

食品中的多环芳烃分析

使用三重四极杆 GC/MS/MS 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) 容易在鱼、肉、油和牛奶等脂质食品中发生生物累积, 即使在低浓度下也具有极强的毒性^[1]。美国食品药品监督管理局 (FDA) 要求对海鲜中低 ppb 级的 PAH 进行分析^[2]。欧盟针对食品基质中的一系列 PAH 出台了相关规定, 并针对加工谷类食品和婴幼儿食品特别制定了 PAH 标准^[3]。

分离食品基质中的分析物

脂肪食品基质中 PAHs 分析面临的一大挑战是需要从食品基质所含的大量脂质中提取分析物。Agilent Captiva EMR-Lipid 增强型脂质去除通过式净化技术在去除样品基质方面非常简单、高效。它与脂类的无支链烃链发生选择性相互作用, 是脂肪食品基质多类别、多组分分析的理想选择^[4-6]。

GC/MS 对复杂基质中的痕量 PAH 具有高选择性和灵敏度。尽管氢气通常被视为 GC/MS 分析的理想载气, 但频繁的氢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 H₂ 载气的性能。使用一种基于 Agilent 8890 GC 和 5977 GC/MSD 并以 H₂ 作为载气的方法测定婴儿奶粉中的低浓度 PAH, 符合欧盟关于食品中 PAH 分析的规定^[4]。

使用氢气代替氮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^[7-9]。







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, 即便使用氮气作为载气, PAH 对 MS EI 离子源而言也是一种独特的挑战 ^[10] 。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 ^[11,12] , 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 ^[9] 。
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。由于这些异构体的分子量相同，质谱仪无法轻松对其进行区分。EUPAH4 和范围更宽的 EUPAH(15+1) 均包括关键物质对，它们会共流出且难以通过气质联用系统进行分离。根据分析目标为 PAHs 选择合适的色谱柱。表 2 列出了推荐的色谱柱对食品中受监管的关键 PAHs 和常见杂质的分离情况。

表 2. 受监管的关键 PAHs: SCF (PAH15+1)、JECFA (PAH13) 和 CONTAM (PAH8)

分析物列表	DB-EUPAH ^[13-15]	Select PAH ^[16-17]	DB-5ms UI ^[16]
苯并[a]蒽	x	x	x
环戊烯[c,d]芘	x	x	x
三亚苯 (杂质)	共流出	x	共流出
蒽		x	
苯并[b]荧蒽	x	x	共流出
苯并[j]荧蒽	x	x	
苯并[k]荧蒽	x	x	x
苯并[a]芘	x	x	x
茚并[1,2,3-c,d]芘	x	x	x
二苯并[a,h]蒽	x	x	x
苯并[g,h,i]芘	x	x	x
二苯并[a,e]芘	x	x	x
蔻 (杂质)	x	x	x
二苯并[a,h]芘	x	x	x
二苯并[a,i]芘	x	x	x
二苯并[a,j]芘	x	x	x
5-甲基蒽	x	x	x
苯并(c)芴	x	x	x
总分析时间	< 28 min ^[16]	< 45 min ^[17]	< 22 min ^[16]
最高操作温度	320–340 °C	325–350 °C	325–350 °C
业务成果	超高的 PAH 特异性  经济 	超高的 PAH 特异性  高效 	通用性  高效 
选择标准	– 对三亚苯:蒽的分离没有严格要求时的理想选择	– 准确定量所有 16 种 EPA PAHs – 独特的选择性，可分离所有异构体 – 一款能够从三亚苯中分离蒽 (如果存在) 的色谱柱	– 经济型选择 – 非常适用于大多数仅需报告少数 PAH 异构体的 EPA 方法

*x = 完全基线分离

分子量歧视

另一个挑战是分子量歧视，可能发生于以下情况：

- a. 进样口温度设置过低 (< 300 °C)，进样口样品气化不完全
- b. 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
- c. 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^[10,18]：

- 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。衬管内的砂芯和玻璃毛可传热给 PAHs，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

- 使用内径为 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，尤其在分析高基质样品时。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

参考文献

1. Honda, M., Suzuki, N., Toxicities of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons for Aquatic Animals, *Int. J. Environ. Res. Public Health* **2020**, 17(4), 1363
2. U.S. Food and Drug Administration, 2010, accessed July 2020, [Protocol for Interpretation and Use of Sensory Testing and Analytical Chemistry Results for Re-opening Oil-Impacted Areas closed to Seafood Harvesting due to the Deepwater Horizon Oil Spill](#)
3. The European Commission, Commission Regulation (EU) No 835/2011 of 19 August 2011 Amending Regulation (EC) No 1881/2006 as Regards Maximum Levels for Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Foodstuffs, *Official Journal of the European Union*, L 215/4, rev 08.2011
4. 婴儿配方奶粉中多环芳烃的萃取与分析：使用 Agilent Captiva EMR-Lipid 小柱和以氢气为载气的 GC/MS, [5994-5560ZHCHN](#)
5. 测定三文鱼和牛肉中的 19 种多环芳烃化合物：使用 Captiva EMR-Lipid 净化并通过 GC/MS/MS 进行分析, [5994-0553ZHCHN](#)
6. Determination of 14 Polycyclic Aromatic Hydrocarbon Compounds in Edible Oil (测定食用油中的 14 种多环芳烃化合物), [5994-1483EN](#)
7. 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](#)
8. 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](#)
9. 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](#)
10. 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](#)
11. 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
12. Quimby, B. D. *et al.* In-Situ Conditioning in Mass Spectrometer Systems. *US* 8,378,293, **2013**
13. 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](#)
14. GC/MS Analysis of European Union (EU) Priority Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs) Using an Agilent J&W DB-EUPAH GC Column with a Column Performance Comparison (使用 Agilent J&W DB-EUPAH 气相色谱柱对欧盟 (EU) 规定的优先多环芳烃 (PAHs) 进行 GC/MS 分析并比较色谱柱性能), [5990-4883EN](#)
15. 使用 Agilent 8890 气相色谱仪分析欧盟多环芳烃 (EUPAH), [5994-0485ZHCHN](#)
16. 使用高效气相色谱柱分析 PAH：色谱柱选择与最佳实践, [5990-5872CHCHN](#)
17. 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](#)
18. 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](#)

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：样品前处理产品

描述	货号
三文鱼、牛肉、婴儿配方奶粉	
QuEChERS 萃取盐包，原始方法（10 g 样品），无离心管，50/包	5982-6550
Captiva EMR-Lipid，3 mL 小柱，吸附剂质量 300 mg，100/包	5190-1003
橄榄油、葡萄籽油、鳄梨油、杏仁油	
Captiva EMR-Lipid，6 mL 小柱，吸附剂质量 600 mg，100/包	5190-1004
Bond Elut Jr PSA，500 mg	12162042B
样品前处理设备	
陶瓷均质子，15 mL 管，100/包	5982-9312
离心管和管盖，聚丙烯，15 mL，25/包	5610-2039
离心管和管盖，聚丙烯，50 mL，25/包	5610-2049
正压 48 孔处理装置 (PPM-48)*	5191-4101
收集架，可容纳 16 × 100 mm 管，用于 PPM-48*	5191-4108
收集架，可容纳 12 × 32 mm 自动进样器样品瓶，用于 PPM-48*	5191-4109
用于 PPM-48 的 3 mL SPE 柱架*	5191-4103
用于 PPM-48 的 6 mL SPE 柱架*	5191-4104

*一次性购买

我的列表：标准品**

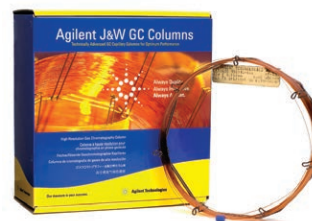
描述	货号
安捷伦 PAH 分析仪校准样品试剂盒	G3440-85009
氘代 PAH 内标混合溶液，内标	5191-4509

**请访问 www.agilent.com/chem/standards，了解定制标准品



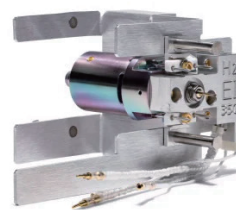
我的列表：气相色谱柱

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 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
惰性熔融石英管, 5 m, 0.15 mm	160-7625-5



我的列表：用于过渡至 H₂ 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
用于气相色谱的安装工具包, 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
安捷伦进样口衬管, 超高惰性, 分流, 低压降, 带玻璃毛 (建议用于氢气)	5190-2295
安捷伦进样口衬管, 超高惰性, 不分流, 单锥型, 带玻璃毛	5190-2293
高级绿色隔垫, 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
ALS 进样针, 蓝色系列, 10 μL, 固定式针头, 23-26/42/锥形针尖, PTFE 头推杆	G4513-80203
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	G3440-20022
拉出极板, 9 mm, Extractor 离子源* (用于氢气载气)	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

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



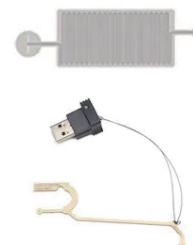
我的列表： Intuvo 气相色谱柱

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



安捷伦还拥有 EPA PAH 标准品 - 500 μg/mL 和 EU PAH (15+1) 标准品 - 250 μg/mL, 以及即使在痕量水平下也能可靠且可重现地分析食品基质中 PAHs 所需的所有气相色谱备件。

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

获取更多安捷伦消耗品工作流程订购指南：

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

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

DE.4042824074

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
5994-2016ZHCN