

GCMS 法测定生活饮用水中的环氧氯丙烷含量

GCMS-340

摘要： 本文使用岛津公司 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪建立了测定生活饮用水中环氧氯丙烷含量的方法。在浓度范围 0.02~0.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 线性关系良好，相关系数 R^2 为 0.9994 以上。本方法取样量为 1 L，其最低检测质量为 0.005 ng/L。平行检测六份 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标液，峰面积 RSD% 为 0.86%。在 0.05 ng/L 和 0.5 ng/L 的加标浓度下，平均回收率在 104.0%~108.9% 之间。该方法简单方便，灵敏度高，可以很好的满足生活饮用水中环氧氯丙烷含量的监测工作。

关键词： 气相色谱质谱联用仪 生活饮用水 环氧氯丙烷

环氧氯丙烷 (3-氯-1,2-环氧丙烷, ECH) 是一种高毒环氧化合物，具有致突变性、致畸形、致癌性，可被皮肤吸收，刺激皮肤和粘膜。环氧氯丙烷是一种重要的有机化工原料，用于生产环氧树脂、合成甘油等，是中国水质监测有限控制的污染物之一。

在日常生活饮用水中，环氧氯丙烷超标主要是因为水源被环氧氯丙烷污染，或者通过表面附有环氧树脂的管材或树脂排放进入水体中，或者是水絮凝剂中有环氧氯丙烷残留。因此，我国在《地表水环境质量标准》和《生活饮用水卫生标准》中均有

对其提出限量要求，规定环氧氯丙烷的限制为 0.0004 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

生活饮用水卫生标准检验方法 (GB/T 5750-2006) 测定环氧氯丙烷的检测方法为液液萃取气相色谱法，最低检测浓度为 0.02 mg/L，难以满足标准限量要求，且操作繁琐。

本文采用固相萃取对饮用水进行富集浓缩后，利用 GCMS 测定环氧氯丙烷含量，不仅操作简单、灵敏度高，可以完全满足生活饮用水对环氧氯丙烷监测要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2020 NX 气质联用仪

1.2 分析条件

进样口温度：230°C

色谱柱：InterCap Purewax, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

柱温程序：50°C (1 min) \rightarrow 10°C /min \rightarrow 130°C (1 min) \rightarrow 25°C /min \rightarrow 230°C (2 min)

流速控制方式：恒线速度模式 w

线速度：39.7 cm/sec

进样方式：不分流 (1 min)

进样量：1 μL

离子化方式：EI

离子源温度：230°C

色谱质谱接口温度：200°C

检测器电压：调谐电压 +0.2 kV

采集模式：SIM (57、49、62)

■ 样品前处理

依次用 6 mL 甲醇、6 mL 纯水对 C18 小柱进行活化。取水样 1 L，以一定流速在 C18 小柱上进行富集，并对 C18 小柱进行干燥，最后用 6 mL 二氯甲烷进行洗脱两次，合并洗脱液，氮吹浓缩至近干，用二氯甲烷定容至 1 mL，GCMS 检测。

■ 结果与讨论

3.1 标准色谱图

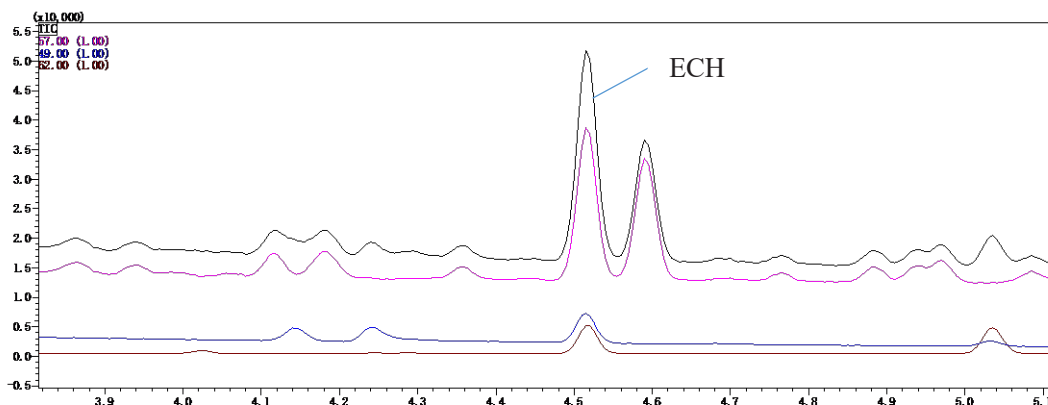


图1 环氧氯丙烷的 TIC 图（浓度：0.1 µg/mL）

3.2 标准曲线、检出限及重复性结果

用二氯甲烷配制 9 个梯度浓度的标准溶液，其浓度分别为 0.02、0.05、0.1、0.2、0.4 和 0.8 µg/mL。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标做标准曲线，标准曲线及色谱图见图 2 所示。根据 0.02 µg/mL 标液数据，以 3 倍信噪比（峰至峰）计算检出限，重复性结果以 0.05 µg/mL 的标样连续进样 6 针峰面积的 RSD 计算。以上结果及线性相关系数如表 1 所示。

表 2 环氧氯丙烷相关系数、检出限量限及重复性结果

No.	组分名称	保留时间 (min)	相关系数 (R^2)	检出限 (ng/L)	RSD (%)
1	环氧氯丙烷	4.53	0.9994	0.005	0.86

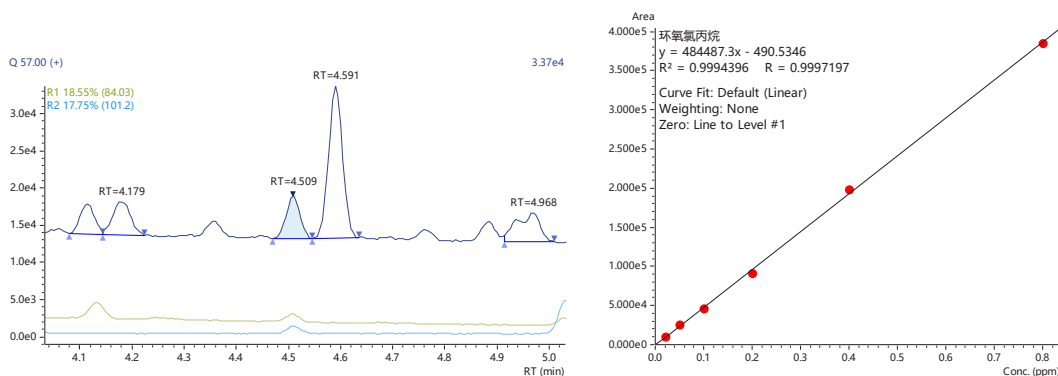


图 2 环氧氯丙烷 MC 图（浓度 0.05 µg/mL）及标准曲线

3.3 加标回收率

将空白饮用水中加入一定量的环氧氯丙烷标准溶液，按照样品前处理方法制备，样品中加标浓度为 0.05 ng/L 及 0.5 ng/L，加标样品分别平行制样 3 次，平均回收率及 3 次平行样品 RSD% 结果见表 2。

表 2 样品加标回收率

No.	组分名称	空白测定值 (ng/L)	加标量 0.05 ng/L		加标量 0.5 ng/L	
			平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	环氧氯丙烷	N.D	108.9	3.46	104.0	1.89

注：N.D 表示未检出

■ 结论

本方法采用固相萃取结合岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪建立了生活饮用水中环氧氯丙烷含量的检测方法。该方法在浓度范围 0.02~0.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 线性关系良好，相关系数 R^2 为 0.9994，其在取样量为 1 L 水时，该方法检出限 (LOD) 在 0.005 ng/L。0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标液连续进样 6 针，其峰面积的 RSD% 为 0.86%。在 0.05 ng/L 及 0.50 ng/L 的加标浓度下，平均回收率在 108.9%~104.0% 之间。该方法操作简单，灵敏度高，检出限低，且适用性强，是一种高效监测饮用水中环氧氯丙烷污染的有效手段。

岛津应用云

