

使用氦气或氢气载气分析水中的半挥发性有机化合物 (SVOC)



半挥发性化合物包括广泛的碱性、中性和酸性物质、酚类以及多环芳烃 (PAHs)，它们的沸点较高，通常高于水，相应地蒸气压更低。这些化合物的来源包括农药和除草剂、清洁剂中的成分以及工业溶剂等。这些污染物具有生物累积性并且对健康有害，因此是重要的监测对象，在水源中尤其如此。

SVOC 分析难点

活性分析物

环境 SVOCs 分析侧重于污染物的提取、鉴定和定量。SVOC 分析的难点之一在于这些分析物具有较高的活性。许多反应性 SVOCs 与气相色谱流路的高温活性表面相互作用并发生降解，表现出较差的峰响应和不对称峰形，同时导致色谱柱使用寿命缩短和频繁的系统维护。如果实验室不使用专门为此类分析设计的产品，就会面临因维护而大量停机以及对这些测试进行重新校准的风险。

Agilent J&W DB-UI 8270D 气相色谱柱是一种惰性柱，其化学键合相经过优化，可为活性 SVOC 的痕量分析提供出色的峰形。安捷伦超高惰性备件可大幅减少分析物降解，并根据 EPA (525、625 和 8270) 指南进行所需的准确、灵敏且可靠的痕量多残留分析。虽然一些实验室过去一直在使用 Agilent J&W DB-5ms UI 和 HP-5ms UI 色谱柱，但它们在生产过程中并未像 DB-UI 8270D 气相色谱柱一样使用 SVOC 分析物进行质量保证测试。

载气供应问题

近来，氦气 (He) 供应方面的压力迫使各个组织开始积极研究使用氢气 (H₂) 载气，但氢气载气会导致大多数 GC/MS 和 GC/MS/MS 分析灵敏度降低以及现有质谱产物发生氢化及脱氯反应。而质谱仪设计方面的新进展可以减少离子源内的氢化和脱氯反应。使用 H₂ 载气时，Agilent Hydro 惰性离子源仍能在宽校准范围 (某些化合物为 0.02–100 µg/mL) 内进行分析，并符合美国环境保护局 (EPA) 方法 8270 校准标准。



分子量歧视

半挥发性分析物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 SVOCs 具有较低响应

解决分子量歧视的推荐参数

- 进样量：1–2 µL
- 进样口温度：300–320 °C
- 吹扫激活时间：45–90 秒不分流
- 4 mm 不分流进样口衬管 — 砂芯或玻璃毛
- 采用 20–50 psi 的脉冲不分流模式，持续 0.9 分钟，将高沸点 SVOCs 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。采用 75 °C 的初始柱温箱温度，通常可为多种样品溶剂提供高质量峰形
- 通过在较高的色谱柱流速下运行，大幅缩短进样口（和系统）驻留时间
 - 0.18 mm：1.5 mL/min He
 - 0.25 mm：2.0 mL/min He
 注：虽然 0.18 mm 和 0.25 mm 内径气相色谱柱可运行更高的流速，但会导致 MS 的灵敏度降低。HES 离子源不建议采用超过 1.5 mL/min 的流速

优化 GC/MS 进行 SVOC 分析的最佳实践

- 使用保留间隙柱和/或进样口反吹消除样品交叉污染、减少维护并缩短分析周期
- 使用超高惰性烧结砂芯衬管能有效阻挡复杂基质，同时大幅降低由于玻璃毛断裂而形成新的活性位点，或由于进样口压力变化而导致玻璃毛移动的风险（应用简报：[5994-0953](#)）
- 在恒流模式下进行分析
- 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
- 将 MS 传输线和离子源的温度保持在 300 °C 以上。温度过低会导致 PAH 拖尾
- 虽然 0.25 mm 内径更为常用，但 0.18 mm 内径可在不损失分离度的情况下加快分析速度（应用简报：[5991-0250CHCN](#)）
- 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 SVOC 分析中随时间变化的校准线性和响应精密度（JetClean 电子书：[5991-9517ZHCHN](#)）
- 在稀释或制备校准混标之前，先将标准品放置至室温，因为在冷藏期间，分子量较高的 SVOCs 可能会从溶液中沉淀出来
- 使用 9 mm 提取透镜大幅减小可沉积 SVOCs 的表面，这对于酚类、PAHs 和其他活性化合物非常有用，可提供出色的信噪比和线性范围，并减少拖尾（应用简报：[5994-0350](#)）。6 mm 提取透镜更适用于活性较低的分析物，可用于平衡 MDL 与线性范围/拖尾

从氦气换用氢气的最佳实践

- 将 Hydro 惰性离子源用于 Inert Plus 质谱仪
- 推荐使用不锈钢管线。如果只有铜质管线可用，应使用新的铜质管线
- 请务必使用气体过滤器，在使用氢气生成器时更应如此
- 处理敏感化合物时，应降低进样口温度，或使用多模式进样口进行冷不分流进样
- 氢气粘度低于氦气，导致进样口压力较低。建议采取以下措施：
 - 将色谱柱尺寸换为 0.18 mm 内径，
或
 - 提高载气流速
- 如果换用 0.18 mm 内径色谱柱，需要将进样模式更改为分流进样，避免色谱柱过载
- 最佳载气流速取决于泵，因为对氢气的泵送能力低于氦气
 - 最佳范围：0.5–1.0 mL/min
 - 涡轮分子泵的建议最大流速：2.0 mL/min
- 采用恒流法
- 对于运行氢气的 GC/MS/MS 系统，不使用淬灭气体（氦气）。请拆除电子压力控制模块 (EPC) 背面的氦气管道，并在所有 GC/MS/MS 方法中将淬灭气体设置为 0.00 mL/min

参数	值
进样量	1 μ L
多模式进样口	分流比 20:1 250 °C (保持 0.3 min) ，以 200 °C/min 升至 350 °C (保持整个运行时间) 后运行：350 °C，100 mL/min 分流流量
柱温程序	40 °C (保持 0 min) ， 以 30 °C/min 升至 320 °C (保持 2–2.7 min*) 后运行：320 °C 保持 2 min
载气和流速	H ₂ ，1.2 mL/min**，恒流模式
传输线温度	320 °C
离子源温度	300 °C
四极杆温度	150 °C
碰撞气体和流速	氮气，1.5 mL/min
淬灭气体	使用 H ₂ 载气时不使用淬灭气体
EMV 模式	增益因子
增益因子	1 (针对各个系统进行了优化)
扫描类型	dMRM

表 1. 配备 Agilent Hydro 惰性离子源的 8890 GC/7000E Inert Plus 三重四极杆 GC/MS 系统的仪器条件

参数	值
进样量	1 μ L
进样口	230 °C 分流比 10:1
柱温程序	40 °C (保持 0 min) 以 30 °C/min 升温至 320 °C (保持 2 min)
载气和流速	H ₂ ，1.2 mL/min，恒流模式
传输线温度	320 °C
离子源温度	300 °C
四极杆温度	150 °C
扫描	35–500 m/z
调谐	etune.u
增益因子	0.5
阈值	0
A/D 样品	4

表 2. Agilent 8890 GC/5977 Inert Plus GC/MSD 的仪器条件

轻松挑选和订购信息

本指南按照法规方法提供关于安捷伦产品的建议，因此您可以快速找到所需的产品。如需将物品添加到安捷伦在线商城的**收藏产品***列表中，只需单击以下各标题的**我的列表**链接即可。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。

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。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。

标准品*

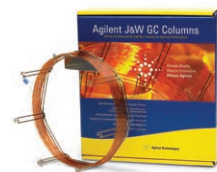
描述	部件号	EPA 方法
SVOC-EPA 8270D/E 标准品	多个 (查看 我的列表)	EPA 地下水标准品
SVOC-EPA 525 标准品	多个 (查看 我的列表)	EPA 饮用水标准品
SVOC-EPA 625 标准品	多个 (查看 我的列表)	EPA 废水标准品

*并非在所有国家/地区销售。请联系当地的客户服务中心了解供货情况。如需了解全套安捷伦 SVOC 标准品组合的更多信息，请访问 www.agilent.com/chem/standards



我的列表：气相色谱柱

描述	部件号	EPA 方法
DB-UI 8270D, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm (推荐)	122-9732	8270D/E、525.2、525.3 和 625.2
DB-UI 8270D, 20 m × 0.18 mm × 0.18 μm	121-9723	8270 D/E、525.2、525.3、625.2 和 8270E H ₂ GC/TQ
DB-5ms UI, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm	122-5532UI	525.2、525.3、625.2
DB-5ms UI 20 m × 0.18 mm × 0.36 μm	121-5523UI	8270 D/E H ₂ GC/MS



我的列表：气相色谱备件

描述	部件号
BTO 进样口隔垫, 11 mm, 50/包	5183-4757
BTO 进样口隔垫, 11 mm, 100/包	5183-4757-100
超高惰性衬管, 4 mm, 底部玻璃砂芯, 单锥, 1/包	5190-5112
超高惰性衬管, 4 mm, 底部玻璃砂芯, 5/包	5190-5112-005
超高惰性衬管, 低压降, 带玻璃毛 (推荐用于 H ₂ 载气)	5190-2295
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, 用于进样口	G3440-81011
手拧式柱螺帽, 带锁定环, 用于 MSD	G3440-81013
可更换锁定环, 用于手拧式螺帽	G3440-81012
石墨 Vespel 密封垫圈	5181-3323
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



我的列表：用于 H₂ 载气的 Hydro 惰性离子源

描述	部件号
用于 5977 的 Hydro 惰性离子源全套组件	G7078-67930
用于 7000 TQ 的 Hydro 惰性离子源全套组件	G7006-67930
Hydro 惰性离子源 GC/MSD 升级套件	5505-0083
Hydro 惰性离子源 GC/TQ 升级套件	5505-0084
不锈钢安装工具包	19199S



我的列表：MS 备件

描述	部件号
灯丝	G7005-60061
拉出极板, 9 mm, 惰性离子源 (推荐)	G3440-20022
提取透镜, 9 mm, Extractor 离子源 (推荐)	G3870-20449
拉出极板, 6 mm, 惰性离子源	G2589-20045
提取透镜, 6 mm, Extractor 离子源	G3870-20448
9 mm Hydro 惰性离子源提取透镜 (推荐用于 H ₂ 载气)	G7078-20909
提取透镜绝缘体 (推荐用于 H ₂ 载气)	G3870-20445



我的列表：样品瓶和瓶盖

描述	部件号
Agilent A-Line 认证棕色样品瓶 (螺口), 2 mL, 100/包	5190-9590
2 mL, 螺口, 棕色, 带书写签, 已去活, 经认证, 100/包	5183-2072
螺口盖, 蓝色, 经认证, PTFE/硅橡胶/PTFE 隔垫, 100/包	5182-0723
250 µL 玻璃/聚合物支脚	5181-8872



我的列表：气体过滤器

描述	部件号
用于 7890 的 Gas Clean 气体净化载气工具包	CP17988
安捷伦大容量通用型捕集阱 (推荐用于 H ₂ 载气)	RMSH-2-SS
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
用于载气的 Agilent Gas Clean 气体净化器套件	CP17976



SVOC 分析的样品前处理注意事项

样品基质决定了成功提取目标污染物或污染物组所需的技术。一般来说，已知体积的水溶液样品用溶剂萃取或用溶剂稀释。水基样品的萃取技术包括分液漏斗液液萃取 (LLE)、连续液液萃取 (CLE)、固相萃取 (SPE)、自动化 SPE (ASPE) 和固相微萃取 (SPME) 等。

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。PAL3 系列 RSI 和 RTC 系统提供的 Agilent SPME Arrow 具有比其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，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。

我的列表：自动化样品前处理备件

描述	部件号
Agilent SPME Arrow, PDMS, 100 μ m, 1.1 mm	5191-5862
Agilent SPME Arrow, PDMS, 100 μ m, 1.5 mm	5191-5866
SPME 纤维头, PDMS, 7 μ m	5191-5870
SPME 纤维头, PDMS, 30 μ m	5191-5871
SPME 纤维头, PDMS, 100 μ m	5191-5872
用于 SPME 纤维头和 SPME Arrow 的手动进样工具包	5191-5877
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	部件号
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, 聚酰胺, 石墨, 1/32 英寸, 5/包	0100-2595
异径管接头, 1/16–1/32 英寸	0100-2594
样品瓶, 钳口, 顶空, 透明, 经认证, 平底, 10 mL, 100/包	5182-0838
样品瓶, 顶空, 经认证, 钳口, 透明, 平底, 20 mL, 100/包	5182-0837
样品瓶, 钳口, 顶空, 棕色, 带刻度标记和书写签, 平底, 经认证, 10 mL, 100/包	5190-2287
样品瓶, 钳口, 顶空, 棕色, 平底, 经认证, 20 mL, 23 mm x 75 mm, 100/包	5067-0226
瓶盖, 钳口, 顶空, 铝质, PTFE/硅橡胶隔垫, 20 mm, 100/包	5183-4477
螺口盖, 顶空, 钢质磁性瓶盖, PTFE/硅橡胶隔垫 (顶部白色, 底部蓝色), 18 mm, 100/包	5188-2759

让安捷伦的敏锐洞察助您获得成功

CrossLab 代表了安捷伦集服务和消耗品于一体的独特解决方案，以支持客户获得工作流程的成功、提高生产力和运营效率。我们在每一次互动中为您提供深刻见解，助您实现业务目标。我们提供从方法优化和培训到实验室整体移机和操作分析的一系列产品和服务，帮助您管理仪器和实验室，确保实现理想性能。

如需了解有关 CrossLab 的更多信息，请访问 www.agilent.com/crosslab



了解更多信息：

www.agilent.com/chem/inertflowpath

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

DE78350831

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，2022
2022年9月1日，中国出版
5994-0932ZH-CN

