

使用Xevo TQ-S和APGC 大幅降低二恶英分析中的样品残留

Adam Ladak, 沃特世公司 (美国马萨诸塞州比佛利)

Kari Lynn Organtini和Frank L Dorman, 宾夕法尼亚州立大学 (美国宾夕法尼亚州)

目的

消除不同样品之间的样品残留, 确保对含有二恶英和呋喃的未知样品实现准确定量。

背景

当有机化合物在含有氯的环境下燃烧时, 会产生二恶英和呋喃, 例如PVC生产、纸张漂白过程, 以及火山爆发等自然原因。二恶英是剧毒物质, 并且具有亲脂性, 很容易在多种动物体内积累。它们还是潜在的诱变剂和致癌物质。

Xevo TQ-S和大气压气相色谱 (APGC) 组成了一个非常灵敏的检测系统, 可以准确测定出限制浓度的二恶英和呋喃。在分析未知浓度的样品时, 可能会检测到浓度非常高的化合物。因此, 目标化合物的存在会对下一次进样造成样品残留, 进而导致定量结果有误。

将一台配置分流/不分流进样器的APGC与Waters® Xevo TQ-S联用, 对样品残留进行研究。进样器上安装有一根单鹅颈不分流衬管。在进样前后进行五次壬烷清洗。将来自惠灵顿实验室 (安大略省圭尔夫) 的CS 5标准品按1:10比例稀释后注入, 然后注入几个壬烷空白样。

样品残留显著降低至0.007%, 与原方法得出的数值相比减小了20倍, 基本消除了假阳性结果的出现。

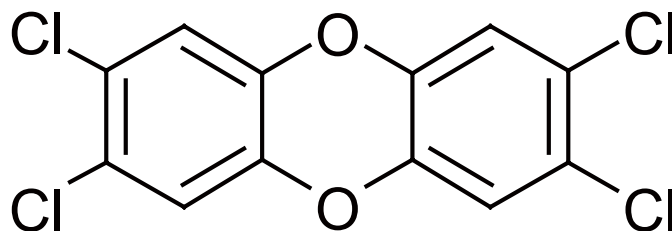


图1. 2,3,7,8-四氯二苯并二恶英 (TCDD)。

由峰高计算出初始样品残留为0.15% (图2)。这一水平的样品残留会导致在批量分析中紧随其后的样品分析定量结果不准确。为将样品残留降低至可接受水平, 进行了一系列实验。

解决方案

本研究中列出了几种可能减少样品残留的方案:

- 减少清洗过程的抽取/清除次数
- 在衬管内放置玻璃棉
- 更改自动进样器的注射器类型
- 更改清洗溶剂
- 使用不同衬管

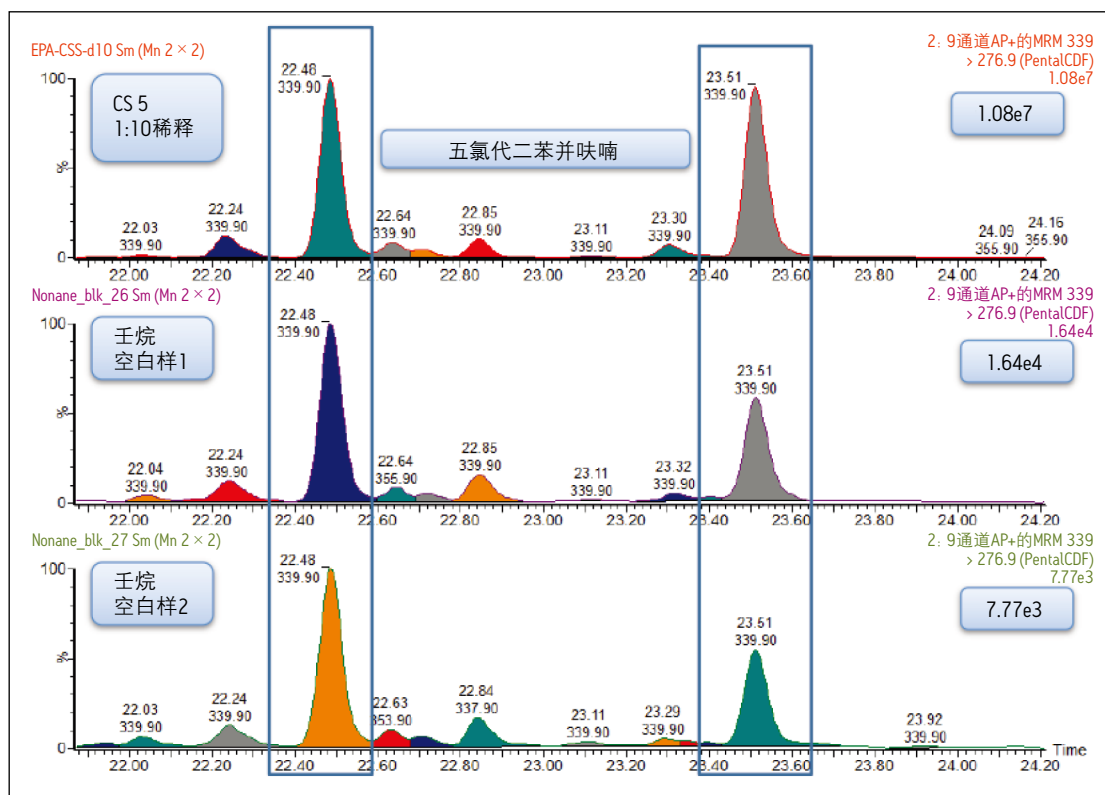


图2. 五氯代二苯并呋喃的提取离子色谱图，图中显示在优化进样循环参数之前约有0.15%的样品残留。

对各种方法分别进行测试，研究它们对1:10 CS 5标准品与随后进样的壬烷空白样之间的样品残留响应产生了怎样的影响。结果显示将清洗溶剂更换为甲苯和壬烷，同时使用Restek Uniliner衬管（表1）时，样品残留的降幅最大。通过这两个变化的结合，样品残留大幅降低至0.007%，与原始数值相比减小了20倍（图3），基本上消除了假阳性结果的出现。

参数	标准品CS 5; 1:10稀释 (峰高)	壬烷空白样 (峰高)
无样品抽取/清除循环	31,500,000	23,900
入口无玻璃棉	8,250,000	2170
供应商1提供的注射器	9,040,000	920
供应商1提供的气密注射器	8,190,000	1160
供应商2提供的气密注射器	7,800,000	1320
甲苯/壬烷清洗1	2,760,000	528
甲苯/壬烷清洗2	8,580,000	838
使用1.0 μ L Uniliner衬管	4,170,000	126
使用0.5 μ L Uniliner衬管	2,420,000	166

表1. 依次应用不同进样循环参数对五氯代二苯并呋喃样品残留的影响。

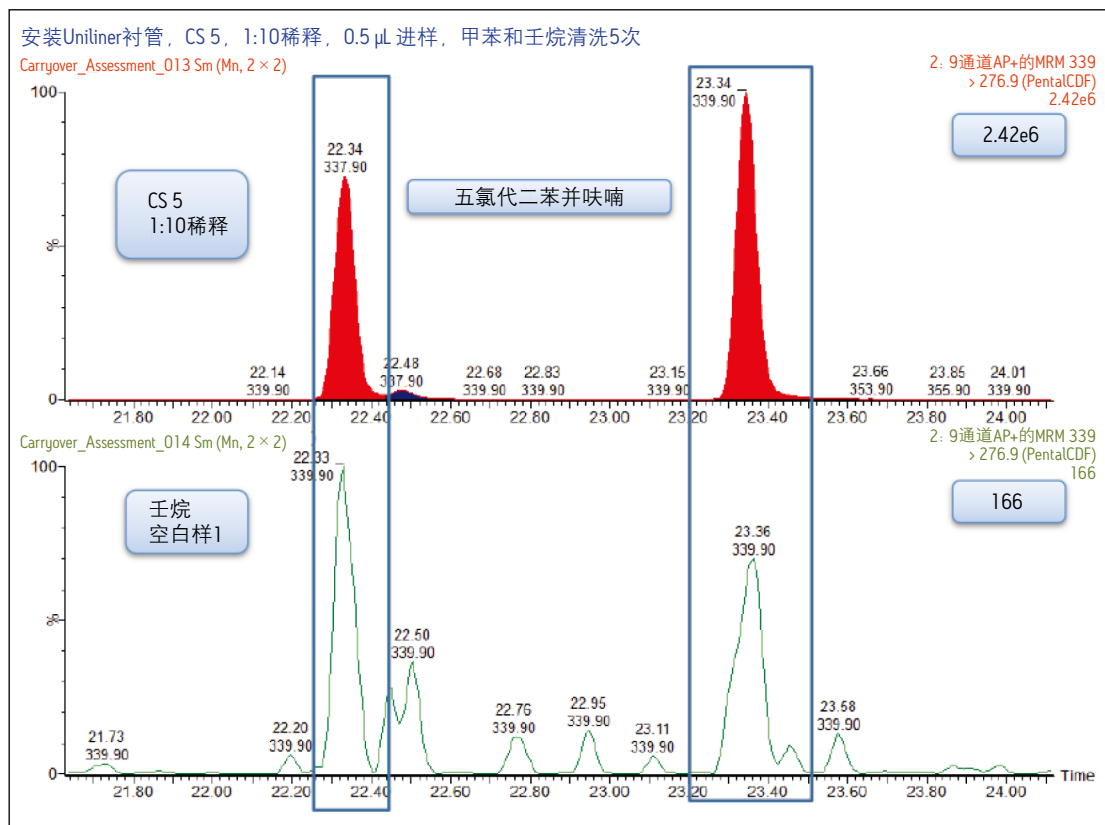


图3. 五氯代二苯并呋喃的提取离子色谱图显示在实施进样循环参数优化之后样品残留大幅降低至0.007%。

总结

为了确保在使用Xevo TQ-S和APGC分析二恶英和呋喃时实现准确定量, 应采用正确的溶剂清洗方式和入口衬管。进样前后应先用甲苯清洗五次, 再用样品稀释液清洗五次。此外, 入口还应安装Uniliner衬管。本实验成功应用了RESTEK生产的顶部附近开孔Sky 4.0 mm内径的Drilled Uniliner入口衬管(部件号23311.1)。Uniliner设计可以最大程度减少样品通路中的活性区域, 减少进样口歧视现象。分析柱通过压合密封直接与Uniliner衬管底部相连, 避免样品接触到色谱柱入口下方进样器的任何部位, 从而最大程度地降低了样品残留。

使用推荐配置进行分析, 可以在低检出限下得到准确可靠的二恶英和呋喃分析结果。

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

Waters, Xevo和The Science of What's Possible是沃特世公司的注册商标。其它所有商标均归各自所有者所有。

©2014年沃特世公司。印制于中国。2014年3月 720004964ZH TC-PDF

沃特世中国有限公司
沃特世科技(上海)有限公司

北京: 010-5209 3866
上海: 021-6156 2666
广州: 020-2829 6555
成都: 028-6578 4990
香港: 852-2964 1800

免费售后服务热线: 800 (400) 820 2676
www.waters.com