

GCMS 法结合吹扫捕集进样测定环境水中 1,3- 丁二烯和 1- 溴丙烷的含量

GCMS-592

摘要： 本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪结合 TEKMAR 吹扫捕集仪，建立了环境水中 1,3- 丁二烯和 1- 溴丙烷的测定方法。在 1.0~40 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，两种组分标准曲线线性良好，相关系数 R 均在 0.9995 以上，检出限在 2.99~3.14 $\mu\text{g/L}$ 。取浓度为 1.0 $\mu\text{g/L}$ 混合标准溶液，连续进样 5 针，两种组分峰面积 RSD 均小于 4%，精密度良好。在 1.0 $\mu\text{g/L}$ 的实际样品加标水平下，两种组分的回收率在 71.9~102.4% 之间。该方法操作简单，定量数据准确可靠，可应用于水中多种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

技术特点：

- ❖ 采用吹扫捕集进样方式，样品富集倍数高，提高了检测灵敏度。
- ❖ 采用 SIM 采集方式，有效降低样品基质干扰。

1,3- 丁二烯是制造合成橡胶、合成树脂、尼龙等产品的原料，在我国被大量生产使用，潜在环境暴露程度较高，具有生殖毒性、致突变性和致畸性。1- 溴丙烷主要用于合成医药、农药、染料、香料等，对人体中枢神经系统有抑制作用，可引起肺、肝的损害。这两种物质分别被世界卫生组织国际癌症研究机构列为 1 类、2B 类致癌物。

水中 1,3- 丁二烯和 1- 溴丙烷的检测分析已被国家生态环境部列入《2023 年新污染物环境监测试点工作方案》中。1,3- 丁二烯和 1- 溴丙烷均属于挥发性有机物，相关的前处理技术有固相萃取、液液萃取、

吹扫捕集等，其中，固相萃取和液液萃取需要大量的溶剂且耗时、操作繁琐；吹扫捕集前处理简单方便，无需溶剂提取，且自动化操作，适合高通量的检测。

本文采用岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX 结合吹扫捕集 (P&T) 进样技术，建立了测定环境水中 1,3- 丁二烯和 1- 溴丙烷的分析方法，直接取水样进吹扫捕集仪中，通过高纯氮气将水中的待测组分捕集，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，可为水中挥发性物质的检测提供参考。

实验部分

1.1 仪器

气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2020 NX
TEKMAR Atomx XYZ 吹扫捕集仪

1.2 分析条件

吹扫气：	高纯氦气	脱附温度：	250 $^{\circ}\text{C}$
吹扫温度：	20 $^{\circ}\text{C}$	脱附时间：	2 min
吹扫流速：	40 mL/min	烘烤温度：	280 $^{\circ}\text{C}$
吹扫时间：	11 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 μm)

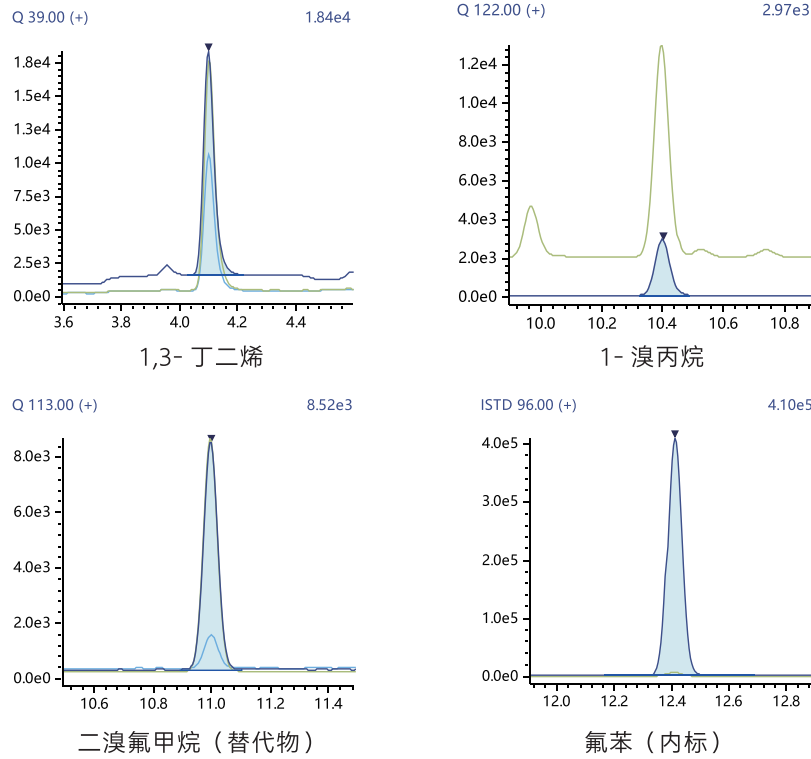


图 2 各组分质量色谱图 (浓度 1.0 µg/L)

2.2 标准曲线

配置 1,3- 丁二烯、1- 溴丙烷和替代物浓度为 1.0、4.0、10、20 和 40 µg/L 标准系列溶液，其中内标浓度为 10 µg/L，以浓度比为横坐标，峰面积比为纵坐标进行线性拟合，各化合物标准曲线如下所示。根据 1.0 µg/L 标样数据，以 3 倍信噪比计算各化合物仪器检出限。各化合物标准曲线相关系数及检出限如下表 2 所示。

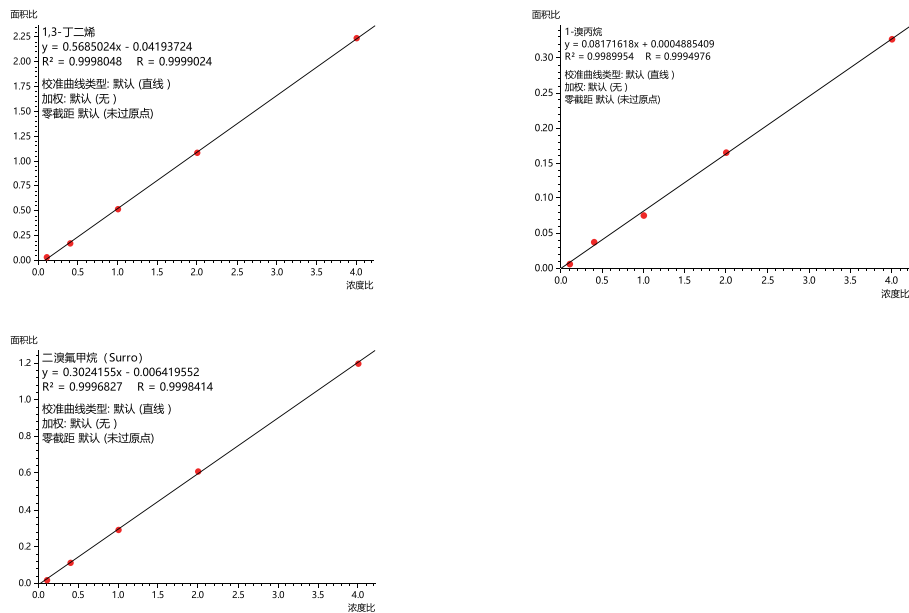


图 3 各组分标准曲线

表 2 目标组分校准曲线相关系数和仪器检出限

No.	化合物名称	相关系数 (R)	仪器检出限 (ng/L)
1	1,3- 丁二烯	0.9999	2.99
2	1- 溴丙烷	0.9995	3.14

2.3 重复性测试

取浓度为 1.0 µg/L 的混合标准品溶液，重复进样 5 次，考察重复性，具体结果见表 3。

表 3 重复性结果

No.	化合物名称	峰面积					RSD(%)
		1	2	3	4	5	
1	1,3- 丁二烯	19292	18992	18833	18974	17925	2.76
2	1- 溴丙烷	1494	1437	1476	1415	1561	3.83

2.4 实际样品与加标回收率测试

取某地区环境水样，按 1.3 方法进行检测，样品中检出 1,3- 丁二烯，未检出 1- 溴丙烷。在此水样中添加目标化合物标准溶液，添加浓度为 1.0 µg/L，平行处理 3 份，实际样品色谱图见图 4，样品加标测定结果及加标回收率结果见表 4。

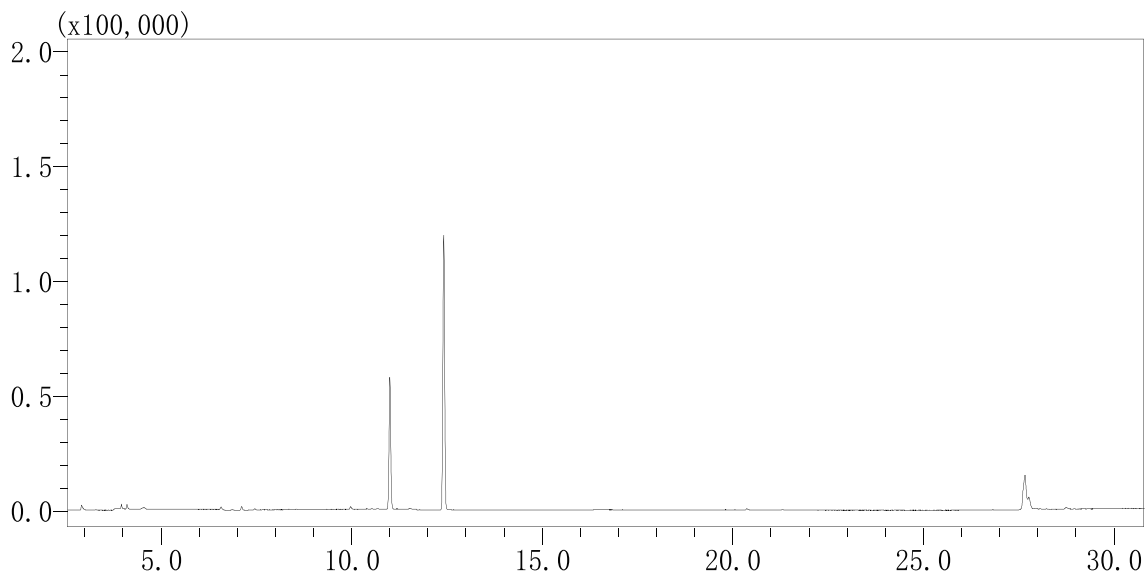


图 4 实际样品色谱图

表 4 实际样品测试结果

No.	化合物名称	样品浓度 (µg/L)	峰面积			平均回收率 (%)
			1	2	3	
1	1,3- 丁二烯	1.40	2.05	2.14	2.17	71.9
2	1- 溴丙烷	N.D.	1.01	1.02	1.05	102.4

注：N.D. 表示未检出

■ 结论

本方法采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪结合 TEKMAR Atomx XYZ 吹扫捕集仪, 建立了环境水中 1,3-丁二烯和 1-溴丙烷两种组分的检测方法。在 1.0~40 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内, 两种组分标准曲线线性良好, 相关系数 R 均在 0.9995 以上, 检出限在 2.99~3.14 ng/L 。取标准曲线最低浓度为 1.0 $\mu\text{g/L}$ 混合标准溶液, 连续进样 5 针, 两种组分峰面积 RSD 均小于 4%, 精密度良好。在 1.0 $\mu\text{g/L}$ 的空白样品加标水平下, 两种组分的回收率在 71.9~102.4% 之间。该方法简单方便, 灵敏度高, 能够有效检测水中 1,3-丁二烯和 1-溴丙烷的含量。

岛津应用云

