

GC-FPD(锡滤光片)测定水中的氯化三丁基锡

GC-021

摘要：有机锡化合物广泛用于工业、农业等领域，其具有脂溶性。水体中的有机锡化合物能通过生物体富集，经过食物链进入人体，对人体健康造成危害。本文建立了水中氯化三丁基锡的GC-FPD检测方法。以硼氢化钾为衍生化试剂，氯化三丁基锡在一定酸度条件下被还原为氢化三丁基锡，采用固相微萃取(SPME)进行萃取，在气相色谱仪进样口解吸并进行GC-FPD(锡滤光片)检测。

有机锡化合物可作为杀虫剂、除草剂、纺织品防霉剂以及海洋船只防污涂料，广泛用于工业、农业等领域。有机锡化合物具有脂溶性，易进入生物体，在生物体内富集，能引起雌性软体动物变性、哺乳动物生殖毒性，对人体神经系统、胆管、肝脏、皮肤和内分泌系统均有毒害和影响。在地表水环境中，有机锡主要有两大来源：一是作为船舶防污涂料。有机锡作为船舶防污涂料的广泛使用，造成了全球范围内水域的普遍污染；另一重要来源是作为聚氯乙烯(PVC)的热稳定剂。聚氯乙烯塑料制品被广泛用于人类日常生活如自来水管材等，在一定条件下，有机锡化合物会从聚氯乙烯中析出从而污染水环境。水体中的有机锡化合物通过生物体的富集，经食物链进入人体，对人体健康造成危害。基于氯化三丁基锡的高毒性特征，对其在环境中残留的检测一直是一项非常重要的内容。因此，加强水中有机锡化合物的监测，对于保证水质安全具有重要的意义。

本实验以硼氢化钾为衍生化试剂，采用SPME进行萃取，建立了GC-FPD检测水中氯化三丁基锡的检测方法。

实验部分

1.1 样品前处理

取水样于固相微萃取瓶中，加入XX mL氯化三丁基锡样品、pH=6.0 NaAC-HAC缓冲溶液及3% KBH_4 水溶液，盖上塞子，将固相微萃取针头(Carbowax/Divinylbenzene)插入瓶中，针头置于液面以上空间，萃取15分钟，然后将萃取头插入GC进样口解吸并检测。做空白分析时，不加有机锡样品，其他步骤一样。

1.2 仪器

GC-2010(FPD, 锡滤光片)

1.3 分析条件

进样口：230℃

进样方式：分流(50:1)

载气： N_2 (恒线速度)

色谱柱：DB-1(30 m×0.25 mm×0.25 μm)

柱温：100℃ 5℃/min 160℃ 30℃/min

250℃(5 min)

柱流量：1.36 mL/min

FPD温度：250℃

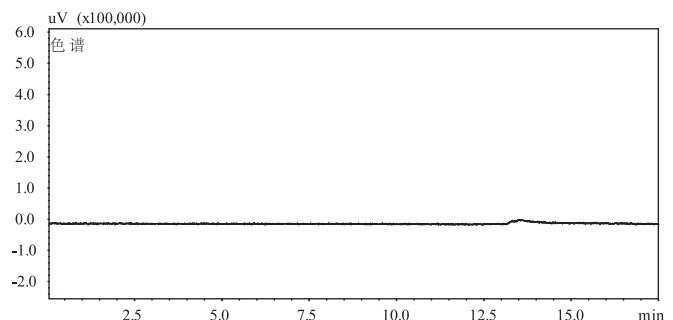
氢气流量：80 mL/min

空气流量：120 mL/min

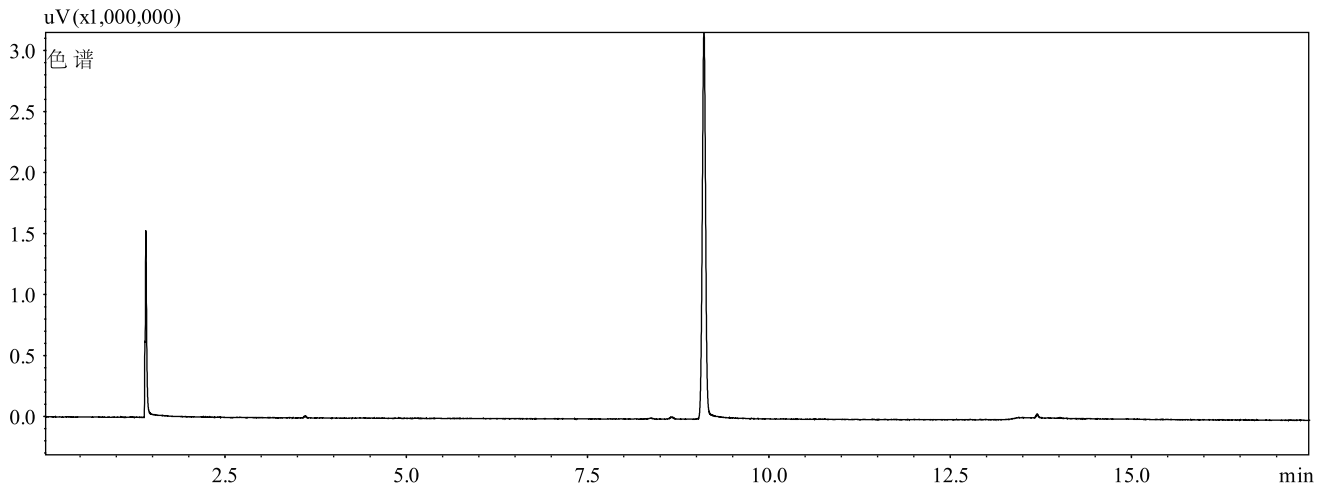
分析结果

氯化三丁基锡在一定酸度条件下可被硼氢化钾还原为具有挥发性的氢化三丁基锡，采用固相微萃取技术萃取产生的氢化三丁基锡。

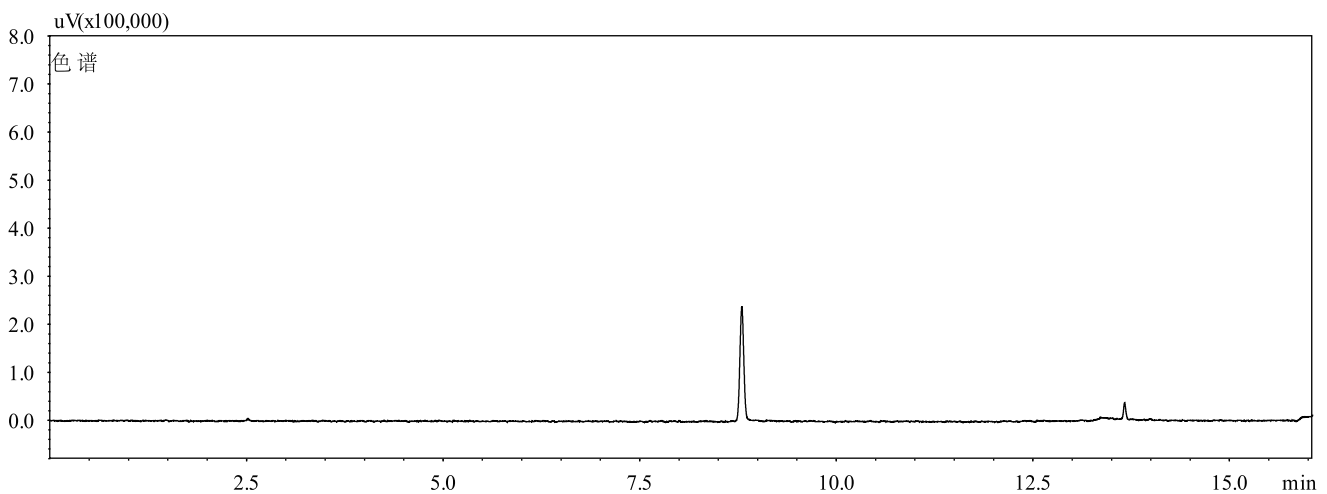
空白分析谱图：



氯化三丁基锡(RT=9.105 min)标样的谱图:



水样中添加氯化三丁基锡,并经过衍生化后的分析谱图:



对0.2 $\mu\text{g/mL}$ 氯化三丁基标样的衍生物平行进样5次,考察峰面积重现性,得到RSD为4.92%,重现性良好。

检出限定义为信噪比为3时所能检测到的浓度,在本实验中,目标物的检出限为0.36 ng/mL 。

在水样中添加0.2 $\mu\text{g/mL}$ 的氯化三丁基标样进行回收率实验,回收率结果为93.5%,结果令人满意。

结论

建立了GC-FPD(锡滤光片)检测水中有机锡的检测方法,该方法较为简单、快速,重现性良好,回收率结果令人满意,能满足日常分析的需求。