

# GCMS 结合吹扫捕集自动 - 进样器测定生活饮用水中乙腈含量

GCMS-164

**摘要：** 本文利用 CDS7000E 吹扫捕集自动进样器，结合 GCMS-QP2010 Ultra 气质联用仪，建立了饮用水中乙腈的测定方法。在标准曲线浓度范围内各组分线性关系良好，相关系数  $r$  大于 0.999；峰面积重现性良好，RSD 小于 5%。该方法可用于饮用水中乙腈的快速定性定量测定。

**关键词：** 吹扫捕集自动进样器 气相色谱质谱联用仪 生活饮用水

乙腈，无色易燃液体，有刺激性气味，其蒸汽与空气可形成爆炸性混合物，遇明火、高热或与氧化剂接触，有引起燃烧爆炸的危险。乙腈最主要的用途是作溶剂，如作为抽提丁二烯的溶剂，合成纤维的溶剂和某些特殊涂料的溶剂。在石油工业中用于从石油烃中除去焦油、酚等物质的溶剂。在油脂工业中用作从动植物油中抽提脂肪酸的溶剂，在医药上用于甾族类药物的再结晶的反应介质。乙腈可通过多种方式进入人体产生急性中毒，严重者呼吸及循环系统紊乱，呼吸浅、慢而不规则，血

压下降，脉搏细而慢，体温下降，阵发性抽搐，昏迷，可有尿频、蛋白尿等。因此为了保障生活饮用水的安全，需要进行乙腈的检测和控制。

常见的乙腈检测方法主要有直接进样法、顶空 - 气相色谱质谱联用法、吹扫捕集 - 气相色谱质谱法等。

吹扫捕集利用气体进样，不需要进行有机溶剂萃取等前处理，且分析速度快。本文建立了一种吹扫捕集进样测定生活饮用水中乙腈含量的方法，该方法操作简单，灵敏度高，检出限低，适用性强。

## 实验部分

### 1.1 仪器

CDS7000E 吹扫捕集仪

CDS7400 自动进样器

GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪

### 1.2 分析条件

CDS7000E 条件：

捕集阱：Vocarb 3000

干吹：40 °C，2 min

解析预热温度：245 °C

解析：250 °C，2 min

烘焙：260 °C，10 min

除水阱：

就绪：40 °C

烘焙：260 °C，10 min

样品量：5 mL

吹扫流量：40 mL/min

吹扫时间：11 min

GCMS 条件：

色谱柱：Rtx-624，60 m × 0.32 mm × 1.8 μm

柱温程序：40 °C (1 min)\_10 °C /min\_ 200 °C (10 min)

进样方式：不分流

载气：氦气

载气控制方式：恒线速度，44.4 cm/sec

接口温度：220 °C

离子源温度：220 °C

离子化方式：EI

采集方式：SIM

### 1.3 样品前处理

将样品直接注满进样瓶密封，待测。

## 结果讨论

### 2.1 标准谱图

乙腈标准溶液总离子流图如图 1 所示。

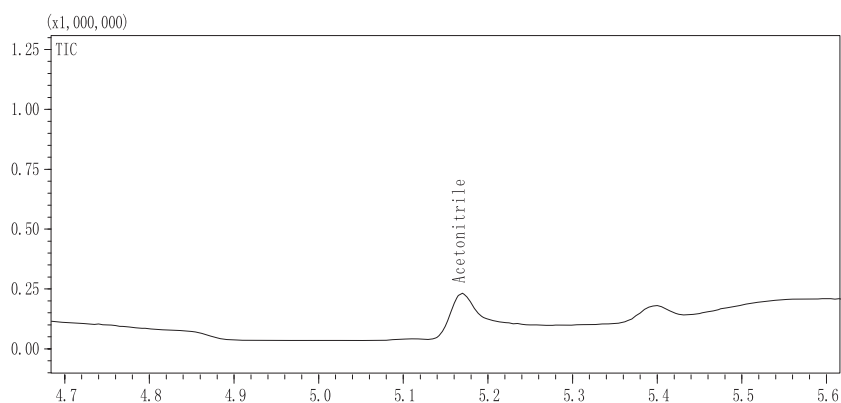


图1 乙腈标液总离子流图(1 µg/L)

表1 乙腈保留时间和定量、定性离子

No.	名称	英文名称	CAS#	保留时间(min)	定量离子	参考离子
1	乙腈	acetonitrile	75-05-8	5.170	41	39, 40

## 2.2 标准曲线及相关系数

使用超纯水配制乙腈标准溶液，浓度分别为 1、5、10、25、50 µg/L，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，制作标准曲线，见图 2。以 1 µg/L 标准溶液响应值计算仪器检出限（3 倍信噪比），结果如表示所示。

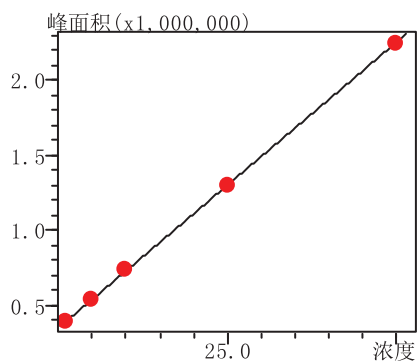


图2 乙腈标准曲线

表2 相关系数及检出限

No.	组分名称	相关系数	检出限 (µg/L)
1	乙腈	0.999	0.017

## 2.3 回收率

取自来水进行回收率试验，加标浓度为 10 µg/L，按照样品前处理方法平行制备 3 份，进样分析，平均回收率和 RSD% 结果见表 3。

表3 样品加标回收率结果

No.	组分名称	平均回收率	RSD%
1	乙腈	107.35	0.80

## 2.4 样品测定结果

取适量自来水，依照前处理方法处理后进样分析，定量结果如下表 4 所示。

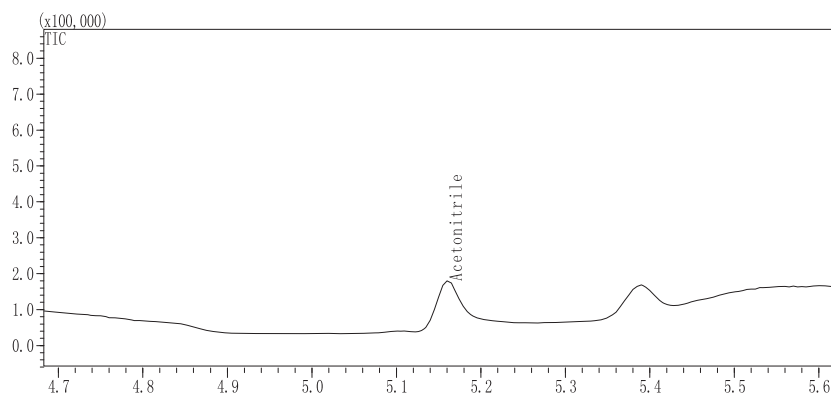


图3 实际样品测试谱图

表4 实际样品定量结果

No.	组分名称	定量结果( $\mu\text{g/L}$ )
1	乙腈	4.09

## 结论

采用 CDS7000E 吹扫捕集自动进样器结合气相色谱质谱联用仪 (GCMS-QP2010 Ultra) 分析生活饮用水中乙腈的含量, 方法操作简单, 在 1~50  $\mu\text{g/L}$  标准曲线范围内线性良好, 样品加标回收率为 107.35%, 完全满足日常的乙腈分析检测要求。实验结果表明, 利用 CDS7000E 吹扫捕集自动进样器结合气相色谱质谱联用仪 (GCMS-QP2010 Ultra) 能够较好的用于生活饮用水中乙腈的定性定量检测。