



水中多环芳烃分析 MEPS-GCMS法

No.GCMS-042

摘要： 本实验采用MEPS在线净化富集雨水中多环芳烃类物质（PAHs），采用大体积进样后以GCMS加以测定。

关键词： MEPS 雨水 多环芳烃 PAHs

MEPS (Micro Extraction by Packed Sorbent) 使用与固相萃取SPE的原理相同，但却拥有后者无可匹敌的优势。MEPS所需样品量少（10 μL），消耗溶剂少，并可实现GC和LC的在线自动化操作。MEPS技术已经在药物、环境等分析领域得到应用。

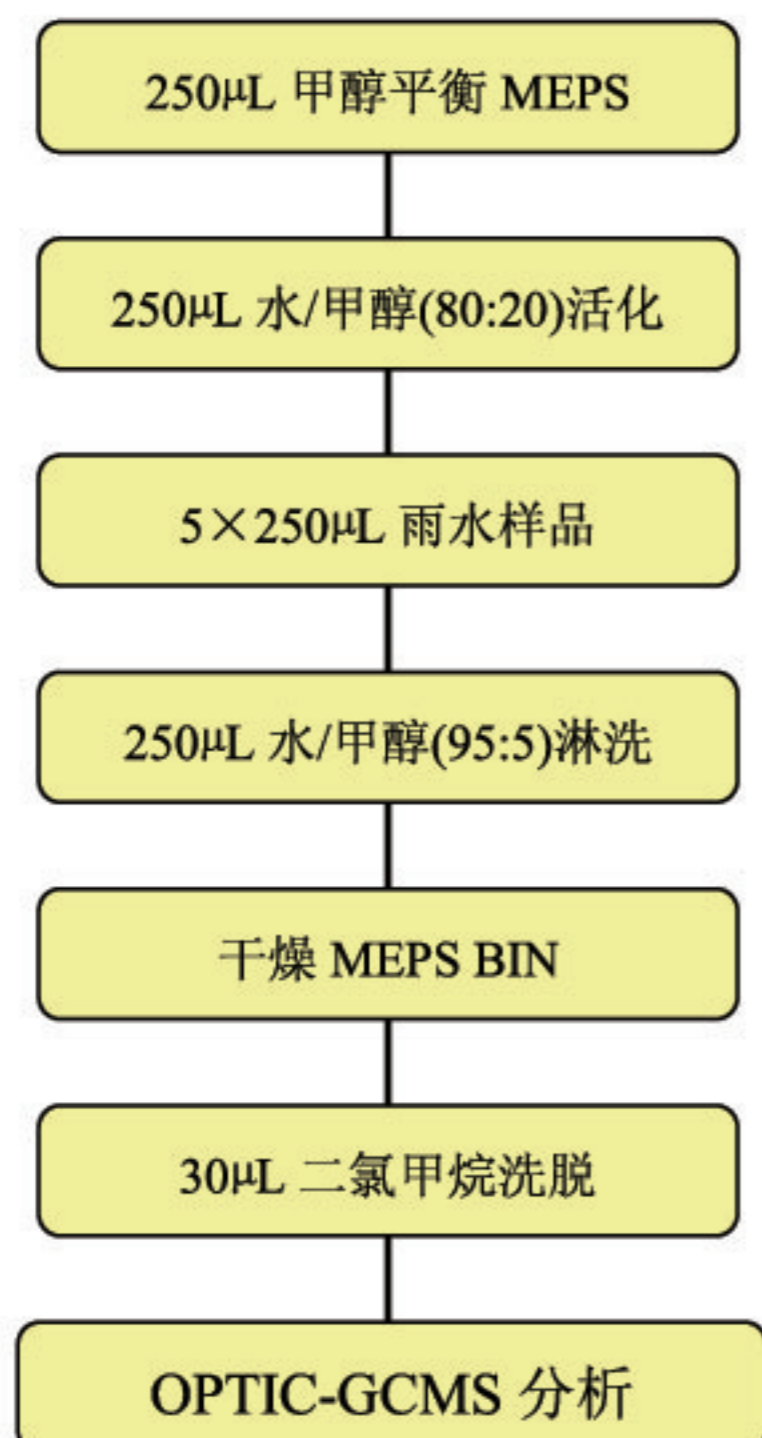
本实验中，采用MEPS对雨水样品进行在线净化富集，利用OPTIC 3进样口对样品大体积进样后进行GCMS分析其中的16种多环芳烃。

实验部分

1、仪器与试剂

Shimadzu GCMS-QP2010 Plus气相色谱-质谱联用仪，AOC-5000自动进样器，OPTIC 3高效进样口（ATAS&GL公司），MEPS进样针和填料由SGE Analytical 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：Rtx-5MS (30m × 0.25mm × 0.25 μm)

柱温：50°C(1min) 25°C/min 160°C

5°C/min 300°C(5min)

载气：He（纯度99.999%）

载气控制方式：恒线速度 流速：1mL/min

OPTIC 3进样口溶剂排除时间：20s

OPTIC 3进样口温度：45°C 15°C/s 300°C (1200s)

进样方式：不分流进样，3min后开分流阀

进样体积：30 μL

色谱-质谱接口温度：300°C

离子源：EI源

离子源温度：200°C

溶剂延迟时间：2min

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	128.10	127.10, 129.10
芴烯	152.10	151.10, 76.10
芴	153.10	154.10, 76.10
芘	166.10	165.10
菲	178.10	176.10, 89.00
蒽	178.10	176.10, 89.00
荧蒽	202.10	200.00, 101.10
芘	202.10	200.00, 101.10
苯并[a]蒽	228.10	226.10, 114.10
屈	228.10	226.10, 113.10
苯并[b]荧蒽	252.10	250.10, 253.10
苯并[k]荧蒽	252.10	250.10, 253.10
苯并[a]芘	252.10	250.10, 253.10
茚并[1,2,3-cd]芘	276.10	277.10, 138.10
二苯并[a,h]蒽	278.10	276.10, 139.10
苯并[g,h,i]芘	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50，100，250和500 $\mu\text{g/L}$ 。依照1.2步骤对以上标准溶液进行在线MEPS处理，GCMS检测并作校准曲线。图1为500 $\mu\text{g/L}$ 浓度下的16种PAHs的总离子流图。

结果显示，16种PAHs的线性回归系数 r 值均大于0.996，线性关系较好。

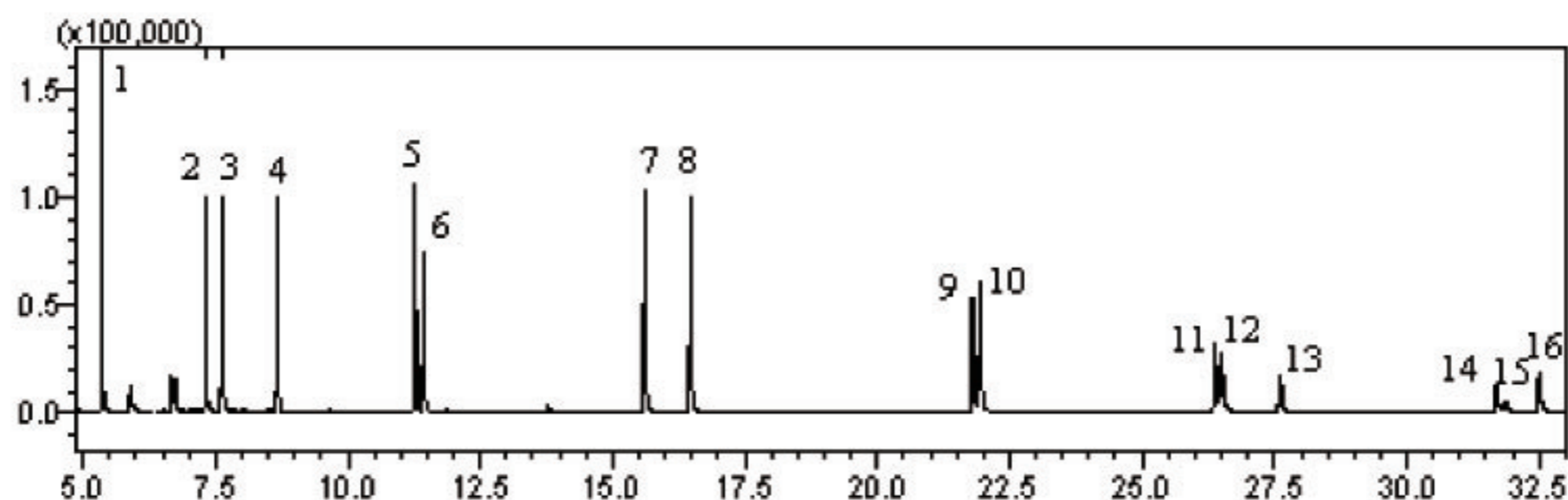


图1 500 $\mu\text{g/L}$ 多环芳烃标准溶液总离子流图

1萘，2芴烯，3芴，4芘，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 (µg/L)	RSD%
萘	77.0	9.73
蒽烯	84.2	8.94
蒽	165.8	9.62
芴	111.8	7.53
菲	33.8	5.96
葱	N.D.	N.D.
荧葱	N.D.	N.D.
芘	N.D.	N.D.
苯并[a]葱	N.D.	N.D.
屈	N.D.	N.D.
苯并[b]荧葱	6.92	5.26
苯并[k]荧葱	6.91	5.26
苯并[a]芘	7.47	3.46
茚并[1, 2, 3-cd]芘	N.D.	N.D.
二苯并[a, h]葱	N.D.	N.D.
苯并[g, h, i]芘	N.D.	N.D.

N.D.: 未检出

同时，分别取待测雨水样品5份，对其前处理后GCMS进样，对其中可检测到的PAHs化合物，其所测得浓度的RSD值均低于10%。

■ 结论

以MEPS在线净化，采用大体积进样的GCMS方法来检测雨水中的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。该法是定性定量检测水样中16种PAHs的有效手段。