

气相色谱质谱联用仪

作者

Lee Marotta

PerkinElmer, Inc.
Shelton, CT 06484 USA

带捕集阱顶空进样 GC/MS 测定饮用水中 低含量的苯, 甲苯, 乙苯 和二甲苯 (苯系物)

简介

苯系物是一组结构相似的挥发性有机化合物，包括苯，甲苯，乙基苯及二甲苯的三种同分异构体。该类化合物都是已知的污染物，通常可以在石油生产和储存的地方发现。苯系物是一类受管制的有毒化合物，苯同时也是美国EPA规定的致癌物之一。该类化合物的研究，尤其是饮用水中低含量的该类化合物研究对保护公众健康

至关重要。该应用文献重点关注超过目前美国EPA关于苯系物检测限的要求，同时满足和/或超过美国EPA 524.2方法里关于该类化合物的标准。

仪器

PerkinElmer TurboMatrix™顶空（HS）样品处理系统被用来蒸发和浓缩水样品中的苯系物。为了降低检测限，使用在线的捕集阱，使该类被分析物在进入分析色谱柱以前被富集。分析系统使用了配备标准容量分子涡轮泵的PerkinElmer Clarus® SQ 8S气相色谱质谱联用仪。

GC快速冷却以缩短在样品进样之间的时间（单位时间内分析更多的样品），使用温度程序和小体积衬管以减小“死”体积从而改善峰效率，增加分辨率，加快色谱峰，降低检测限。PerkinElmer Clarus® SQ 8S MS分析样品时使用全扫描的采集模式，检测限改善了20倍。

实验和结果

实验操作条件见表1-3。在本应用文献中使用了一根Elite 624色谱柱，该色谱柱也是很多实验室利用带捕集阱顶空分析挥发有机化合物的选择。窄孔、短、高效的色谱柱有助于提高峰效率和信噪比。按照经验，分析物平衡时间定为8min。

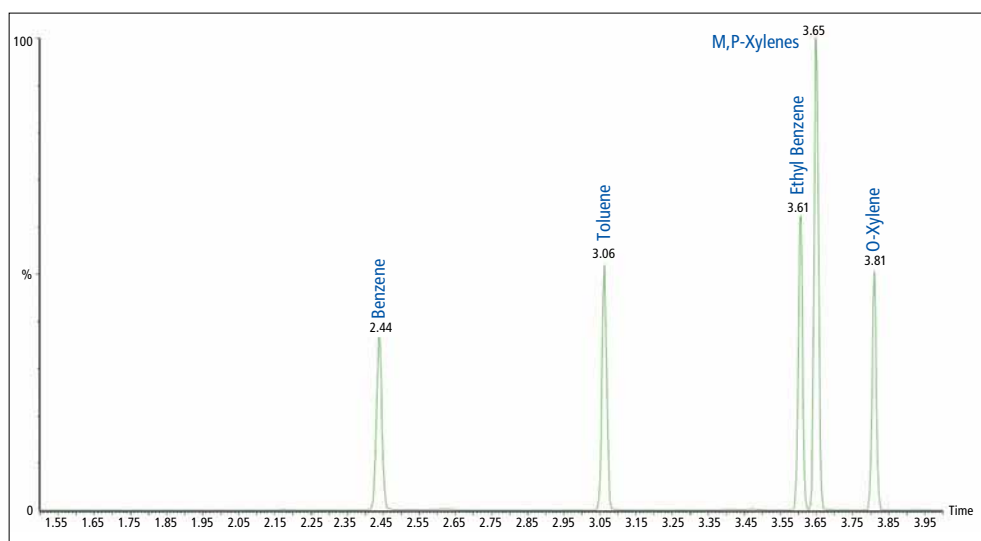


图1 4ppb标准品的全扫描谱图

图1是记录的4.0ppb标准样品全扫描谱图。分析结果见表4所示，包括12点校准曲线的结果，0.02ppb的标准品用于测定信噪比，1ppb的标准品用于测定方法精准度。

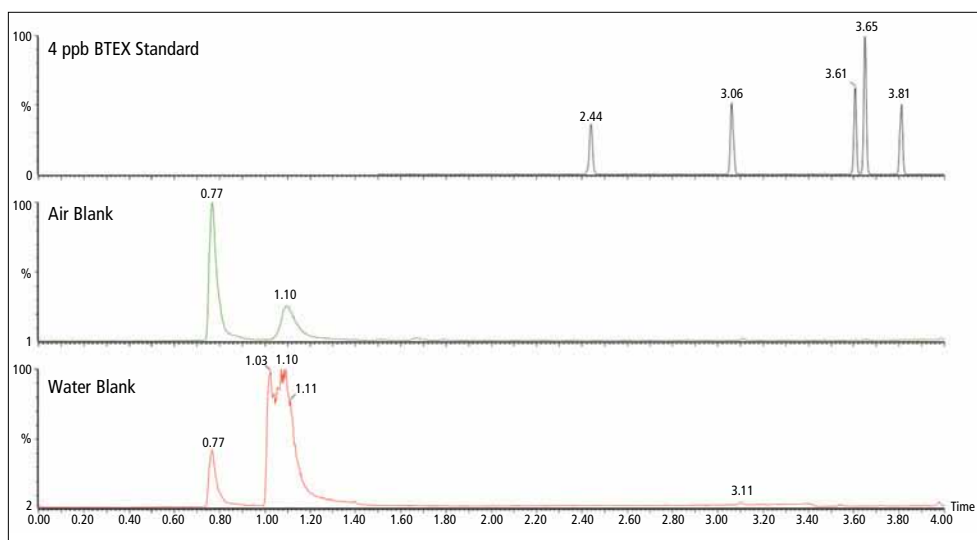


图2 最下面是水为空白的色谱图，中间是空气为空白的色谱图，最上是4ppb标准品分离色谱图

图2说明了带捕集阱顶空系统对水样品优异的分析能力。在这些实验里，采用2min的干吹程序彻底将水从目标分析物里除去。3min的干吹程序可将水降低到基线程度，然而本应用文献的目标是建立一个较快的分析方法，因此避免采用更长的干吹程序。

表1 带捕集阱顶空分析条件

仪器	TurboMatrix HS trap
样品温度	80°C
针温度	110°C
传输线温度	120°C
捕集阱低温/高温	35°C-260°C
平衡时间	8min
干吹	2.0 min
捕集阱保持	2.5 min
捕集阱材料	Carbopack B & X
出口分流	n/a
所有顶空压力	23.3psi

表2 GC分析条件

GC/MS	Clarus SQ 8S
分析色谱柱	PE Elite -624 (20 m, 0.18 mm内径, 1.0 µm膜厚)
炉温	40°C保持0.5min, 35°C/min升至185°C
进样口 (PPS)	程序升温分流/不分流180°C
进样口配制	HS模式打开
载气程序 (He)	1mL/min保持0.4min, 然后0.7mL/min
从气相分流	n/a

表3 质谱分析条件

离子化模式	电子轰击
数据采集	全扫描
扫描范围	35-350amu
灯丝延迟	1.5min
扫描速率	0.15s
扫描间延迟	0.04s
运行时间	4min
离子源温度	200°C
传输线温度	200°C

表4 分析结果

	s/n at 0.02 ppb	Linearity, r ² 0.02 to 60 ppb	Precision at 1 ppb (n=7)
Benzene	370 to 1	0.9996	2.85%
Toluene	550 to 1	0.9994	2.76%
Ethyl Benzene	578 to 1	0.9993	2.53%
m,p-Xylenes*	670 to 1	0.9997	1.07%
o-Xylene	240 to 1	0.9994	3.86%

*The amounts are double for meta and para xylenes since they co-elute.

结论

本应用文献采用带捕集阱顶空Clarus SQ 8S GC/MS联用仪分析水样品中的苯系物，获得了短周期和优异柱效的分析技术。采用一台如Clarus SQ 8S的质谱仪分析苯系物，不仅增加了灵敏度（降低检测限），而且提供了分子结构鉴定信息，从而减少假阳性。该分析系统对水样品尤其具有优越性，来源于基体的水可通过1min的干吹程序去除。样品制备加上机械化的优势，带捕集阱顶空系统与使用吹扫捕集系统相比，具有更长的正常运行时间。该解决方案给合同检测室购买此系统提供了令人信服的理由和益处，比如更长的维修间隔，方便使用，快速循环（在12小时内分析72个样本），仪器和方法耐用，具有最佳的分析性能。

PerkinElmer, Inc.

珀金埃尔默仪器（上海）有限公司

地址：上海张江高科园区李冰路67弄4号

邮编：201203

电话：800 820 5046 或 021-38769510

传真：021-50791316

www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表，请访问<http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

版权所有 ©2012, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自所有者或所有者的财产。