

MonoTrap-GCMS分析雨水中的多环芳烃类物质 (PAHs)

No.GCMS-037

摘要: 本实验采用MonoTrap™ RSC18振荡吸附雨水中多环芳烃类物质 (PAHs)，在OPTIC 3高效进样口进行热脱附后以GCMS加以测定。

关键词: 多环芳烃 GCMS

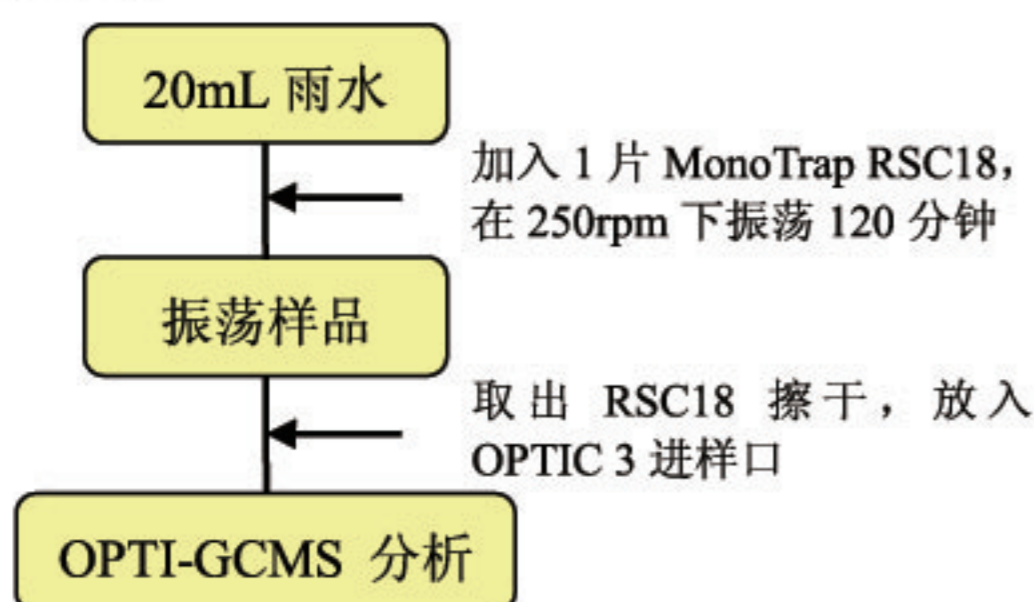
MonoTrap™属于硅胶基质的吸附剂产品。由于其硅胶担体的整体式结构以及硅胶骨架中大量孔隙的存在，从而使产品具有通透性高和吸附表面积大的特点。某些产品中活性炭则被用于硅胶骨架表面，以键合ODS基团起到吸附作用。因此，MonoTrap™可被视为具有较大表面积的新型复合吸附剂，同时兼备了硅胶、活性炭和ODS基团的特性。本实验中，采用振荡法以MonoTrap RSC18 (不含活性炭) 对雨水中16种PAHs吸附，在OPTIC 3进样口热脱附进行GCMS分析。由于其表面的化学键合疏水性ODC基团存在，MonoTrap浮在液体表面。

实验部分

1、仪器与试剂

Shimadzu GCMS-QP2010 Plus气相色谱-质谱联用仪，OPTIC 3高效进样口 (ATAS&GL公司)，MonotrapRSC18由GL Science提供。16种多环芳烃标液购自AccuStandard公司。

2、样品处理



3、仪器条件

色谱柱: Rxi-5 (30m × 0.25mm × 0.25 μm)

柱温: 40°C(10min) 10°C/min

140°C(3min) 10°C/min 300°C(5min)

20°C/min 320°C(5min)

载气: He (纯度99.999%)

载气控制方式: 恒线速度 流速: 1mL/min

OPTIC3进样口温度: 40°C 15°C/s 320°C (1800s)

进样方式: 不分流进样, 10min后开分流阀

进样体积: 1 μL

色谱-质谱接口温度: 320°C

离子源: EI源 离子源温度: 230°C

溶剂延迟时间: 9min

SIM 模式, 具体离子见表1。

表1 目标物的特征离子

化合物	目标离子	参考离子
萘 Naphthalene	128.10	127.10, 129.10
芴烯 Acenaphthylene	152.10	151.10, 76.10
芴 Acenaphthene	153.10	154.10, 76.10
芴 Fluorene	166.10	165.10
菲 Phenanthrene	178.10	176.10, 89.00
蒽 Anthracene	178.10	176.10, 89.00
荧蒽 Fluoranthene	202.10	200.00, 101.10
芘 Pyrene	202.10	200.00, 101.10
苯并[a]蒽 Benz[a]anthracene	228.10	226.10, 114.10
屈 Chrysene	228.10	226.10, 113.10
苯并[b]荧蒽 Benz[e]acephenanthrylene	252.10	250.10, 253.10
苯并[k]荧蒽 Benzo[k]fluoranthene	252.10	250.10, 253.10
苯并[a]芘 Benzo[a]pyrene	252.10	250.10, 253.10
茚并[1,2,3-cd]芘 Indeno[1,2,3-cd]pyrene	276.10	277.10, 138.10
二苯并[a,h]蒽 Dibenz[a,h]anthracene	278.10	276.10, 139.10
苯并[g,h,i]花 Benzo[ghi]perylene	276.10	277.10, 138.10

结果与讨论

1、目标化合物的定性确证和定量检测

当试样谱图在16种PAHs化合物的保留时间处有色谱峰出现，则根据定性离子对其进行确证；其含量则根据定量离子的色谱峰面积以外标法定量。

2、校准曲线

向超纯水中添加不同量的PAHs标液，使其浓度分别为10，50，100和200 $\mu\text{g/L}$ 。分别取不同浓度的水样20mL，向其中加入1片MonotrapRSC18，于250rpm下振荡2h后，取出擦干，进行GCMS检测并做校准曲线。图1为500 $\mu\text{g/L}$ 浓度下的16种PAHs的色谱图。

结果显示，16种PAHs的线性回归系数 r 值均大于0.995，线性关系较好。

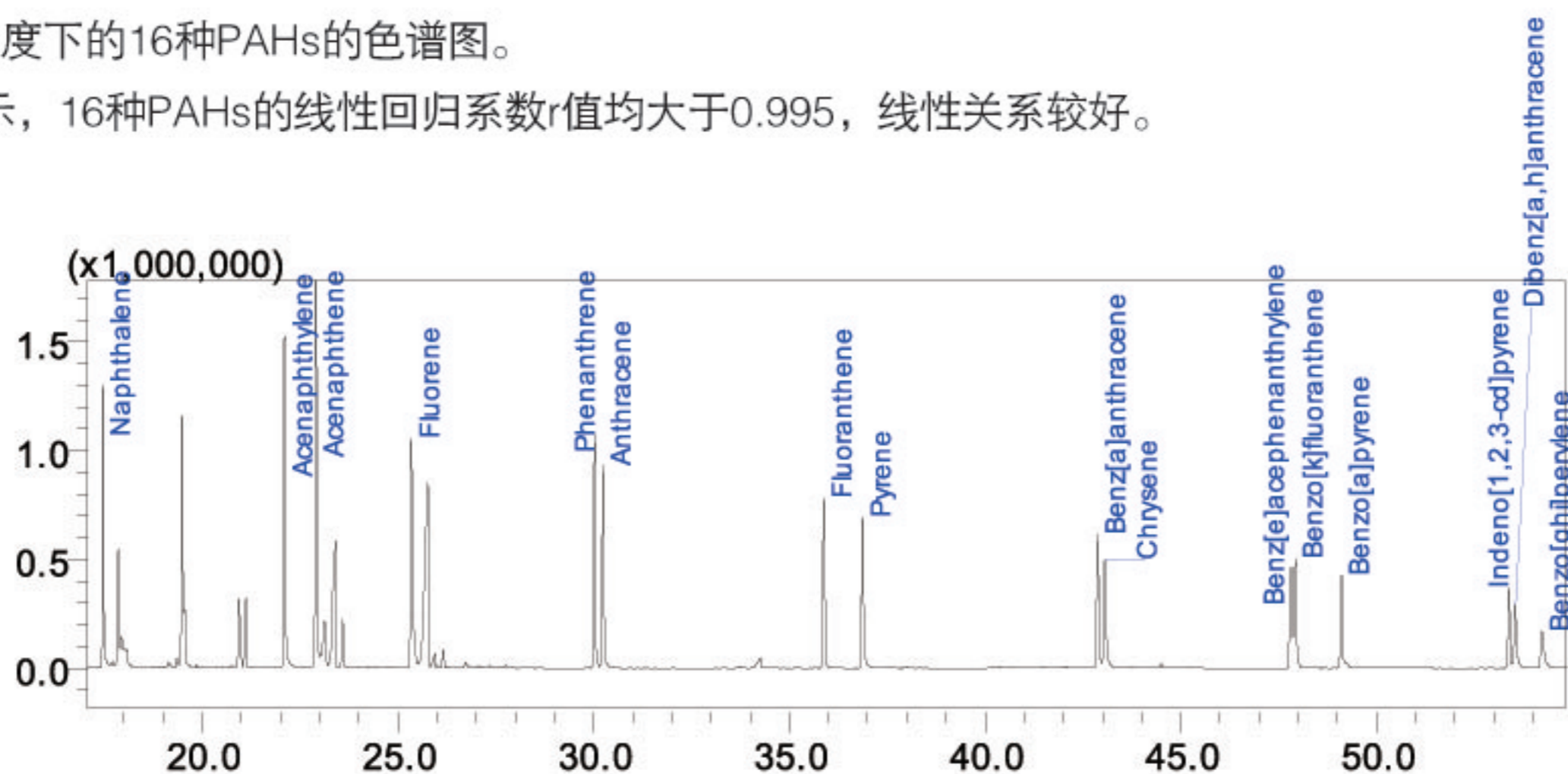


图1 Monotrap处理的500 $\mu\text{g/L}$ 溶液谱图

1萘, 2萘烯, 3萘, 4芴, 5菲, 6蒽, 7荧蒽, 8芘, 9苯并[a]蒽, 10屈, 11苯并[b]荧蒽, 12苯并[k]荧蒽, 13苯并[a]芘, 14茚并[1,2,3-cd]芘, 15二苯并[a,h]蒽, 16苯并[g,h,i]芘

3、样品检测结果

待测雨水样品收集后直接按前所述分析后，检测结果见表2。

表2 雨水样品中PAHs浓度

化合物	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	RSD%
萘	104.9	5.22
萘烯	3.36	1.30
萘	129.4	9.84
芴	201.4	4.85
菲	409.5	7.86
蒽	18.9	1.08
荧蒽	61.0	7.13
芘	47.0	6.36
苯并[a]蒽	11.7	1.44
屈	9.16	2.05
苯并[b]荧蒽	16.7	1.09
苯并[k]荧蒽	N.D.	N.D.
苯并[a]芘	10.6	1.35
茚并[1,2,3-cd]芘	4.82	1.02
二苯并[a,h]蒽	N.D.	N.D.
苯并[g,h,i]芘	N.D.	N.D.

N.D.: 未检出

结论

以MonotrapRSC18吸附，OPTIC热脱附结合GCMS检测雨水的16种PAHs化合物，具有灵敏度高、方法简便、测试快速等优点，且重现性较好，完全能够满足分析检测要求。该法是筛查分析水样中16种PAHs的有效手段。