

GCMS 结合顶空 Trap 模式测定废液中 8 种酯类化合物

GCMS-491

摘要：本文使用岛津 GCMS-QP2020 NX 结合顶空 HS-20 NX Trap 模式建立了废液中 8 种酯类化合物的测定方法。结果显示：在 10~200 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，8 种酯类化合物标准曲线线性良好，相关系数均在 0.999 以上。取 5 mL 浓度为 10 $\mu\text{g/L}$ 标液分别放入 6 个顶空瓶中连续进样，8 种酯类化合物峰面积 RSD% 范围在 1.62~3.95% 之间，精密度优良。加标实验中，加标浓度为 20 $\mu\text{g/L}$ ，各化合物回收率在 102.33~118.80% 之间。本方法操作简单，定量准确可靠，可用于废液中酯类化合物的测定。

关键词：气相色谱质谱联用仪 顶空 Trap 模式 废液 酯类化合物

技术特点：

- ❖ 顶空 Trap 模式可以有效提升酯类化合物的富集效率。
- ❖ 方法检出限低，有利于废液中微量目标组分的检测。

酯类化合物因其优异的化学性能如良好的溶解性、快干性等，被广泛地应用在工业生产中，可作为工业溶剂、粘合剂、萃取剂、清洗剂等。乙酸乙酯、乙酸丁酯、丙烯酸甲酯等 8 类物质是工业生产中应用较为广泛的酯类物质。酯类化合物属于挥发性有机物，可经皮肤和呼吸道吸收，人体长期与酯类化合物接触会刺激呼吸道并对神经系统产生有害影响，引起咳嗽、胸闷、呼吸困难等。

废液中往往会含有酯类化合物，需要对酯类化

合物进行测定，达标后方可排放。

顶空作为废液中挥发性有机物常用的前处理方式，具有前处理简单、受基体干扰小等优点。Trap 模式是岛津顶空特有的模式，可将顶空挥发出来的物质在低温条件下捕集于捕集阱中，通过加热进行脱附，有效提升富集效率。本文采用岛津 GCMS-QP2020 NX 结合 HS-20 NX Trap 模式，建立了废液中 8 种酯类化合物的测定方法。该方法操作简单，定量准确可靠，可用于废液中酯类化合物的测定。

实验部分

1.1 仪器

气质联用仪：GCMS-QP2020 NX

顶空：HS-20 NX

1.2 分析条件

HS-20 NX 条件：

捕集阱填料：Tenax TA

恒温炉温度：80 $^{\circ}\text{C}$

恒温时间：25 min

样品流路温度：150 $^{\circ}\text{C}$

传输线温度：150 $^{\circ}\text{C}$

捕集阱冷却温度：25 $^{\circ}\text{C}$

捕集阱加热温度：280 $^{\circ}\text{C}$

样品瓶加压用气压：160 kPa

样品瓶加压时间：2 min

干吹气用气压：20 kPa

干吹时间：1 min

进样针冲洗时间：5 min

进样时间：3 min

进样针冲洗时间：3 min

表 2 8 种酯类化合物标准曲线信息、重复性和方法检出限

No.	化合物名称	相关系数 R	RSD (%)	检出限 (μg/L)
1	乙酸乙酯	0.9999	2.20	0.66
2	丙烯酸甲酯	0.9999	3.38	1.02
3	丙烯酸乙酯	0.9999	2.20	0.77
4	甲基丙烯酸甲酯	0.9998	1.67	0.63
5	乙酸丁酯	0.9996	1.62	0.64
6	丙烯酸丁酯	0.9997	1.88	0.77
7	甲基丙烯酸丁酯	0.9997	1.94	1.13
8	丙烯酸异辛酯	0.9993	3.95	2.24

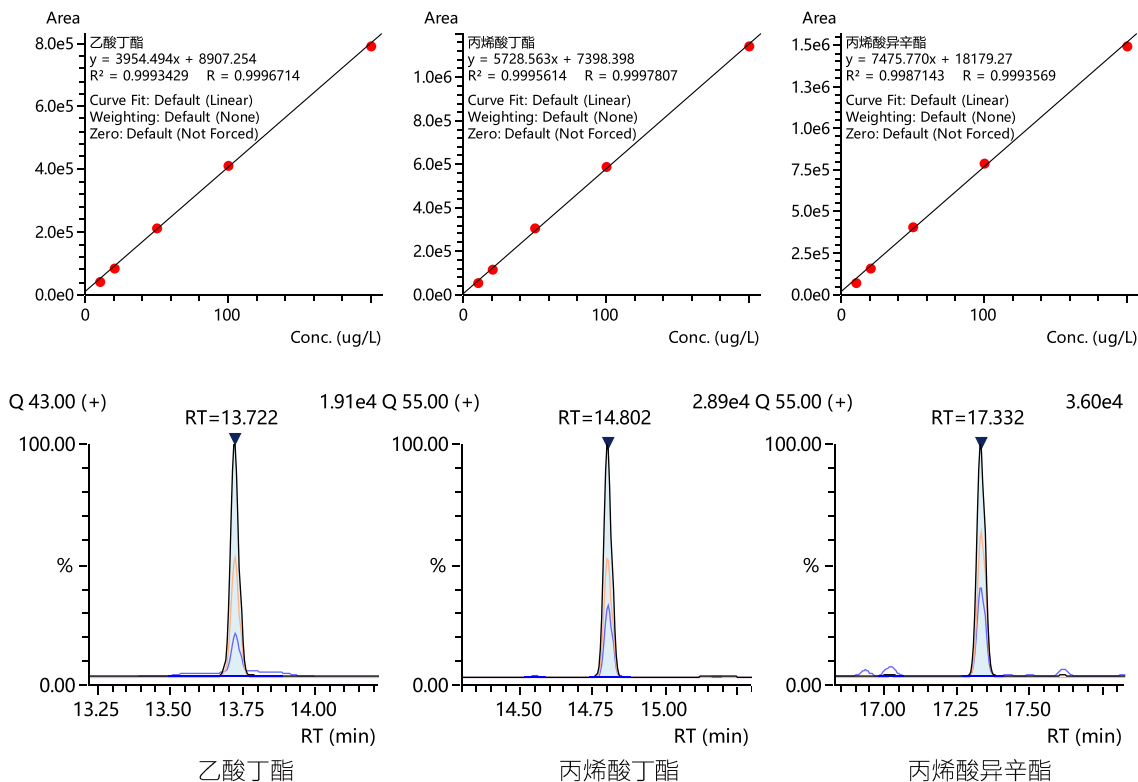


图 2 部分组分标准曲线及质量色谱图 (10 μg/L)

2.3 重复性和检出限

浓度为 10 μg/L 标准溶液，分别取 5 mL 放入 8 个 20 mL 顶空瓶中，连续进样，计算前 6 针峰面积 RSD%，得到重复性结果如表 2 所示。计算 8 次浓度测定值的标准偏差 (SD)，按公式 $MDL = t_{(n-1, 0.99)} \times SD$ ($n=8$, $t_{(7, 0.99)} = 2.998$) 计算方法检出限，结果见上表 2。

2.4 回收率实验

在空白样品中添加酯类化合物标液，添加浓度为 20 μg/L，平行处理 3 份，8 种酯类化合物的加标平均回收率及 RSD% 结果见表 3。

表 3 8 种酯类化合物加标回收率

No.	化合物名称	平均回收率 (%)	RSD (%)	No.	化合物名称	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	乙酸乙酯	115.31	4.03	5	乙酸丁酯	118.80	1.90
2	丙烯酸甲酯	112.79	2.82	6	丙烯酸丁酯	111.02	1.29
3	丙烯酸乙酯	112.54	2.68	7	甲基丙烯酸丁酯	110.63	1.87
4	甲基丙烯酸甲酯	112.53	3.40	8	丙烯酸异辛酯	102.33	1.86

2.5 样品测试

按照 1.3 进行样品前处理，样品色谱图如图 3 所示，8 种酯类化合物在样品中未检出。

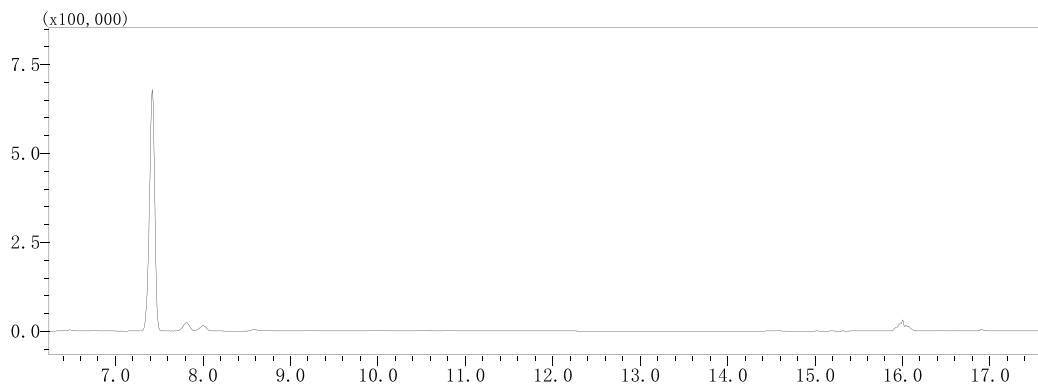


图 3 样品色谱图

■ 结论

本方法利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪结合 HS-20 NX Trap 模式，测定废液中 8 种酯类化合物的含量。在 10~200 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，各化合物标准曲线线性良好，相关系数 R 均在 0.999 以上。取浓度为 10 $\mu\text{g/L}$ 标液，连续 6 次进样测试，各化合物峰面积 RSD% 在 1.62~3.95% 之间，方法精密度良好。加标实验中，加标浓度为 20 $\mu\text{g/L}$ ，各化合物回收率在 102.33~118.80% 之间。该方法操作简单，定量准确可靠，可用于废液中微量酯类化合物的检测。

岛津应用云

