

# GCMS 法分析环境地表水中的苯胺

## GCMS-145

**摘要：**本文讨论了气相色谱质谱联用法测定环境地表水中的苯胺的方法。水样经二氯甲烷萃取，干燥浓缩定容后直接上机分析。实验结果表明，该方法在 0.01~5 mg/L 的范围内线性良好，检出限达 0.069 pg/L(S/N=3)，重现性好，可用于环境地表水中苯胺的快速监测。

**关键词：**苯胺环境地表水气相色谱质谱联用法

水苯胺是一种具有强烈刺激性气味的无色透明油状液体，是生产农药和染料的重要原料之一。研究表明，苯胺会在人体中代谢生成苯基羟胺，后者具有很强的高铁血红蛋白结合能力，使血红蛋白失去携氧能力，机体缺氧、溶血，引起中枢神经系统、心血管系统和其他脏器损伤。

2012 年 12 月 31 日，山西长治市潞安市山西天脊煤化工集团股份有限公司发生了苯胺泄漏事故，造成严重污染，并威胁到下游河北邯郸、河南安阳等城市的饮用水水源。

国标 GB/T 5750.9-2006 规定，采用气相色谱法检测环境水中的苯胺，最低检测浓度为 20  $\mu\text{g/L}$ 。本文建立了气相色谱质谱联用法测定环境地表水中苯胺的方法。方法在 0.01~5 mg/L 的范围内线性良好，回收率在 90~102% 之间，重现性好，检出限达 0.069 pg/L(S/N=3)，能够快速、准确地测定环境地表水中苯胺。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 GCMS-QP2010 Ultra 气质联用仪

### 1.2 分析条件

色谱柱: Rxi-5Sil MS, 30 m  $\times$  0.25 mm  $\times$  0.25  $\mu\text{m}$

## 结果讨论

### 2.1 色谱图

配制浓度为 500  $\mu\text{g/L}$  的苯胺标准溶液，参照上述条件进行采集，得到的色谱图如下。

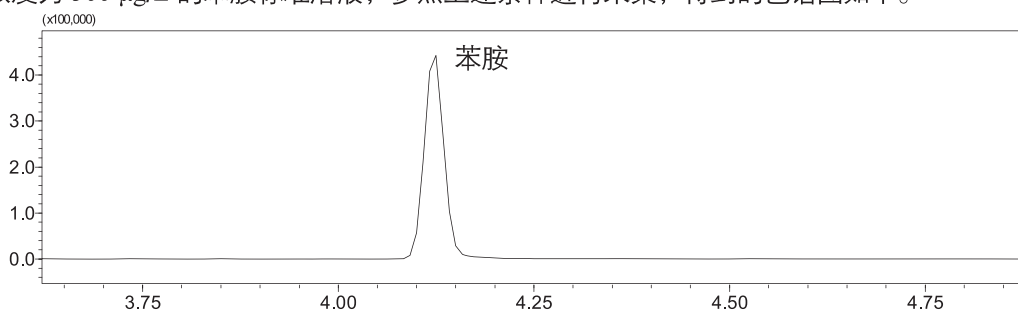


图 1 苯胺标准溶液的总离子流图 (浓度 500  $\mu\text{g/L}$ )

进样口温度: 250 $^{\circ}\text{C}$   
进样方式: 不分流进样 (1 min)  
高压进样: 250 kPa(1 min)  
柱温程序: 45 $^{\circ}\text{C}$  /min(1 min)\_130 $^{\circ}\text{C}$  (0 min)  
                  \_12 $^{\circ}\text{C}$  /min\_300 $^{\circ}\text{C}$  (2 min)  
恒线速度: 33 cm/sec  
进样量: 1  $\mu\text{L}$   
离子化方式: EI  
离子源温度: 200 $^{\circ}\text{C}$   
色谱 - 质谱接口温度: 240 $^{\circ}\text{C}$   
溶剂延迟时间: 3 min  
采集方式: FASST (SCAN/SIM 同时采集)  
扫描范围: m/z 35~270

### 1.3 样品制备

将 1 L 水样加入到 2 L 分液漏斗中，加入氢氧化钠溶液调节 pH 值到 9~10。加入 30 mL 二氯甲烷，振摇 10min，萃取时放气释放压力。从分液漏斗中放出有机相，重复以上步骤两次，将萃取液合并于锥形瓶中

将萃取液用无水硫酸钠干燥，并用旋转蒸发仪浓缩至 2 mL。在 40 $^{\circ}\text{C}$  下用高纯氮气将其吹至近 1.0 mL 左右，用二氯甲烷定容至 1.0 mL，待测。

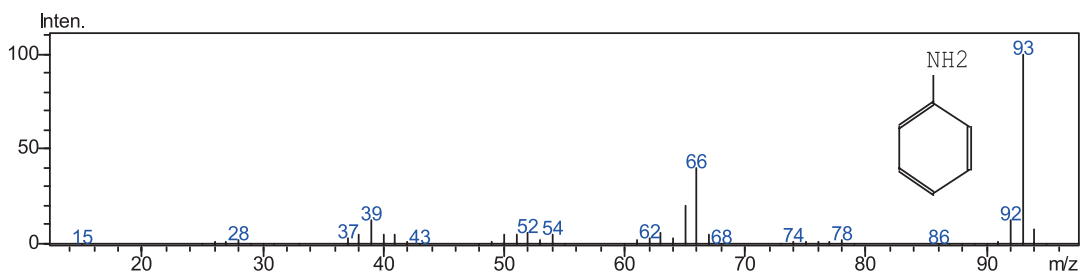


图2 苯胺的标准质谱图

### 2.2 线性范围、重复性、回收率及检出限

分别配制浓度为 0.01、0.1、0.5、1、5 mg/L 的苯胺标准溶液。参照上述仪器条件进行采集。以浓度作为横坐标，峰面积作为纵坐标，绘制标准曲线如图 3 所示，相关系数  $r$  为 0.9998。

以三倍噪音比计算苯胺的检出限为 0.069  $\mu\text{g/L}$ ，以十倍噪音比计算苯胺的定量限为 0.207  $\mu\text{g/L}$ 。

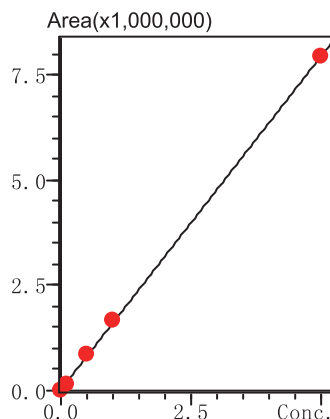


图3 苯胺的校准工作曲线 (线性范围 0.01~5 mg/L)

### 2.3 重现性测试

取 0.01 mg/L 的苯胺标准溶液，连续测定 6 次，考察仪器精密度，重复性结果如下：

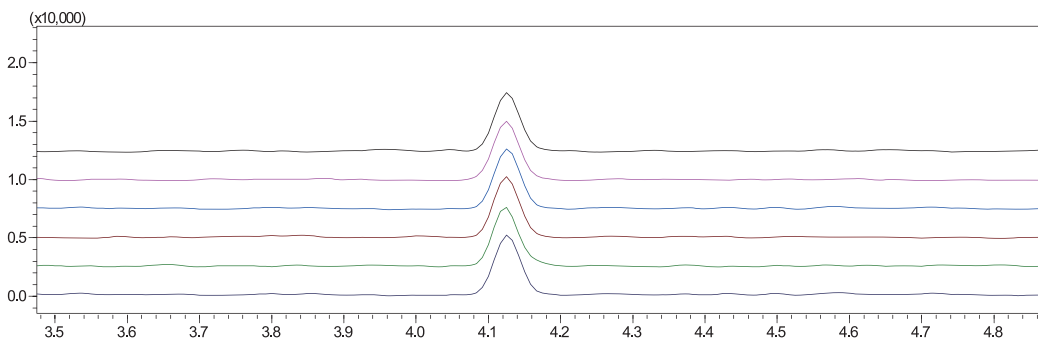


图4 苯胺标准溶液的重现性结果 (浓度 0.01 mg/L, n=6)

表1 苯胺标准品溶液的重现性结果 (浓度 0.01 mg/L, n=6)

	1	2	3	4	5	6	RSD (%)
峰面积	15798	14540	15088	14709	14644	15064	1.70
保留时间	4.122	4.121	4.122	4.120	4.120	4.120	0.02

### 2.4 回收率测试

取 1L 空白水样，加入苯胺标准品溶液，加标浓度分别为 0.01 和 0.1  $\mu\text{g/L}$ ，平行处理 3 份，回收率结果见表 2。

表 2 加标回收率结果

加标量 (µg/L)	回收率 (%)			平均值 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
0.01	90.4	97.6	93.3	93.8	3.86
0.1	101.2	96.3	95.5	97.7	3.16

## ■ 结论

采用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 测定环境地表水样中的苯胺，具有线性范围宽，灵敏度高，重现性好等特点。