

吹扫捕集- GC/MS- SIM 法测定海水中 挥发性有机污染物

杜广玉, 刘景泰, 刘 扬

(大连市环境监测中心, 辽宁 大连 116023)

摘要: 采用吹扫捕集- GC/MS- SIM 法测定水中挥发性有机物, 具有定量准确、操作简便等特点, 检测限可达 ng/L 级, 适合环境水中低浓度挥发性有机物的测定。测定实际海水样品, 其浓度范围在 0.4 ng/L~ 1 000 ng/L 之间。

关键词: GC/MS; 吹扫捕集; SIM; 挥发性有机污染物; 海水; 测定

中图分类号: O 657. 63 文献标识码: B 文章编号: 1006- 2009(2000)04- 0031- 02

Determination of Volatile Organic Compounds in Seawater by Purge and Trap- GC/MS- SIM

DU Guang-yu, LIU Jing-tai, LIU Yang

(Dalian Municipal Environmental Monitoring Center, Dalian, Liaoning 116023, China)

Abstract: It was accurate, simple and convenient to detect volatile organic compounds in water by purge and trap- GC/MS- SIM. Its detection limit can reach ng/L which was suitable for detection of low concentration volatile organic compounds in environmental water samples. For real seawater sample, their concentration range could be 0.4 ng/L~ 1 000 ng/L.

Key words: GC/MS; Purge and trap; SIM; Volatile organic compounds; Seawater; Determination

海水中挥发性有机化合物浓度很低, 给定量分析带来较大困难。今用同位素卤代化合物作为内标物质, 进行测定, 可得到准确的结果。

1 试验

1.1 主要仪器和试剂

岛津 QP- 5000 气质联用仪; TekmarTM 3000 吹扫捕集装置; vocol 弹性石英毛细管柱 60 m × 0.25 mm × 1.5 μm; 标准溶液: 将各标准物质用甲醇配成的 1 000 μg/L 标准溶液, 并稀释成 0.04 μg/L、1.00 μg/L、4.00 μg/L 系列, 分别加入 20 mg/L 内标溶液 1 μL; 内标物质 IS 1、IS 2、IS 3, 同位素卤代化合物; 精制甲醇, 浓缩 1 000 倍无杂峰; 空白水, 从市售矿泉水中筛选。

1.2 仪器测定条件

1.2.1 吹扫捕集

吹扫时间 11 min; 解吸温度 225 °C; 解吸时间 4 min。

1.2.2 气相色谱

载气氦 柱前压 0.16 MPa; 程序升温 50 °C

(8 min) $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 175 °C (3 min) $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 220 °C (4 min); 进样口温度 150 °C。

1.2.3 质谱

检测器温度 230 °C; 检测器电压 1.6 kV; 离子源能量 70 eV; 扫描范围 46 amu~ 350 amu; 扫描周期 0.5 sec。

1.3 分析步骤

用清洁的 1 L 具塞玻璃瓶采满水样, 瓶内不得留有空气。取样品 5 mL, 加 20 mg/L 内标溶液 1 μL, 注入吹扫捕集装置进行分析。同时以选定的矿泉水作空白试验。

2 结果与讨论

2.1 标准物质 SIM 离子、保留时间及检测限

在该仪器测定条件下, 各标准物质 SIM 离子、保留时间(RT) 及检测限(MDL) 列于表 1。

收稿日期: 2000- 06- 23

第一作者简介: 杜广玉(1953-), 男, 硕士, 高级工程师, 主持多项科研项目, 获奖 10 余次, 其中 1 项获部科技进步二等奖, 1 项获省科技进步三等奖, 发表论文 10 余篇。

表1 挥发性化合物标准物质的有关参数及检测限

标准物质	内标	m/z	RT t/min	MDL /(ng·L ⁻¹)
二氯甲烷		84	10.38	24
顺-1,2-二氯乙烯		96	11.18	3
反-1,2-二氯乙烯		96	14.32	6
氯仿		83	14.80	20
溴氯甲烷	IS 1	128	15.39	-
1,1,1-三氯乙烷		97	16.03	2
四氯化碳		117	16.85	10
1,2-二氯乙烷		62	17.46	4
苯		78	17.47	2
三氯乙烯		95	29.48	6
1,2-二氯丙烷		63	20.16	0.3
一溴二氯甲烷		83	21.01	2
反-1,3-二氯丙烯		75	22.90	2
甲苯		92	24.03	2
顺-1,3-二氯丙烯		75	24.75	4
1,1,2-三氯乙烷		83	25.35	2
1-氯-2-溴丙烷	IS 2	76	25.39	-
四氯乙烯		166	26.40	15
二溴一氯甲烷		129	27.35	2
氯苯		112	29.59	3
邻-二甲苯		106	30.13	6
间-二甲苯		106	30.13	8
对-二甲苯		106	31.75	5
溴仿		173	33.18	3
1,4-二氯丁烷	IS 3	90	33.39	-
1,4-二氯苯		83	38.31	4

2.2 计算

$$\text{被测物浓度} = \frac{\text{被测物峰强} \times \text{内标量}}{\text{内标物峰强} \times \text{取样体积}}$$

式中: 被测物浓度——ng/L;

被测物峰强——mV(或面积);

内标物峰强——mV(或面积);

内标加入量——ng;

取样体积——L(5 mL= 0.005 L)。

2.3 检测限

$$\text{MDL} = t_{(f, 0.01)} S_{wb}$$

式中: S_{wb} ——空白重复测定值标准差, ng/L;

$t_{(f, 0.01)}$ ——自由度为 f , 显著性水平为 0.01 时 t 分布表中 t 值。

2.4 实际海水样品测定

对环境海水进行了测定, 结果见表 2。

表2 海水中挥发性有机物分析结果 ng/L

测定物	采样点位						
	1#	2#	3#	4#	5#	6#	7#
二氯甲烷	29	ND	26	98	34	227	170
顺-1,2-二氯乙烯	ND	ND	ND	3	ND	4	3
反-1,2-二氯乙烯	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
氯仿	21	22	121	999	124	163	162
1,1,1-三氯乙烷	ND	ND	ND	4	ND	ND	ND
四氯化碳	ND	ND	ND	15	ND	12	14
1,2-二氯乙烷	ND	ND	ND	7	4	4	4
苯	4	5	4	12	8	9	5
三氯乙烯	ND	ND	ND	50	19	204	56
1,2-二氯丙烷	1	0.4	1	7	2	16	7
一溴二氯甲烷	8	7	44	4	43	42	21
反-1,3-二氯丙烯	ND	ND	ND	2	ND	ND	ND
甲苯	8	6	3	12	6	2	6
顺-1,3-二氯丙烯	ND	ND	ND	6	ND	ND	ND
1,1,2-三氯乙烷	ND	ND	ND	3	ND	ND	ND
四氯乙烯	ND	ND	ND	19	15	25	17
二溴一氯甲烷	3	2	13	4	13	17	8
氯苯	3	3	3	22	34	41	7
邻-二甲苯	ND	ND	ND	5	ND	ND	6
间-二甲苯	ND	ND	ND	23	ND	ND	9
对-二甲苯	8	7	7	18	ND	ND	ND
溴仿	48	16	66	12	84	53	22
1,4-二氯苯	17	ND	8	43	10	75	25

从表 2 可见, 该方法也适用于海水中挥发性有机物的分析。

3 结语

该方法定性定量准确、操作简便、灵敏度高、检测限低, 目标化合物的分析可在很短时间内完成, 非常适于环境中低含量挥发性有机污染物的分析。对环境海水的分析也得到了令人满意的结果。

• 动态 •

监测环境污染的发光蛙

日本广岛大学理学部吉里胜利教授等应用基因重组技术培育与重金属反应能发光的青蛙, 利用这种青蛙来监测镉和锌等重金属对环境的污染。下一步目标是培育能对抗乱内分泌化学物质(环境激素)反应而发光的青蛙。

洪 蔚编译自《资源环境对策》1999, Vol 35 No 16