-9627-INT
Agilent DB-UI8270D Intuvo, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm	122-9732-INT
Agilent DB-UI8270D Intuvo, 20 m × 0.18 mm, 0.36 μm	121-9723-INT
Agilent J&W Select PAH Intuvo, 30 m × 0.25 mm, 0.15 μm	CP7462-INT
Agilent J&W Select PAH Intuvo, 15 m × 0.15 mm, 0.10 μm	CP7461-INT
Agilent J&W DB-5ms UI Intuvo, 20 m × 0.18 mm, 0.18 μm	121-5522UI-INT



### 我的列表：Intuvo 气相色谱备件

描述	货号
芯片式保护柱, Intuvo 分流/不分流进样口	G4587-60565
Intuvo 进样口芯片式流路	G4581-60031
芯片式流路, Intuvo, D2-MS	G4581-60033
芯片式流路, Intuvo, 预装配 HES MS 尾部	G4590-60109
进样口/MSD (Intuvo) 聚酰亚胺垫圈	5190-9072



### 我的列表：自动化样品前处理备件

描述	货号
Agilent SPME Arrow PDMS 100 μm, 1.1 mm	5191-5862
Agilent SPME Arrow PDMS 100 μm, 1.5 mm	5191-5866
SPME 纤维头, PDMS, 7 μm	5191-5870
SPME 纤维头, PDMS, 30 μm	5191-5871
SPME 纤维头, PDMS, 100 μm	5191-5872
用于 SPME 纤维头和 SPME Arrow 的手动进样工具包	5191-5877
Merlin 微量密封垫 SPME 更换微量密封垫	392609902
PAL3 校准定位环 (用于手动进样)	G7371-67001



### 我的列表：CTC/CombiPAL 和 SPME 顶空备件

描述	货号
进样口衬管, 超高惰性, 不分流, 直型, 内径 2 mm, 用于 SPME Arrow	5190-6168
进样口衬管, 超高惰性, 直型, 内径 0.75 mm, 用于 SPME 纤维头	5190-4048
样品定量环, 顶空, 1.00 mL, 惰性	G4556-80106
去活样品针头, 用于 Agilent 7697A 顶空进样器	G4556-63825
顶空进样针, CTC/CombiPAL, 1.0 mL	G6500-80107
顶空进样针, CTC/CombiPAL, 2.5 mL	G6500-80109
顶空进样针, CTC/CombiPAL, 5.0 mL	G6500-80111
熔融石英管, 去活, 5 m, 0.32 mm, 外径 0.43 mm	160-2325-5
密封垫圈, 聚酰亚胺, 石墨, 1/32 英寸, 5/包	0100-2595
异径管接头, 1/16–1/32 英寸	0100-2594
顶空钳口样品瓶; 透明, 10 mL, 23 × 46 mm, 20 mm 瓶盖, 100/包	5182-0838
顶空钳口样品瓶; 透明, 20 mL, 23 × 75 mm, 20 mm 瓶盖, 100/包	5182-0837
顶空钳口样品瓶; 棕色, 10 mL, 23 × 46 mm, 20 mm 瓶盖, 100/包	5190-2287
顶空钳口样品瓶; 棕色, 20 mL, 23 × 75 mm, 20 mm 瓶盖, 100/包	5067-0226
顶空钳口盖, 铝质, PTFE/硅橡胶隔垫, 20 mm, 100/包	5183-4477





## 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，能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](http://www.agilent.com/crosslab)

获取更多安捷伦消耗品工作流程订购指南：

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

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](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

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

DE.402962963

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，2023  
2023 年 6 月 8 日，中国出版  
5994-2060ZHCN