

使用 Agilent 8890 气相色谱仪分析欧盟多环芳烃 (EUPAH)

作者

Abbey Fausett
安捷伦科技公司

摘要

本应用简报介绍了使用 GC/MS 分析多环芳烃 (PAH) 的方法。关键 PAH 对可得到成功分离，并能实现某些 PAH 的重现校准。将 Agilent 8890A GC、Agilent 5977 GC/MSD 和 Agilent 7693A 自动液体进样器与 Agilent J&W DB-EUPAH 色谱柱结合使用。

前言

许多实验室通常会分析农业或环境样品中的 PAH 化合物。这类化合物被认为对人类健康存在危害。欧盟 (EU) 已确认了 16 种用于监管分析的优先 PAH，即 EUPAH 列表。这些化合物的气相色谱分析极具挑战性，因为化合物列表中包括多种化合物的结构异构体。除了与异构体相关的分离挑战外，这些 PAH 化合物还会有吸附到气相色谱流路表面的趋势。通常，这种效应随目标化合物分子量的增加而增加。除了活性问题外，低挥发性有机化合物可能存在进样口歧视，导致结果出现偏差并影响方法的重现性。

安捷伦已推出了几项改进技术来最大程度减小进样口歧视造成的影响，减小化合物吸附的表面区域，并将反应性维护转变为预防性维护。超高惰性进样口衬管设计用于将活性化合物更好地转移至色谱柱。色谱柱技术的提升衍生出分析物特定的色谱柱固定相，如本研究使用的 DB-EUPAH¹。为进一步丰富可用的消耗品选项，8890A 气相色谱仪提供了在线诊断系统以及设定值输入和控制。也可通过电容式触摸屏界面和网页用户界面 (UI) 本地访问或远程访问帮助和学习文件。

实验部分

工作流程中采用的是配备多模式进样口 (MMI)、5977A GC/MSD 和 7693A 自动液体进样器 (ALS) 的 8890A 气相色谱仪。使用 Agilent MassHunter GC/MS 软件处理本文所示的数据。用异辛烷 (Sigma-Aldrich，色谱溶剂级，> 99.5%) 稀释一瓶 EUPAH 校准标样，构建 0.1–10 ppm 范围内的 8 点校准曲线。对 5977 MSD Extractor 离子源进行改进，使其采用 9 mm 的提取透镜，将质量过滤器用于选

择性离子监测 (SIM) 模式中。表 1 列出了本研究中使用的消耗品。

实验检测的结论是，较高的离子源温度²和大孔径提取透镜³可大大提升 PAH 化合物的线性，能将灵敏度损害降到最低的同时显著提升分析性能。调整方法的离子源和四极杆温度时，让 MSD 拥有足够的时间达到热平衡，以及将温度重新调谐到新的设定值，可避免温度变化引起的延迟和不一致。表 2 和表 3 提供了扩展的方法设定值。

表 1. 用于 EUPAH 数据采集的消耗品

描述	安捷伦部件号
EUPAH 认证标样 (250 µg/mL)	5190-0487
自动进样器进样针 (10 µL)	G4513-80203
高级绿色进样口隔垫 (绿色)	5183-4761
带玻璃毛的超高惰性不分流进样口	5190-2293
Agilent J&W DB-EUPAH 色谱柱 (30 m × 250 µm, 0.25 µm)	122-9632
Extractor 离子源大直径透镜 (9 mm)	G3870-20449

表 2. 在 8890 气相色谱仪上分析 EUPAH 的方法条件

参数	值
进样针规格	10 µL
进样量	1 µL
进样口类型	MMI
进样口模式	脉冲不分流
进样口温度	330 °C
脉冲压力	40 psi
脉冲时间	0.5 分钟
吹扫流速	50 mL/min
吹扫时间	0.9 分钟
隔垫吹扫	3 mL/min
载气	氮气
色谱柱	DB-EUPAH 部件号 122-9632, 30 m × 0.25 mm, 0.25 µm
柱温箱平衡	1 分钟
柱温箱升温程序	80 °C 保持 2 min 以 40 °C/min 升至 225 °C，保持 6 min 以 2.5 °C/min 升至 330 °C，保持 4.5 min
气相色谱循环时间	58.25 分钟
MSD 传输线	320 °C

表 3. 在 5977 GC/MSD (Extractor) 上分析 EUPAH 的分析条件

参数	值
离子源	Extractor — 9 mm 透镜
高真空泵	涡轮泵
模式	SIM
调谐	etune
离子源温度	325 °C
四极杆温度	200 °C

为最大程度减少进样口歧视的出现，在进样口中使用带玻璃毛的超高惰性不分流衬管。同样在进样后施加短时间的压力脉冲。痕量分析经常采用脉冲压力技术来将进样组分更有效地转移至色谱柱。此技术还能在溶剂于气相色谱进样口衬管中气化后更好地控制溶剂的膨胀。

结果与讨论

图 1 显示了色谱图示例，图 2 是图 1 的部分放大图，显示关键物质对和分离度计算值。

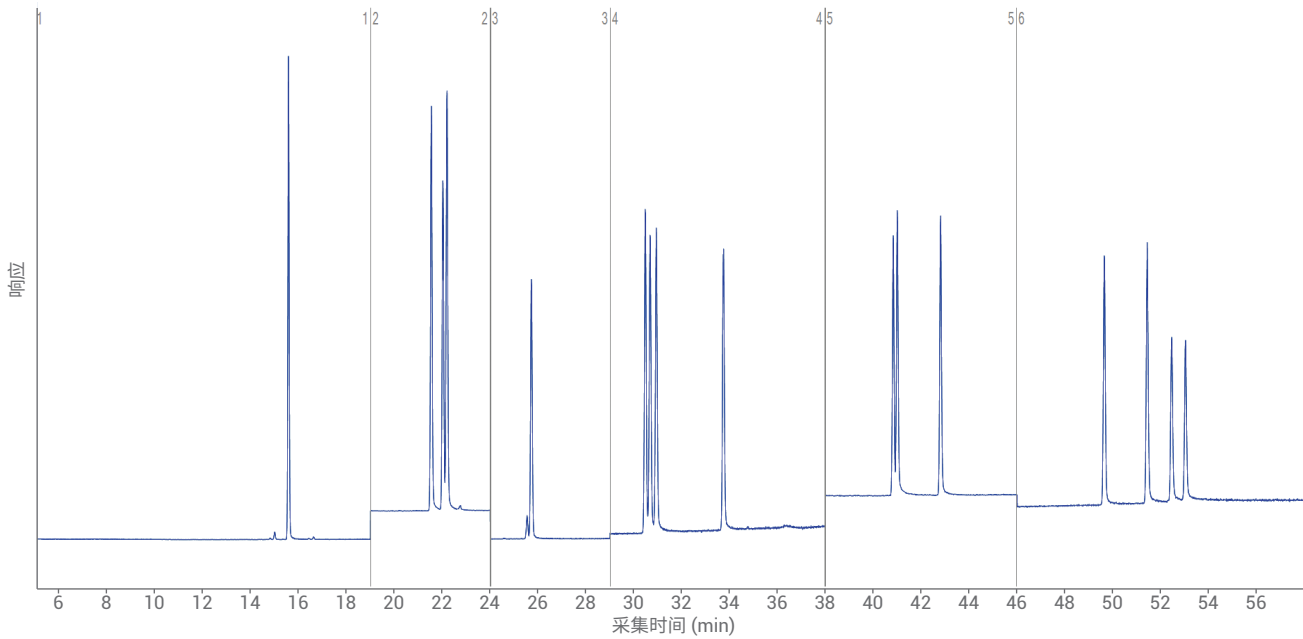


图 1. EUPAH 标样基于时间段的 SIM 色谱图 (1 ppm)

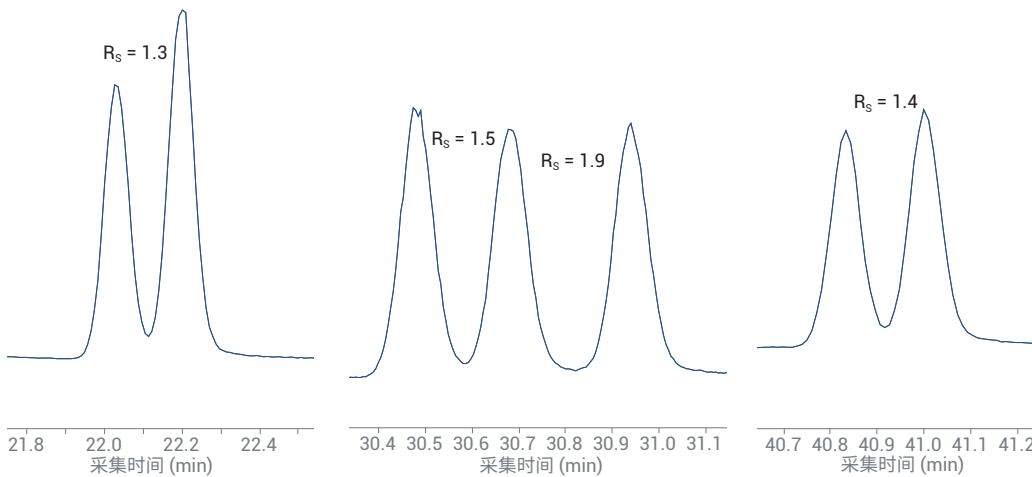


图 2. 进样 1 ppm 标样的关键物质对的分离度值。分离度值使用以下公式计算得出： $R_s = 1.18[\Delta RT/(\Sigma PW_{50})]$

分析了用于构建 8 点校准曲线的标样，通过插入空白来评估交叉污染。在此浓度范围内运行时，未发现交叉污染。为检查校准曲线的精度，进样后校准空白后立即分析两个校准校验标样。使用线性回归法通过逆向加权生成校准曲线，表 4 汇总了相关系数。将每个标样校准后得到的计算量与目标量进行比较，混合物中每种化合物在各校准浓度下的准确度在 ±5% 以内。

表 4. 采用逆向加权对校准曲线进行的线性回归

化合物	R ²
苯并[c]芘	0.9999
苯并[a]蒽	0.9998
环戊烯[c,d]芘	0.9999
蒽	0.9998
5-甲基蒽	0.9999
苯并[b]荧蒽	0.9997
苯并[k]荧蒽	0.9997
苯并[j]荧蒽	0.9999
苯并[a]芘	0.9997
茚并[1,2,3-cd]芘	0.9990
二苯并[a,h]蒽	0.9997
苯并[ghi]芘	0.9999
二苯并[a,i]芘	0.9994
二苯并[a,e]芘	0.9997
二苯并[a,i]芘	0.9992
二苯并[a,h]芘	0.9994

气相色谱循环时间可通过优化柱温箱的温度曲线而缩短。另一种方法是使用安捷伦方法转换软件等可用工具将这组参数转换至小内径色谱柱⁴。该软件工具内置于面向安捷伦数据系统用户的气相色谱驱动程序中，并且可用作附带用户文档的单机工具。有关如何使用该工具的介绍视频，可在安捷伦 YouTube 频道上观看⁵。缩短循环时间的最佳方法是在加快采集进程之前先进行一系列长时间运行，使目标化合物实现分离。进行长时间运行时，还应对基质进行评估，以确定样品的附加组分是否会对色谱分析造成影响。

结论

本应用简报介绍了分离所分析 EUPAH 标样中的关键 PAH 对以及精密校准 PAH 成分的方法。安捷伦推出了一系列与时俱进、不断发展的产品，能够帮助客户开发稳定的分析程序，并提供充分的灵活性，以应对不同复杂度的样品、不同程度的监管疏漏，适用于不同经验水平的用户。8890A 气相色谱仪是气相色谱仪产品系列中的最新成员。8890 气相色谱仪将现有的出色功能与增强实验室分析效率的众多新方法和丰富资源相结合，提供在线诊断系统、内置帮助和学习文件、维护计数器和大量可兼容的补充组件。

参考文献

1. Smith, D.; Lynam, K. 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) 优先多环芳烃 (PAH) 进行 GC/MS 分析并比较色谱柱性能)，*安捷伦科技公司应用简报*，出版号 5990-4883EN，**2010**
2. Prest, H.; Thomson, C. The 5973N Inert MSD: Using Higher Ion Source Temperatures (5973N 惰性 MSD: 使用更高的离子源温度)，*安捷伦科技公司应用简报*，出版号 5989-0678EN，**2004**
3. PAH Analysis in Palm Oil (棕榈油中的 PAH 分析)，*安捷伦科技公司应用简报*，出版号 5991-7520EN，**2016**
4. Lynam, K. PAH Analyses with High Efficiency GC Columns: Column Selection and Best Practices (利用气相色谱柱对 PAH 进行高效分析：色谱柱选择和最佳实践)，*安捷伦科技公司应用简报*，出版号 5990-5872EN，**2010**
5. 安捷伦 YouTube 频道，方法转换软件培训系列，<https://www.youtube.com/watch?v=Q-359Q4qD-Q>

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

www.agilent.com

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。