

# GCMS 法测定固体废物中硫酸二甲酯和硫酸二乙酯含量

GCMS-483

**摘要：**本文利用岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX，建立了固体废物中硫酸二甲酯和硫酸二乙酯含量的检测方法。结果表明，在 1.0~20 mg/L 浓度范围内，硫酸二甲酯和硫酸二乙酯的线性良好，相关系数均在 0.998 以上。在固体废物空白样品中进行加标回收率试验，加标浓度为 10 mg/kg，硫酸二甲酯和硫酸二乙酯的加标回收率分别为 108.4% 和 108.3%。本方法可为固体废物中硫酸二甲酯和硫酸二乙酯的测定提供参考。

**关键词：**气质联用仪 固体废物 硫酸二甲酯 硫酸二乙酯

硫酸二甲酯，英文名称 Dimethylsulfate，简称 DMS，为无色或微黄色，略有葱头气味的油状液体。硫酸二乙酯，英文名称 Diethylsulfate，简称 DES，是一种无色油状液体，略有醚的气味。DMS 和 DES 常作为甲基化试剂、乙基化试剂用于有机化学合成中，在农药、医药、染料、皮革及军工等多种精细化工工业中有广泛的使用。

但是，DMS 和 DES 都属于高毒性化学物质，DMS 与芥子气的作用相似，少量吸入可出现呼吸道刺激症状及恶心、呕吐等症状，急性毒性类似光气，破坏 DNA 结构，引起染色体畸变，具有挥发性、毒性、强腐蚀性和环境危害性，是一种强致癌物，世界卫生组织国际癌症研究机构于 2017 年 10 月 27 日将其定

为 2A 类致癌物。DES 还可作为挥发油抽提剂、脱水剂等，也具有相当强的毒性和环境危害性，因而两者引起各国的广泛关注。

目前硫酸二甲酯和硫酸二乙酯的相关检测文献主要集中在空气、化妆品、药物及纺织品等领域，其采用的方法主要有气相色谱法、气相色谱 - 质谱联用法和液相色谱法。但尚未见气相色谱 - 质谱法测定固体废物中硫酸二甲酯和硫酸二乙酯的方法。鉴于此种情况，本文参照《HJ951-2018 固体废物 半挥发性有机物的测定 气相色谱 - 质谱法》，建立一个同时测定固体废物中硫酸二甲酯和硫酸二乙酯的气相色谱 - 质谱法，并应用于实际固体废物样品的测定。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气质联用仪：GCMS-QP2020 NX

### 1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-35MS，30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：50°C (2 min)\_10°C /min\_120°C (1 min)\_30°C /min\_250°C (1 min)

进样口温度：250°C

流量控制方式：恒压

色谱柱流量：1.2 mL/min

压力：68.3 kPa

进样方式：不分流

进样量：1 μL

离子化方式：EI

离子源温度：230°C

接口温度：280°C

采集方式：全扫描 (scan) 模式

## ■ 样品前处理

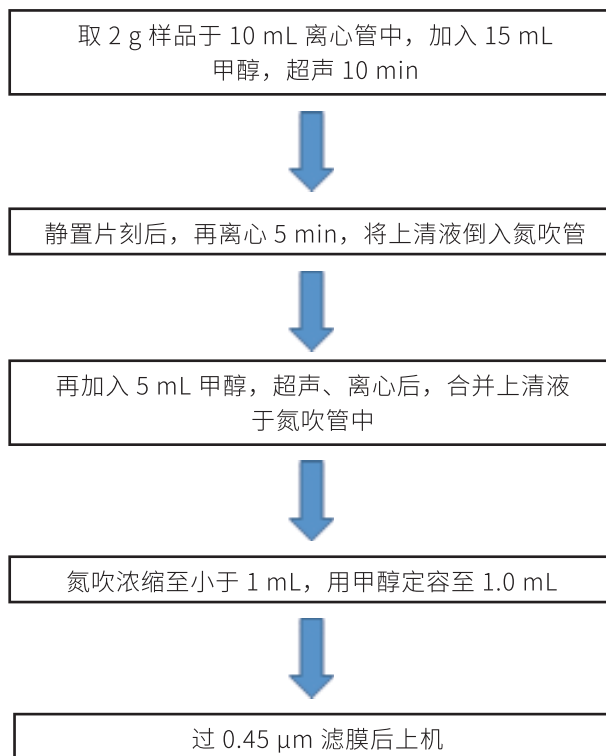


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与结论

### 3.1 硫酸二甲酯和硫酸二乙酯标准溶液谱图

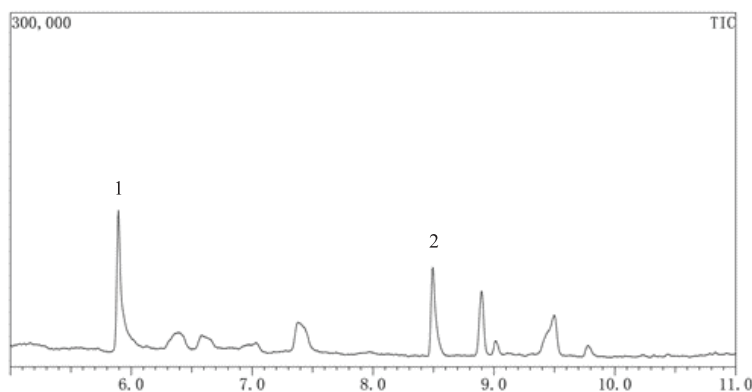


图 2 硫酸二甲酯和硫酸二乙酯标准溶液色谱图 (5.0 mg/L)

表 1 硫酸二甲酯和硫酸二乙酯信息

No.	化合物名称	英文缩写	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	硫酸二甲酯	Dimethylsulfate	77-78-1	5.898	95	96,66
2	硫酸二乙酯	Diethylsulfate	64-67-5	8.498	59	111,125

### 3.2 标准曲线与检出限

分别配制 1.0、2.0、5.0、10、20 mg/L 的硫酸二甲酯和硫酸二乙酯混合标准溶液，取 1  $\mu$ L 进样，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标建立标准曲线。目标化合物标准曲线见图 3，线性相关系数见表 2。

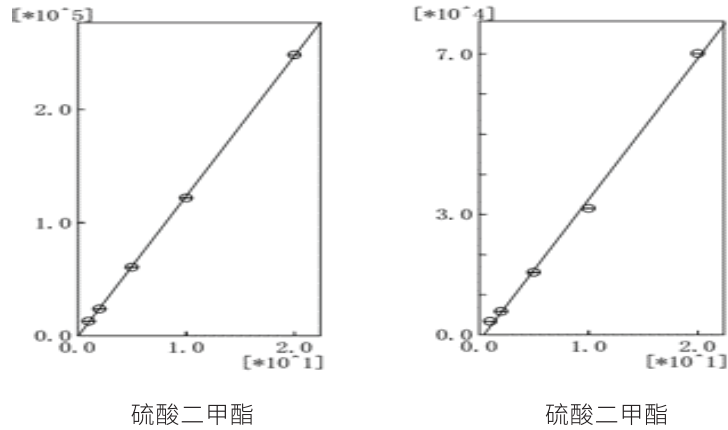


图 3 化合物标准曲线

表 2 硫酸二甲酯和硫酸二乙酯线性相关系数和检出限

No.	化合物名称	相关系数	检出限 (mg/kg)
1	硫酸二甲酯	0.9999	0.13
2	硫酸二乙酯	0.9986	0.10

### 3.3 样品测试结果及回收率考察

#### 3.3.1 样品测试结果

采取固体废物样品 1 份，按上述前处理进行分析，样品质谱图见图 4，检测结果见表 3。

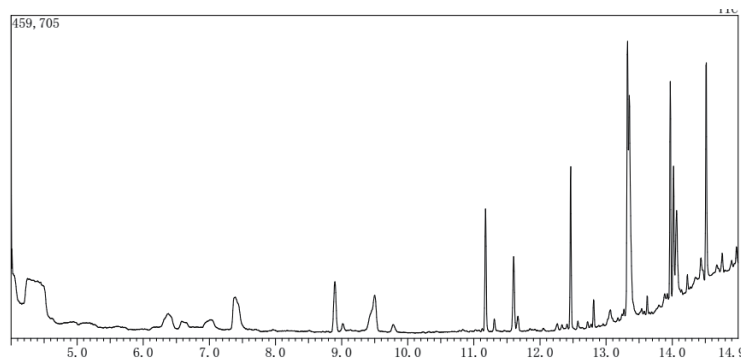


图 4 某固体废物样品色谱图

表 3 样品测试结果 (mg/kg)

No.	化合物名称	样品浓度
1	硫酸二甲酯	N.D.
2	硫酸二乙酯	N.D.

注：N.D. 表示未检出

### 3.3.2 加标回收率

将固体废物空白样品进行 10 mg/kg 加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率，具体结果如下。

表 4 加标回收率

No.	化合物名称	加标 1	加标 2	加标 3	平均回收率 (%)
1	硫酸二甲酯	10.78	10.89	10.85	108.4
2	硫酸二乙酯	10.91	10.77	10.81	108.3

## ■ 结论

本文采用岛津公司气质联用仪 GCMS-QP2020NX, 建立了固体废物中硫酸二甲酯和硫酸二乙酯含量的检测方法。结果表明，在标准曲线浓度范围内（1.0~20 mg/L），硫酸二甲酯和硫酸二乙酯的线性良好，硫酸二甲酯和硫酸二乙酯的相关系数均在 0.998 以上。在空白样品中进行加标回收率试验，加标浓度为 10 mg/kg，硫酸二甲酯和硫酸二乙酯的加标回收率分别为 108.4% 和 108.3%。本方法可为固体废物中硫酸二甲酯和硫酸二乙酯含量的测定提供参考。

岛津应用云

