

GC × GC-qMS 法定性筛查环境水中的有机污染物

GCMS-167

摘要: 建立了岛津 GC × GC-qMS 定性筛查环境水中有机污染物的分析方法, 并对某环境水样及其加标进行了分析, 得到了其 GC × GC 二维轮廓图。分析结果表明, GC × GC-qMS 具有高峰容量、高灵敏度、高分辨率等特点, 能够将环境体系中的痕量有机污染物与基质分离。

关键词: 全二维气相色谱质谱联用法 环境水 定性分析

据统计, 在人类的生产和生活活动中, 已产生数千种化学污染物, 由此导致环境污染。近年来, 一些新型的有机污染物逐渐引起人们的关注。这些新型有机污染物包括一直使用但未引起关注的化合物, 如磷酸酯阻燃剂、十溴联苯乙烷, 也包括有机物经过一段环境历程而形成的降解或代谢产物, 如羟基化多溴联苯醚。由于污染物的浓度较低, 环境体系的基质又很复杂, 因此, 使用传统气质联用仪在全扫描模式下很难将痕量的有机污染物从复杂的样品基质中鉴定出。

全二维气相色谱 (GC × GC) 是将分离机理不同

而又相互独立的两根色谱柱以串联的方式结合成二维气相色谱, 具有高峰容量、高灵敏度、高分辨率等特点。全二维气相色谱能够将环境体系中的痕量有机污染物与基质分离, 结合质谱能够自动识别定性, 因此, GC × GC-qMS 是研究痕量污染物的有力工具。

本文采用岛津全二维气相色谱质谱联用系统 (GC × GC-qMS) 分析某地表水及其加标样品。分析结果表明, GC × GC-qMS 分析结果提供了比一维 GCMS 更多的信息量, 不但可以反映水体的污染水平, 而且可以从中发现新型的环境污染物。

实验部分

1.1 仪器

全二维气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2010 Ultra (GC × GC-qMS)

1.2 GCMS 分析条件

GC 条件

色谱柱一: Rxi-5 Sil MS, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm;

色谱柱二: BPX-50, 2.5 m × 0.1 mm × 0.1 μm

柱温程序: 60°C (2 min)_3°C /min_320°C (15 min)

载气: 高纯氦气

载气控制方式: 恒压 330 kPa

进样口温度: 250°C

调制周期: 5 sec

进样方式: 不分流进样 (1 min)

进样量: 1 μL

MS 条件

离子化方式: EI

离子源温度: 230°C

接口温度: 280°C

溶剂延迟时间: 10 min

采集方式: 全扫描 Scan

质量范围: 50~450 amu

扫描速度: 20000 amu/Sec

1.3 样品制备

取 500 mL 地表水样品, 通过 C18 固相萃取小柱富集, 二氯甲烷洗脱并浓缩至 0.5 mL, 上机分析。

结果讨论

2.1 某地表水的分析结果

采用 GC × GC-qMS 对该水样进行分析, 得到的二维轮廓图如图 1 所示。其中, 横坐标为第一根色谱柱上的保留时间, 纵坐标为第二根色谱柱上的保留时间。

结合对照 Nist11 谱库进行对照, 定性出该地表水的主要污染物为工业化学品。除此之外, 药物、胆固醇及其降解产物也有检出。相对常规 GCMS, GC × GC-qMS 提供了信息量更多的多维图像信息, 利用其建立环境水样的指纹图谱, 可反映水体污染的整体状况。

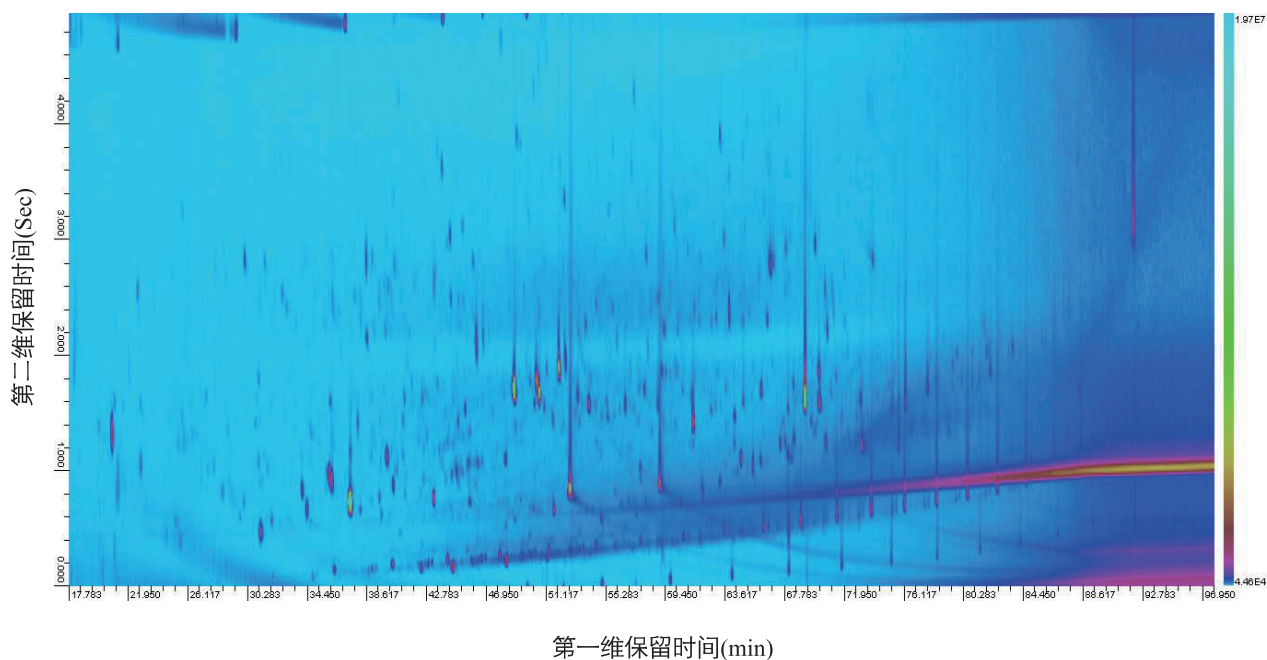


图1 某地表水的二维轮廓图

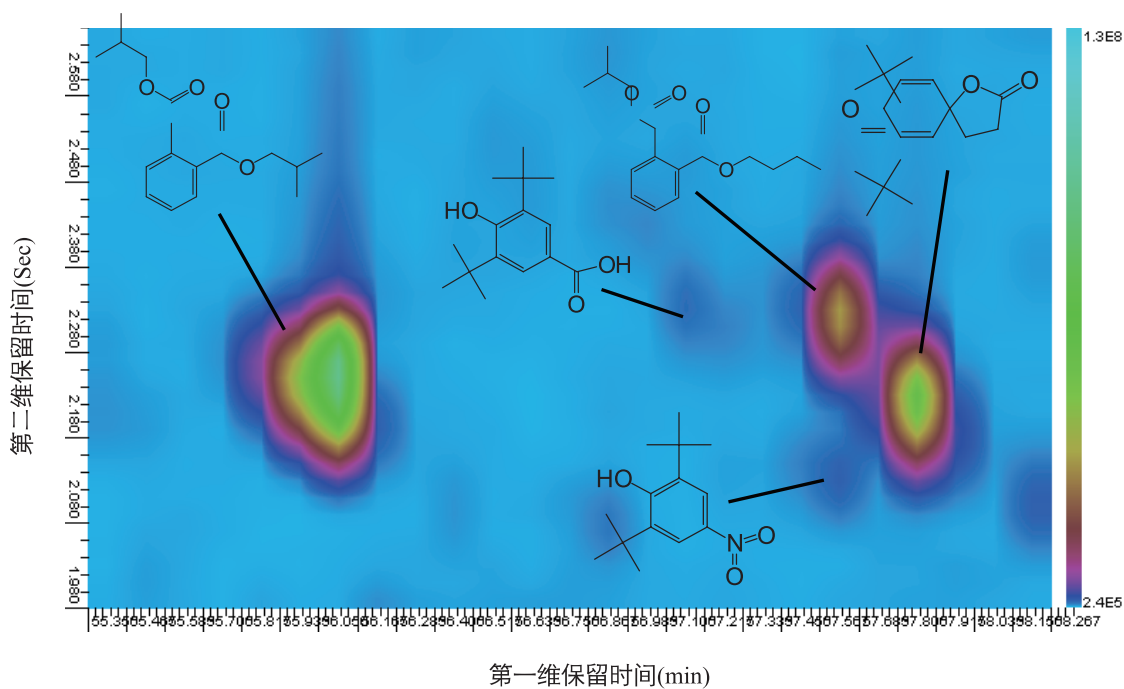


图2 部分放大的谱图

2.2 某地表水加标的分析结果

往该地表水中加入一定量多环芳烃、有机氯农药和多氯联苯的混合标准溶液，加标浓度 50 ng/L。参照方法 1.3 的步骤进行处理，最后得到 GC×GC 二维轮廓图如图 2 所示。其中，红色 Blob 为多环芳烃、黄色 Blob 为有机氯农药、绿色 Blob 为多氯联苯。

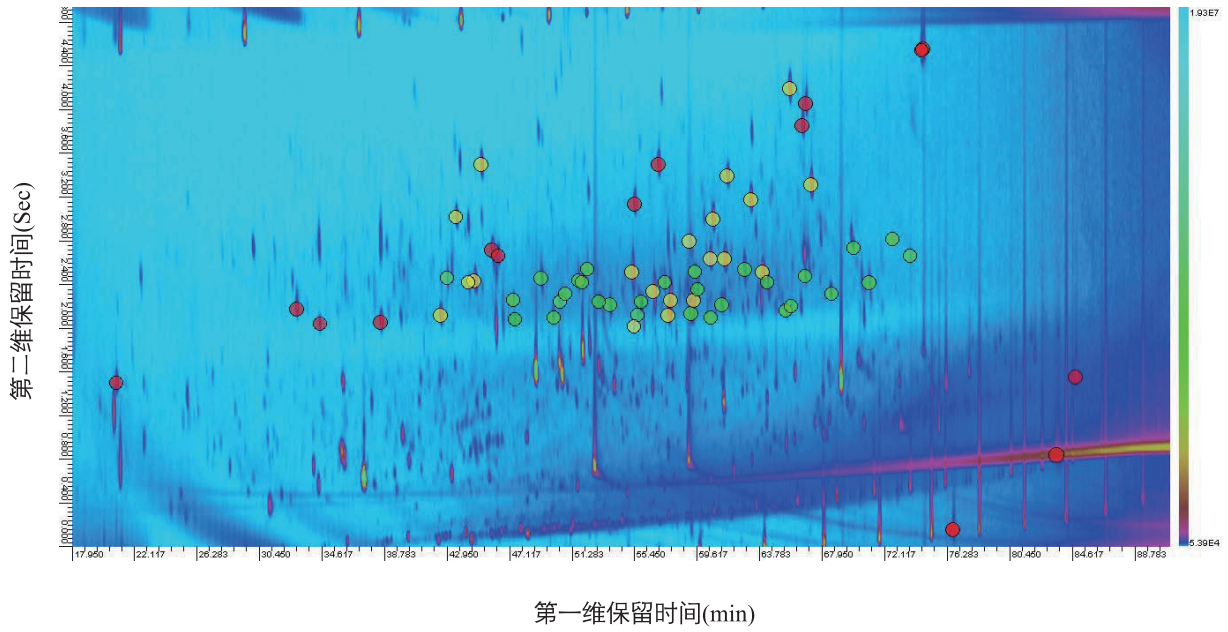


图3 地表水加标的二维轮廓图

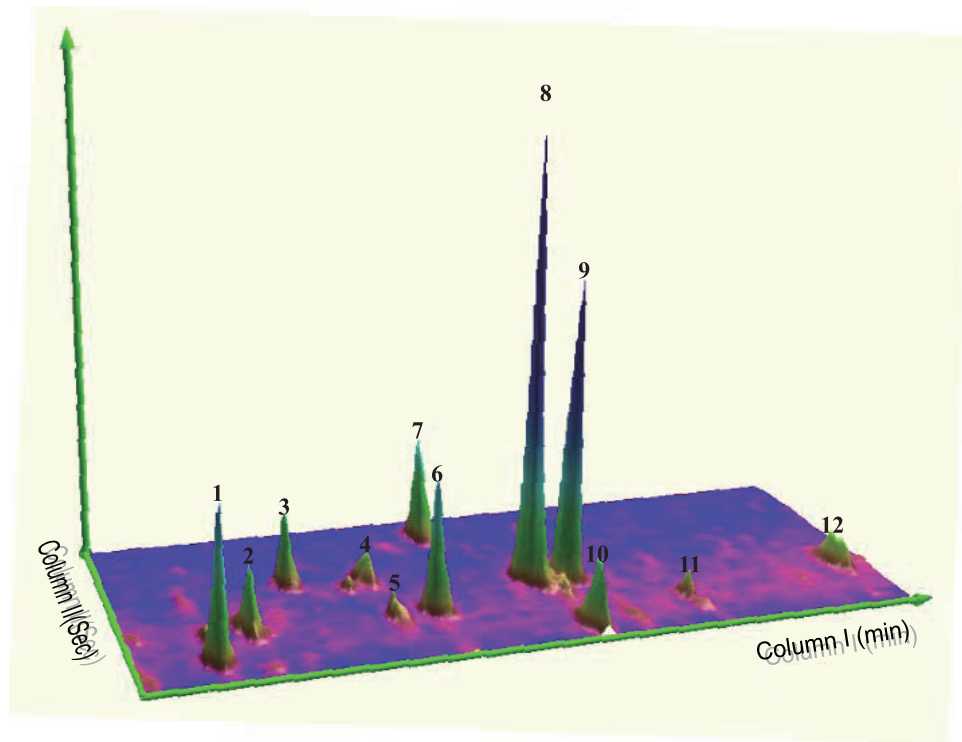


图4 地表水加标的三维色谱图

表1 组分名称及CAS号

No.	中文名称	英文名称	CAS号
1	α -六六六	α -BHC	319-84-6
2	2,3-二氯联苯	2,3-Dichlorobiphenyl	16605-91-7
3	β -六六六	β -BHC	319-85-7
4	磷酸三(2-氯乙基)酯	Tri(2-chloroethyl) phosphate	115-96-8
5	阿特拉津	Atrazine	1912-24-9
6	γ -六六六	γ -BHC	58-89-9
7	δ -六六六	δ -BHC	319-86-8
8	菲	Phenanthrene	85-01-8
9	蒽	Anthracene	120-12-7
10	磷酸三(1-氯-2-丙基)酯	Tris(2-chloroisopropyl)phosphate	13674-84-5
11	2,2',5-三氯联苯	2,2',5-Trichlorobiphenyl	37680-65-2
12	2,3',5-三氯联苯	2,3',5-Trichlorobiphenyl	38444-81-4

结论

由于环境介质的组成具有多样性和复杂性，对准确性定量分析其中的痕量污染物带来了很大的挑战。而岛津GC×GC-qMS具有卓越的分離能力和灵敏度，能够将痕量的有机污染物与基质分离，在新型污染物筛查定性等方面具有广阔的应用前景。