

气相色谱质谱联用法测定水质中五氯酚

GCMS-091

摘要：选择乙酸酐作衍生化试剂，正己烷液 – 液萃取，用气相色谱质谱联用法测定水质中的五氯酚，曲线范围在 4.0 ~ 400 µg/L 之间时，样品测定精密密度、回收率及方法检出限均能满足方法要求。

关键词：气相色谱质谱联用法 水质 五氯酚

五氯酚作为木材防腐剂、杀虫剂及杀真菌剂被广泛使用，范围涉及工商业、农业、水产业及家居生活，其大量使用和不恰当处理，导致了土壤和水资源的污染，已成为一种不可忽视的环境污染物，国际癌症研究机构 (IARC) 将五氯酚 (pentachlorophenol, PCP) 及其钠盐 (Na₂PCP) 列为 2B 类致癌物。美国 EPA 和欧盟已将 PCP 列为优先控制的持久性有机污染物之一。

研究发现五氯酚具有环境内分泌干扰物的活性，能引起人体生殖和发育毒性。中国的“生活饮用水卫生标准”已将五氯酚列为水质监测项目。因此，建立快速、灵敏的水质中五氯酚检测方法，有助于对水体中五氯酚进行有效的监测，保障公众饮水安全，同时对于研究水体中五氯酚暴露对人群健康的影响也具有重要意义。

本实验选择乙酸酐作衍生化试剂，正己烷液 – 液萃取，利用岛津公司的 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 – 质谱联用仪测定水质中五氯酚，线性关系及重复性好，定量准确。

实验部分

1.1 仪器与试剂

日本岛津 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 – 质谱联用仪

恒线速度：44 cm/sec

进样方式：不分流进样

1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-5MS 30 m x 0.25 mm x 0.25 µm

进样量：1 µL

进样口温度：270°C

离子源：EI 源

离子源温度：250°C

色谱柱温度：50°C (1 min)_30°C /min_200°C

色谱 – 质谱接口温度：300°C

_10°C /min_220°C _10°C /min_300°C (5 min)

载气：氦气 (纯度 99.999%)

采用 SCAN 全扫描模式进行定性分析，SIM 选择离子模式，内标法进行定量分析，选择离子见表 1。

载气控制方式：恒线速度

表 1 五氯酚及内标四氯邻甲氧基苯酚衍生物选择离子

序号	化名称	定量离子 (m/z)	参考离子 (m/z)
1	五氯酚(PCP) 乙酸酯	266	268、308
2	四氯邻甲氧基苯酚(TCG) 乙酸酯	262	260、247

样品的制备

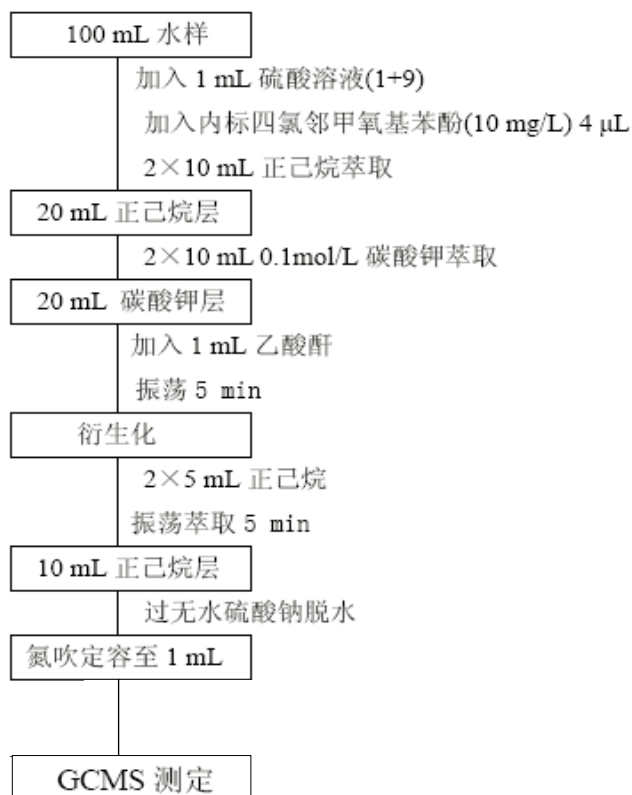


图 1 样品制备流程图

结果讨论

3.1 五氯酚及内标四氯邻甲氧基苯酚衍生物的色谱图

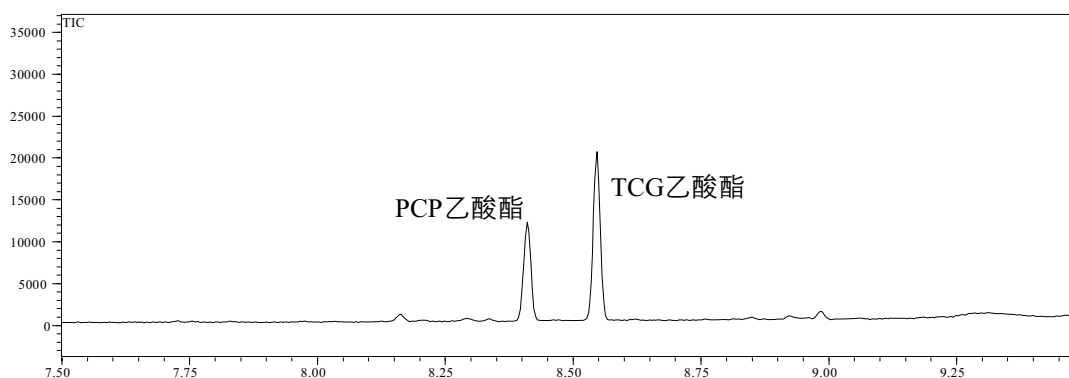


图 2 五氯酚及内标四氯邻甲氧基苯酚衍生物的 TIC 图

3.2 标准曲线

配制五氯酚浓度为 0.004、0.01、0.05、0.1、0.4 mg/L 的系列标准溶液，各系列浓度分别含浓度为 0.04 mg/L 的内标物四氯邻甲氧基苯酚。经衍生化后，SIM 方式采集，得到五氯酚乙酸酯标准曲线如下，相关系数为 0.9991。

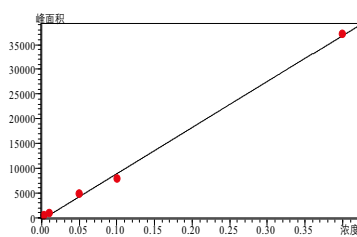


图3 五氯酚乙酸酯标准曲线

3.3 重复性测试

取 0.04 mg/L 的五氯酚乙酸酯标准溶液连续测定 6 次，考察仪器精密度。峰面积的 RSD 为 4.20%，保留时间的 RSD 为 0.01%。重复性结果见表 2。

表2 五氯酚乙酸酯重复性数据

No.	峰面积	保留时间(min)
1	4463	8.412
2	4747	8.411
3	4567	8.412
4	4855	8.411
5	4910	8.412
6	4967	8.411
平均值	4752	8.411
RSD (%)	4.20	0.01

3.4 检出限

以 3 倍信噪比计算五氯酚检出限为 0.0004 mg/L，若取 100 mL 水样分析，检测下限浓度为 0.02 μg/L，完全满足水质标准中规定五氯酚下限 0.04 μg/L 的要求。

3.5 回收率测试

分别取自来水、地表水 1 和地表水 2 各 100 mL，将五氯酚标准溶液添加于三种水样中，添加浓度为 10.0 μg/L，按上述方法进行样品前处理，考察方法回收率。三种水样均未检测出五氯酚，回收率测定结果见表 3。加标水样中五氯酚的回收率均在 80% 以上，完全满足检测的要求。

表3 回收率测定结果

	空白值 (μg/L)	测定值 (μg/L)	回收率 (%)
自来水	-	9.32	93.2
地表水 1	-	8.16	81.6
地表水 2	-	8.43	84.3

结论

选择乙酸酐作衍生化试剂，正己烷液 - 液萃取，利用岛津公司的 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪测定水质中五氯酚，线性关系及重复性好，定量准确，检测下限为 0.02 μg/L，完全满足水质中五氯酚检测的要求。