

Orem-2000 应用于 EPA 8270C 方法中标准溶液配制



前言

本文介绍了使用 orem-2000 全自动标准溶液配制仪在 EPA 8270C 水、土壤中半挥发性有机物分析方法中标准溶液的配制和追踪物的添加，通过 orem-2000 自动化配液平台，得到了与手工配制相当或者优于手工的线性。美国 EPA 方法不但在具体的方法操作技术运用上比较先进，而且在整个分析过程中都有非常严格的质量控制和质量保证，很多环节都有数值标准限定，值得学习。

一、实验条件：

- 1、7890A-5975C 气质联用仪，进样口：分流/不分流进样口；进样模式：0.5ul 不分流进样；进样口温度：300 度；压力：25.0psi；载气：He；柱箱温度：初始温度 40℃，25℃/min，到 320℃，色谱柱：agilent DB-5.625 色谱柱；流量：1.1ml/min；四级杆温度：180℃；离子源温度：300℃；传输线温度：250℃。
- 2、Orem-2000 全自动标准溶液配制仪，注射泵 L：50ul 注射器，注射泵 R：1ml 注射器，溶剂切换阀 2 个。
- 3、试剂：标准品购自美国 O2Si 混标(77 种)SS，浓度 1000ug/ml；氘代物内标（6 种）IS 2000ug/ml；系统监视化合物 SSA 10000ug/ml，校准化合物 SSB 5000ug/ml。二氯甲烷购自 Sigma-Aldrich。

二、质谱要求：

- 1、DFTBA 全氟三丁胺 调机通过
- 2、DFTPP 十氟三苯基膦 调机，进样 50ng，要求

质量	离子丰度标准
51	基峰的 30-60%
68	小于 69 峰的 2%
70	小于 69 峰的 2%
127	基峰的 40-80%
197	小于基峰的 1%
198	基峰，100%丰度
199	基峰的 5-9%
275	基峰的 10-30%
365	大于基峰的 1%
441	存在，但是小于 443
442	大于基峰的 40%
443	442 峰的 17-23%

调机液中还得有联苯胺、五氯酚、菲-d10，DDT，检查各峰不能拖尾，DDT 降解为 DDE、DDD 的程度不能超过 20%

三、标准溶液配制

(一)、标液配制方案

序号	组 1	组 2	组 3	组 4	组 5	组 6	组 7
SS (ug/ml)	1	5	10	20	50	80	100
IS(ug/ml)	10	10	10	10	10	10	10
SSA(ug/ml)	20	10	1	2	5	8	10
SSB(ug/ml)	10	50	10	20	50	90	100

SS 为标准品，IS 为内标液，SSA 为系统运行监视化合物 (system performance check compound)，SSB 校正监视化合物 (calibration check compound)

(二)、配制过程

1、手动配制过程

瓶 1, 1ug/ml

步骤 1、移液器定量向 2ml 样品瓶 1 内添加 990ul 二氯甲烷溶液

步骤 2、5ul 量程注射器 a 抽吸 1ul 标准品转移到瓶 1

步骤 3、10ul 量程注射器 a 抽吸 5ul IS 转移到瓶 1

步骤 4、5ul 量程注射器 b 抽吸 2ul SSA 到瓶 1

步骤 5、5ul 量程注射器 c 抽吸 2ul SSB 到瓶 1

瓶 2 , 5ug/ml

步骤 1、移液器定量向 2ml 样品瓶 2 内添加 970ul 二氯甲烷溶液

步骤 2、5ul 量程注射器 a 抽吸 5ul 标准品转移到瓶 2

步骤 3、10ul 量程注射器 a 抽吸 5ul IS 转移到瓶 2

步骤 4、10ul 量程注射器 b 抽吸 10ul SSA 到瓶 2

步骤 5、10ul 量程注射器 c 抽吸 10ul SSB 到瓶 2

瓶 3, 10ug/ml

步骤 1、移液器定量向 2ml 样品瓶 3 内添加 982ul 二氯甲烷溶液

步骤 2、50ul 量程注射器 a 抽吸 10ul 标准品转移到瓶 3

步骤 3、10ul 量程注射器 a 抽吸 5ul IS 转移到瓶 3

步骤 4、5ul 量程注射器 b 抽吸 1ul SSA 到瓶 3

步骤 5、5ul 量程注射器 c 抽吸 2ul SSB 到瓶 3

瓶 4, 20ug/ml

步骤 1、移液器定量向 2ml 样品瓶 4 内添加 969ul 二氯甲烷溶液

步骤 2、50ul 量程注射器 a 抽吸 20ul 标准品转移到瓶 4

步骤 3、10ul 量程注射器 a 抽吸 5ul IS 转移到瓶 4

步骤 4、5ul 量程注射器 b 抽吸 2ul SSA 到瓶 4

步骤 5、5ul 量程注射器 c 抽吸 4ul SSB 到瓶 4

瓶 5, 50ug/ml

步骤 1、移液器定量向 2ml 样品瓶 5 内添加 930ul 二氯甲烷溶液

步骤 2、100ul 量程注射器 a 抽吸 50ul 标准品转移到瓶 5

步骤 3、10ul 量程注射器 a 抽吸 5ul IS 转移到瓶 5

步骤 4、10ul 量程注射器 b 抽吸 10ul SSA 到瓶 5

步骤 5、10ul 量程注射器 c 抽吸 10ul SSB 到瓶 5

瓶 6, 80ug/ml

步骤 1、移液器定量向 2ml 样品瓶 6 内添加 891ul 二氯甲烷溶液

步骤 2、100ul 量程注射器 a 抽吸 80ul 标准品转移到瓶 6

步骤 3、10ul 量程注射器 a 抽吸 5ul IS 转移到瓶 6

步骤 4、10ul 量程注射器 b 抽吸 8ul SSA 到瓶 6

步骤 5、25ul 量程注射器 a 抽吸 16ul SSB 到瓶 6

瓶 7, 100ug/ml

步骤 1、移液器定量向 2ml 样品瓶 7 内添加 865ul 二氯甲烷溶液

步骤 2、100ul 量程注射器 a 抽吸 100ul 标准品转移到瓶 7

步骤 3、10ul 量程注射器 a 抽吸 5ul IS 转移到瓶 7

步骤 4、10ul 量程注射器 b 抽吸 10ul SSA 到瓶 7

步骤 5、25ul 量程注射器 a 抽吸 20ul SSB 到瓶 7

手工小结：

工具	数量	总计用时
移液枪	1	人工时间：2.5 个小时 有毒有害化学品接触时间：2.5 小时
5ul 注射器	3	
10ul 注射器	3	
25ul 注射器	1	
50ul 注射器	1	
100ul 注射器	1	

2、Orem-2000 配制过程

参数设置：

运行前 L 泵洗针：20 次，R 泵洗针：10 次；运行后 L 泵洗针：5 次，R 泵洗针：3 次

吸液速度：L 泵 16，R 泵 25；吐液速度：L 泵 12，R 泵 15

功能选择：多组份单标法

多组份单标法

	A15(ul)	A16(ul)	A17(ul)	A18(ul)	A19(ul)	A20(ul)	A21(ul)	A22(ul)	A23(ul)	A24(ul)	定容体积(ml)
A0	1	5	2	2							1.0
A1	5	5	10	10							1.0
A2	10	5	1	2							1.0
A3	20	5	2	4							1.0
A4	50	5	5	10							1.0
A5	80	5	8	16							1.0
A6	100	5	10	20							1.0
A7											
A8											

清除
开始运行
返回

A15 放置标准品，A16 放置内标液，A17 放置 SSA，A18 放置 SSB，A0-A6 依次放置空瓶（带盖），稀释液连接二氯化碳溶液，定容体积：1ml，各瓶中添加组份体积如上表格，点击“开始运行”

Orem-2000 配制过程小结：

工具	数量	总计用时
Orem-2000 全自动标准溶液配制仪	1	人工时间：5 分钟 有毒有害化学品接触时间：2 分钟 机器工作时间：20 分钟

四、实验结果

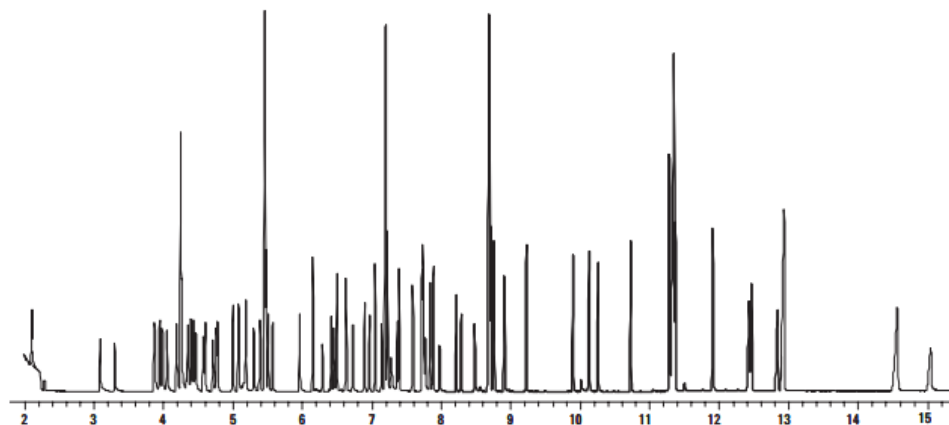
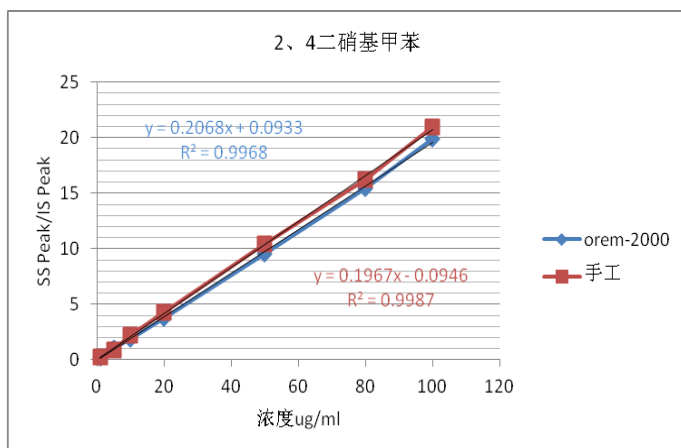
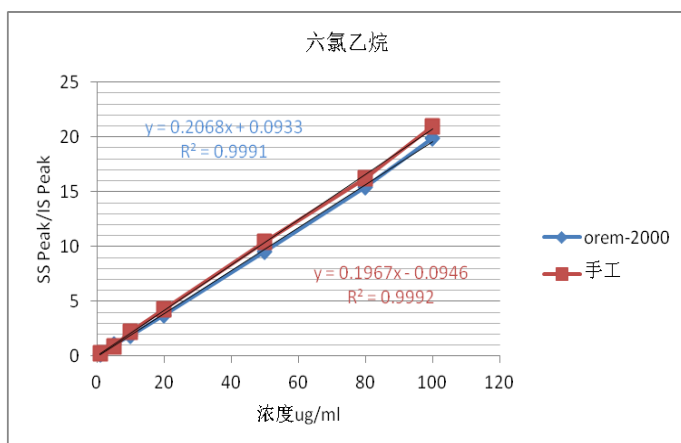
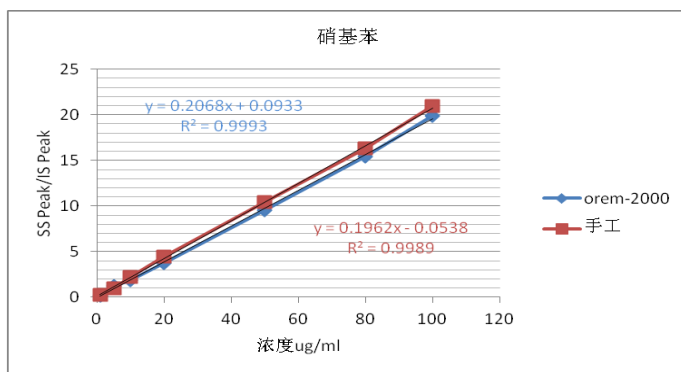


图 1 质谱 TIC 图

通过对每个峰进行积分，可以获得每个峰面积与浓度的关系。校准曲线上每个浓度的响应因子等于峰面积除以校准标样的浓度。RRF 等于校准标样的响应因子除以内标的响应因子。通过计算用于生成校准曲线的所有浓度校准标样的 RRF 得出平均 RRF。通过重复分析获得每个平均 RRF，而相对标准偏差 (RSD) 也通过对每次重复分析计算得出。表 1 说明了使用 orem-2000 配制的 CCC 的所有 RRF 满足质量标准的求。

校准化合物	标准曲线上每个浓度 (ug/ml) 的 RRF							平均 RRF	%RSD
	1	5	10	20	50	80	100		
苯酚	2.095	2.160	1.961	2.012	2.052	1.913	1.952	2.0207	4.3
六氯丁二烯	0.141	0.139	0.135	0.129	0.119	0.095	0.087	0.1207	17.9
1,4-二氯苯	3.039	2.558	2.826	3.149	3.282	3.473	4.019	3.1923	14.8
2-硝基酚	1.582	1.512	1.598	1.723	1.443	1.343	1.054	1.465	14.8
2,4-二氯酚	0.119	0.113	0.107	0.115	0.117	0.112	0.127	0.1157	5.4
4-氯-3-甲基苯酚	0.230	0.241	0.265	0.283	0.261	0.283	0.312	0.2679	10.4
萘烯	1.007	0.963	0.949	0.918	0.958	0.992	0.970	0.9653	3
2,4,6-三氯苯酚	1.080	1.069	0.984	0.951	0.914	0.987	1.060	1.0064	6.4
亚硝基二苯胺	0.113	0.206	0.153	0.136	0.121	0.106	0.183	0.1454	25
五氯酚	0.227	0.230	0.241	0.265	0.283	0.261	0.283	0.2557	9.2
茚萘	0.868	0.795	0.721	0.673	0.650	0.646	0.658	0.7159	12
邻苯二甲酸二正辛酯	0.306	0.330	0.339	0.338	0.298	0.294	0.281	0.3123	7.4
苯并[a]芘	0.422	0.424	0.440	0.379	0.439	0.460	0.320	0.412	11.6

部分数据线性比较



五、总结

Orem-2000 在标准溶液配制过程中得到了与手工配制差不多甚至优于的数据线性，同时准确度也与手工配制做了比较，都比较满意。Orem-2000 自动化程度高，大大节省了操作人员的劳动时间，更为关键的是自动化液体工作站让实验室的工作人员远离有毒有害物质，最大程度保障了工作环境的安全。

Labhands 公司对本材料可能存在的错误或
与装置、性能及材料使用有关内容而带来的
意外伤害和问题不负任何责任。

本资料中的信息，如有改变，恕不另行通知。

Labhands 公司版权所有©,2016

2015 年 12 月 15 日中国印刷

出版号：LB-HD-0329-CHCN

