

# 吹扫捕集结合 GCMS 法测定生活饮用水中 1,2- 二溴乙烯、苯甲醚和五氯丙烷的含量

## GCMS-441

**摘要：** 本文采用岛津 GCMS-QP2020 NX 结合 TEKMAR Atomx XYZ 吹扫捕集仪分析生活饮用水中 1,2- 二溴乙烯、苯甲醚和五氯丙烷的含量。在 0.01~1.0  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内线性相关系数均在 0.999 以上。连续 6 针次低浓度标样测试 RSD% 均小于 4%，精密度良好。加标浓度为 0.015  $\mu\text{g/L}$  时，各组分的回收率在 81.3-108.9 % 之间。该方法操作简单，定量数据准确可靠，可应用于环境水中多组分挥发性有机物的检测。

**关键词：** 气相色谱 - 质谱联用仪 吹扫捕集 生活饮用水 挥发性有机物

二溴乙烯和五氯丙烷主要用作防治农作物害虫的有效熏蒸剂，苯甲醚作为有机合成中间体在香料和驱虫剂中有着广泛的应用，这三种物质均可通过废气和废水等方式进入水环境中，对人体产生危害。

我国 GB 5749-202X《生活饮用水卫生标准》征求意见稿中将二溴乙烯、苯甲醚和五氯丙烷列为附录 A 中的检测项目，并规定限值分别为小于 0.00005、0.05 和 0.03  $\text{mg/L}$ 。GB/T 5750.8-202X《生活饮用水标准检验方法 第 8 部分：有机物指标》征求意见稿中给出了这三个组分的分析检测方法，二溴乙烯和五氯丙烷可采用吹扫捕集气质联用法或顶空气相色谱法来检测，

苯甲醚可采用吹扫捕集气质联用法分析。

吹扫捕集具有浓缩倍数高、无溶剂污染、可测定范围宽、灵敏度高等优点，能够有效检测出水中多种挥发性有机物。

本文利用岛津 GCMS 结合吹扫捕集装置，建立了一种生活饮用水中二溴乙烯、苯甲醚和五氯丙烷的分析方法，直接取水样进吹扫捕集仪中，通过高纯氮气将水中的挥发性物质捕集，用气相色谱 - 质谱联用仪测定，内标法定量。该方法简单方便，灵敏度高，可为水中挥发性有机物的检测提供参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气质联用仪：GCMS-QP2020 NX  
TEKMAR Atomx XYZ 吹扫捕集仪

### 1.2 分析条件

吹扫气：高纯氮气	吹扫流速：40 mL/min
吹扫温度：20°C	吹扫时间：11 min
脱附温度：250°C	烘烤温度：280°C
脱附时间：2 min	烘烤时间：2 min

GCMS 条件：

色谱柱：SH-Rtx-624Sil MS (60 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 1.80 $\mu\text{m}$ )	
柱温程序：35°C (3.0 min) _4°C /min _180°C (3.0 min) _30°C /min _250°C (2 min)	
进样口温度：180°C	离子化方式：EI
载气控制方式：恒流	离子源温度：200°C
流量：2.0 mL/min	接口温度：250°C
进样方式：分流进样	检测器电压：调谐电压 +0.3 KV
分流比：10:1	采集模式：FASST，离子信息见表 1

### 1.3 样品前处理

将水样转移至 40 mL 棕色吹扫瓶中，加满至上部无空气，拧紧瓶盖，放入吹扫捕集仪自动进样盘。样品分析时，5 mL 水样被自动吸入吹扫管中并自动添加内标溶液，之后按上述条件进行吹扫并导入 GCMS 分析。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准色谱图

标准色谱图如图 1 所示，化合物相关信息见表 1，化合物质量色谱图见图 2。

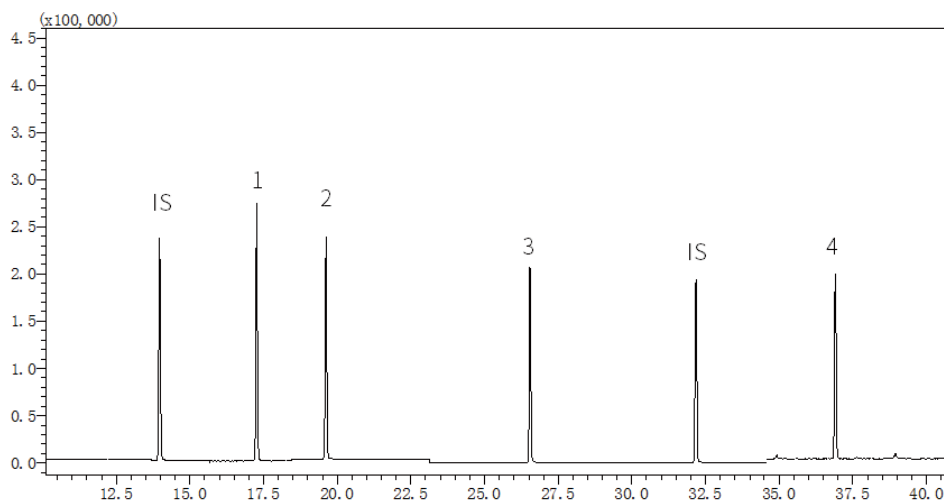
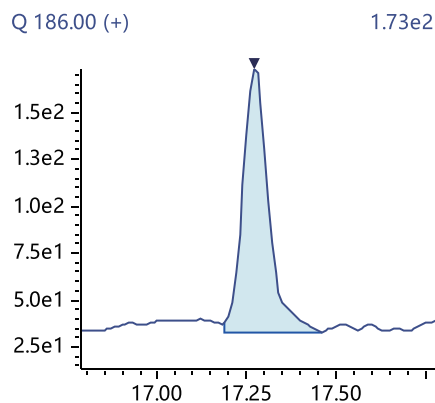


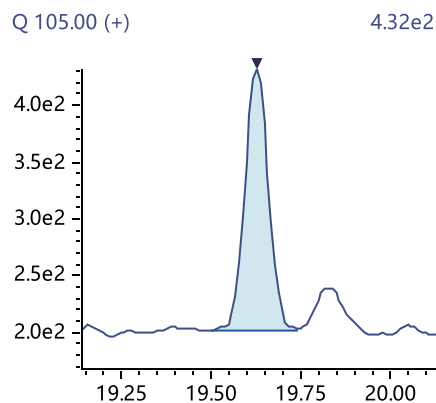
图 1 目标物及 2 种内标色谱图（浓度为 1.0  $\mu\text{g/L}$ ）

表 1 目标物的保留时间及相关信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
IS	氟苯 (内标)	Fluorobenzene	462-06-6	14.045	96	70、50
1	反式 -1,2- 二溴乙烯	trans-1,2-dibromoethylene	540-49-8	17.285	186	105、107
2	顺式 -1,2- 二溴乙烯	cis-1,2-dibromoethylene	540-49-8	19.635	105	186、107
3	苯甲醚	Anisole	100-66-3	26.635	108	78、65
IS	1,2- 二氯苯 -D4 (内标)	1,2-Dichlorobenzene-D4	2199-69-1	32.26	150	152、115
4	五氯丙烷	Pentachloropropane	16714-68-4	36.935	96	83、143



反式 -1,2- 二溴乙烯



顺式 -1,2- 二溴乙烯

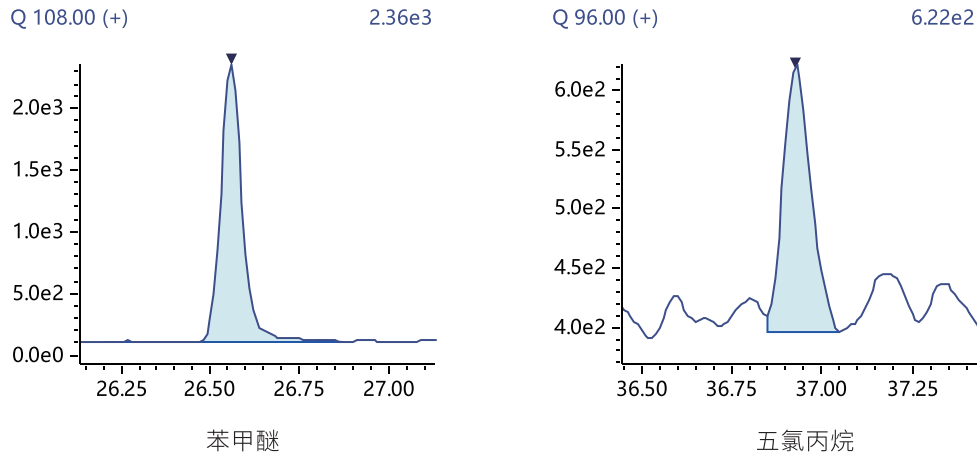


图2 目标物质量色谱图 (浓度为 0.01 µg/L)

## 2.2 标准曲线和检出限

配置目标物浓度为 0.01、0.02、0.05、0.1、0.2、0.5、0.8 和 1.0 µg/L 标准系列，内标浓度为 0.5 µg/L，以浓度比为横坐标，定量离子峰面积比为纵坐标进行线性拟合，各组分标准曲线如下所示，根据最低点标样数据，以 3 倍信噪比 (峰至峰) 计算各组分仪器检出限。各物质标准曲线相关系数及检出限如下表 2 所示：

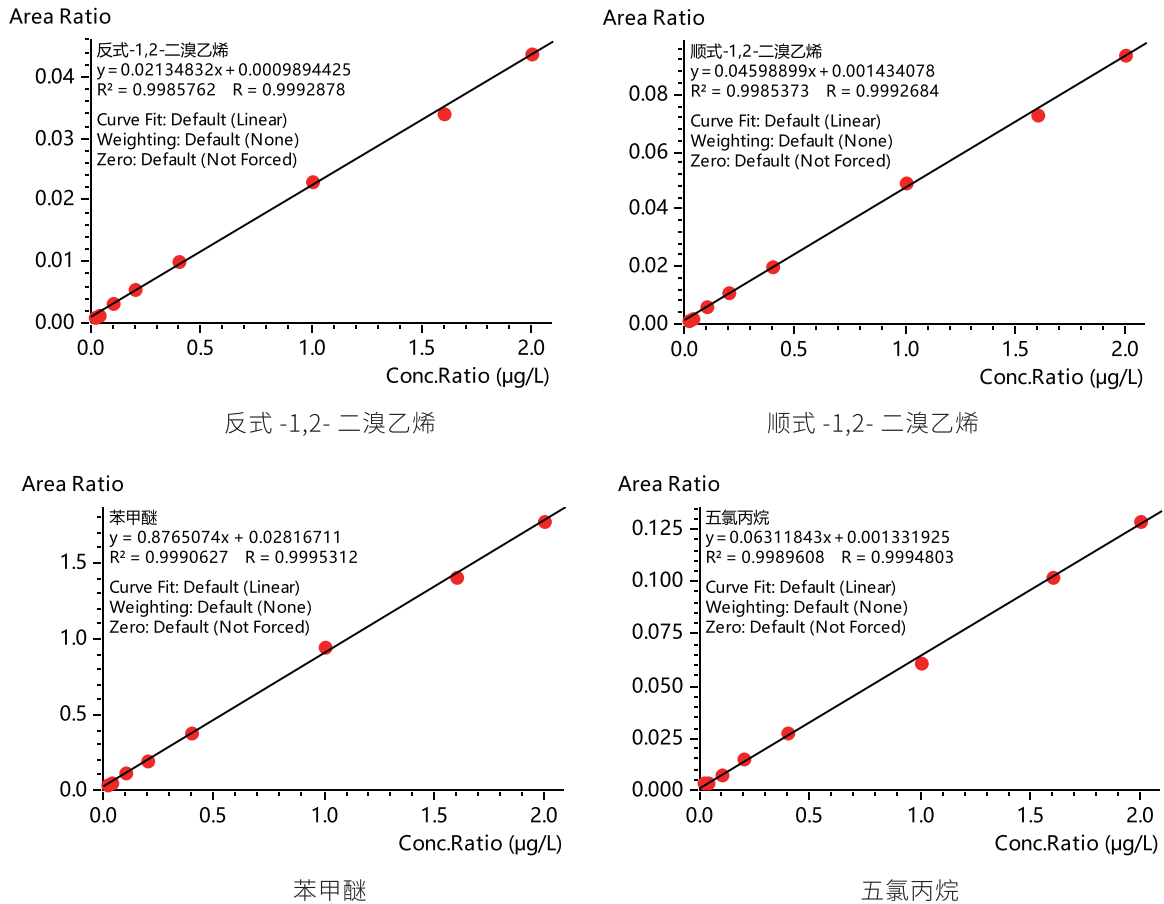


图3 目标物标准曲线

表 2 目标物各组分相关系数、仪器检出限

No.	化合物名称	相关系数	检出限 (ng/L)
1	反式 -1,2- 二溴乙烯	0.9992	0.250
2	顺式 -1,2- 二溴乙烯	0.9992	0.333
3	苯甲醚	0.9995	0.040
4	五氯丙烷	0.9994	2.982

### 2.3 重复性实验

取次低浓度点 0.02  $\mu\text{g/L}$  标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，结果见表 3。

表 3 重复性结果

No.	化合物名称	峰面积比						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	反式 -1,2- 二溴乙烯	555	584	580	583	589	545	3.16
2	顺式 -1,2- 二溴乙烯	1040	1012	1036	1028	1089	1062	2.61
3	苯甲醚	11450	10742	11185	11734	11437	12031	3.89
4	五氯丙烷	1235	1280	1288	1318	1363	1269	3.40

### 2.4 样品加标回收率

在空白样品中添加目标组分标准溶液，添加浓度为 0.015  $\mu\text{g/L}$ ，平行处理 3 份，样品加标测定结果及加标回收率结果见表 4。

表 4 回收率结果

No.	化合物名称	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )			平均回收率 (%)
		1	2	3	
1	反式 -1,2- 二溴乙烯	0.0129	0.0183	0.0111	93.8
2	顺式 -1,2- 二溴乙烯	0.0126	0.0178	0.0145	99.7
3	苯甲醚	0.0123	0.0127	0.0116	81.3
4	五氯丙烷	0.0139	0.0184	0.0167	108.9

### 2.5 实际样品测试

取某实际水样，采用以上方法进行检测，得到样品色谱图，如图 4，水样中未检测出 1,2- 二溴乙烯、苯甲醚和五氯丙烷。

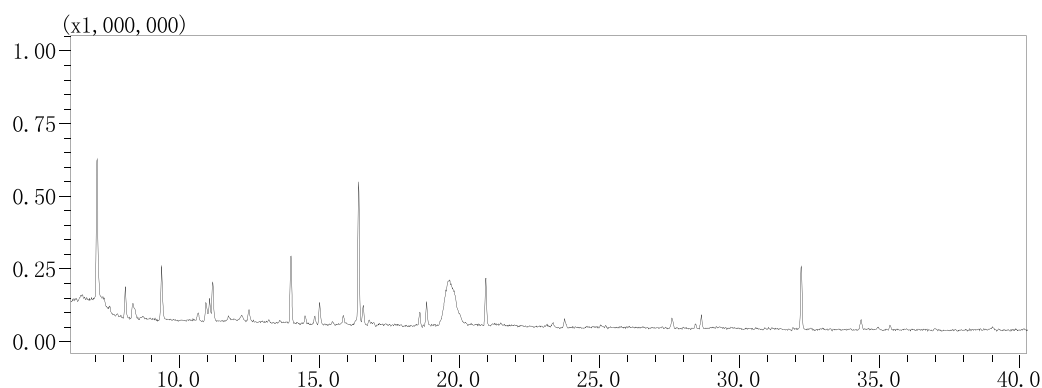


图 4 样品色谱图

## ■ 结论

本方法采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气相色谱 - 质谱联用仪结合 TEKMAR Atomx XYZ 吹扫捕集仪检测生活饮用水中二溴乙烯、苯甲醚和五氯丙烷, 在 0.01~1.0  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内标准曲线线性良好, 相关系数 R 均在 0.999 以上, 检出限在 0.040~2.982  $\text{ng/L}$ 。取校准曲线次低浓度 0.02  $\mu\text{g/L}$  的标准溶液连续进样 6 针, 峰面积 RSD 均小于 4.0 %, 精密度良好。在 0.015  $\mu\text{g/L}$  的空白样品加标水平下, 各组分的回收率在 81.3~108.9 % 之间。该方法简单方便, 灵敏度高, 能够有效检测生活饮用水中二溴乙烯、苯甲醚和五氯丙烷的含量。

岛津应用云

