

# GCMSMS 测定土壤中 5 种液晶单体化合物含量

## GCMSMS-293

**摘要：** 本文采用超声提取和 SPE 净化方式，结合岛津三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8050 NX，建立了土壤样品中 5 种液晶单体化合物含量的检测方法。在 1~20  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内，5 种化合物线性良好；取 5  $\mu\text{g/L}$  混合标准溶液连续 6 次进样，5 种化合物峰面积 RSD 值均小于 5%，重复性良好；样品加标测试，回收率达到 103.58%~113.03%。方法满足实验室对化合物精确量化的要求。

**关键词：** 三重四极杆气质联用仪 土壤 液晶单体化合物

### 技术特点：

- ❖ 土壤样品经溶剂提取，经 SPE 净化，能有效去除基质中绝大部分杂质。
- ❖ 采用 MRM 采集方式，有效去除土壤样品中的基质干扰，提高检测灵敏度。

液晶单体化合物 (LCMs) 是一类以二苯基或环烷基为主要骨架的化合物，具有“液晶”性质，因此被作为显示材料广泛用于液晶屏幕的生产。在液晶屏幕生产、使用、处置和回收过程中，LCMs 可能会迁移到环境中。有研究表明，这些液晶单体化合物具有与多溴联苯、多溴联苯醚这类传统 POPs 物质相似的残留特性<sup>[1]</sup>，是生态环境和人体健康的潜在威胁。

随着电子产品消费量的快速增长，这种新型的环境污染物正逐步承认人体健康和环境安全的风险

物质。目前对于液晶单体化合物环境分布特征和暴露风险研究尚处于初步阶段，因此有必要建立一套环境样品中液晶单体化合物的检测方法，为 LCMs 的暴露风险研究提供基础依据。

本文参考国内外文献，采用超声提取和 SPE 净化方式，结合岛津三重四极杆质谱仪 GCMS-TQ8050 NX，建立了土壤样品中 5 种液晶单体化合物的前处理和仪器分析方法，并进行了方法学验证。方法可靠，可为土壤中 5 种液晶单体的检测提供参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

三重四极杆气质联用仪：GCMS-TQ8050 NX

### 1.2 分析条件

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

柱温程序：50°C (1 min)\_30°C /min\_290°C (10 min)

进样口温度：250°C

离子源温度：230°C

载气控制模式：恒线速度

接口温度：290°C

线速度：39.7 cm/sec

采集模式：MRM，离子对信息考表 1

进样方式：不分流进样

检测器电压：调谐电压 +0.3 kV

进样量：1.0  $\mu\text{L}$

## ■ 样品前处理

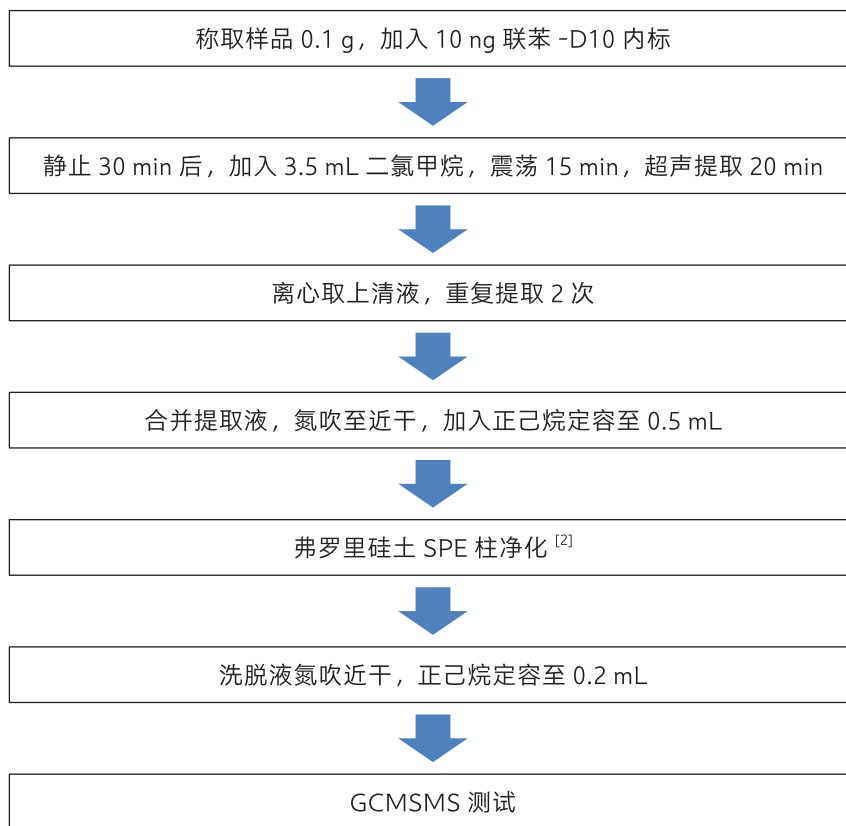


图 1 前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准品色谱图

5 种 LCMs 以及联苯 -D10 内标物混合标准溶液色谱图见图 2。

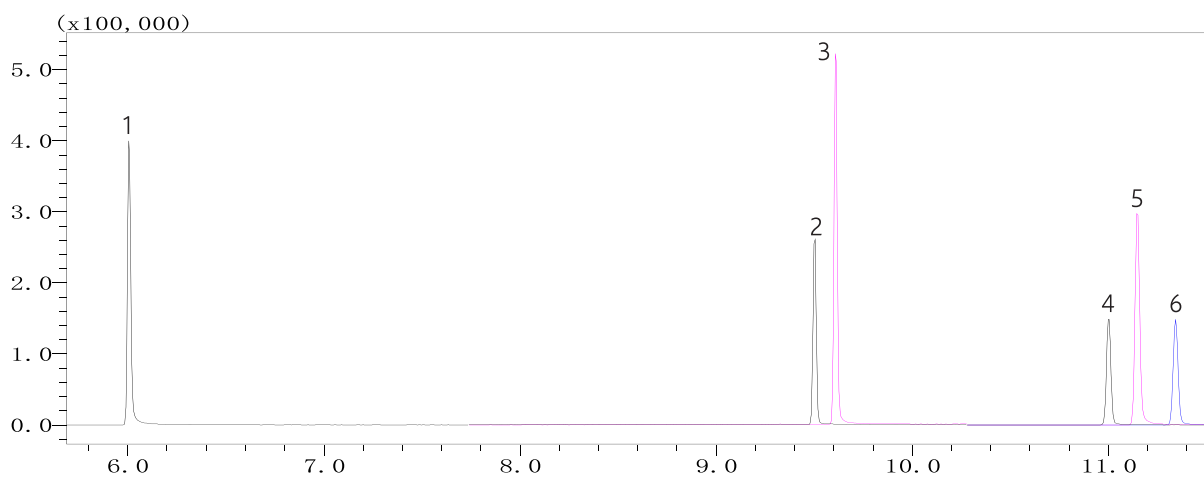


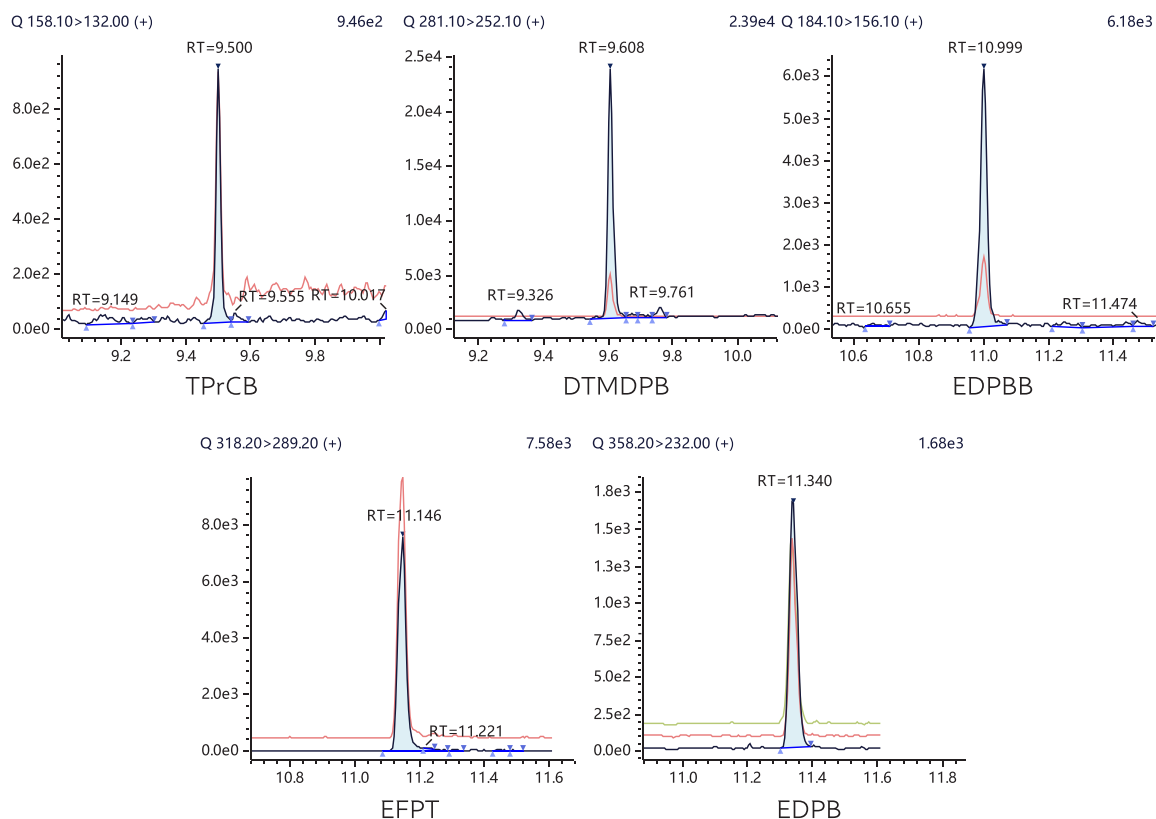
图 2 5 种液晶单体化合物及内标物色谱图 (20  $\mu\text{g/L}$ )

表1 化合物信息

No.	化合物名称	英文简称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	CE (V)	定性离子 (m/z)	CE (V)
1	联苯 -D10	BPh-D10	1486-01-7	6.014	164.1>162.1	27	164.1>160.1	27
2	反,反-4'-丙基-4-(3,4,5-三氟苯基)双环己烷	TPrCB	131819-23-3	9.518	158.1>132.0	21	338.2>69.1	24
3	4-[二氟(3,4,5-三氟苯氧基)甲基]-3,5-二氟-4'-丙基联苯	DTMDPB	303186-20-1	9.625	281.1>252.1	24	281.10>183.1	36
4	4-(反式,反式-4-丙基双环己基)-2,3-二氟乙氧基苯	EDPBB	123560-48-5	11.032	184.1>156.1	12	364.3>184.1	12
5	4"-乙基-2'-氟-4-丙基-1,1':4',1"-三联苯	EFPT	95759-44-7	11.179	318.2>289.2	24	289.2>274.1	24
6	4-(反式-4-丙基环己基)-2,3-二氟-4-乙氧基-1,1-联苯	EDPB	189750-98-9	11.377	358.2>232.0	21	232.1>183.1 358.2>245.1	27 27

### 3.2 标准曲线与检出限

以二氯甲烷为溶剂, 配制系列浓度为 1、2、5、10、20  $\mu\text{g/L}$  的 5 种 LCMs 混合标准溶液, 各含 10  $\mu\text{g/L}$  联苯 -D10 内标物, 上机测试。以目标物与内标物峰面积比为纵坐标, 浓度比为横坐标, 建立内标法标准曲线。取浓度 1  $\mu\text{g/L}$  的标准溶液, 以 3 倍信噪比计算仪器检出限。标准曲线信息、检出限结果见表 2。


 图3 5种液晶单体化合物质量色谱图(浓度 1  $\mu\text{g/L}$ )

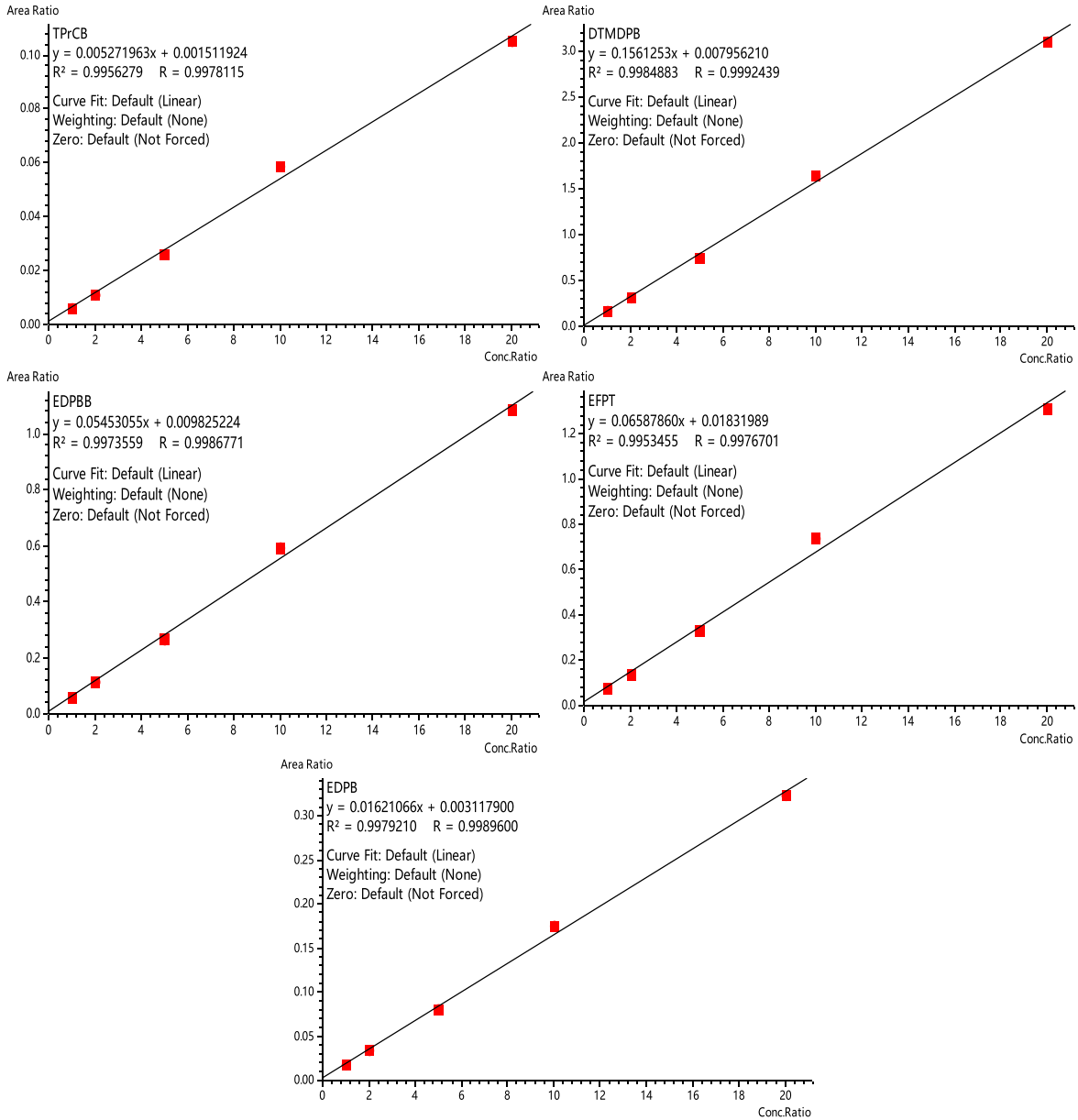


图 4 5 种液晶单体化合物标准曲线

表 2 5 种液晶单体化合物标准曲线线性相关系数及检出限

No.	化合物名称	相关系数 R	检出限 (μg/L)
1	TPPrCB	0.9978	0.076
2	DTMDPB	0.9992	0.029
3	EDPBB	0.9987	0.028
4	EFPT	0.9977	0.008
5	EDPB	0.9990	0.046

### 3.3 重复性测试

取浓度为 5  $\mu\text{g/L}$  混合标准溶液，连续进样 6 针，考察仪器重复性。具体结果见表 3。

表 3 重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	TPrCB	5358	5447	4840	5247	5301	5380	4.14
2	DTMDPB	152169	155483	147219	145891	143585	149061	2.91
3	EDPBB	56272	55918	56044	54692	52851	55127	2.31
4	EFPT	69166	69558	66092	67618	64324	65992	3.02
5	EDPB	16569	16065	15447	15251	15206	16084	3.49

### 3.4 样品及回收率测试

取某地土壤样品进行检测，该样品色谱图见图 5，该样品未检出上述 5 种液晶单体化合物。以该样品为空白样，加入含量水平为 4  $\mu\text{g/kg}$  的 5 种化合物标准溶液，静置吸收 30 分钟后按述前处理处理，上机测试。回收率结果见表 4。

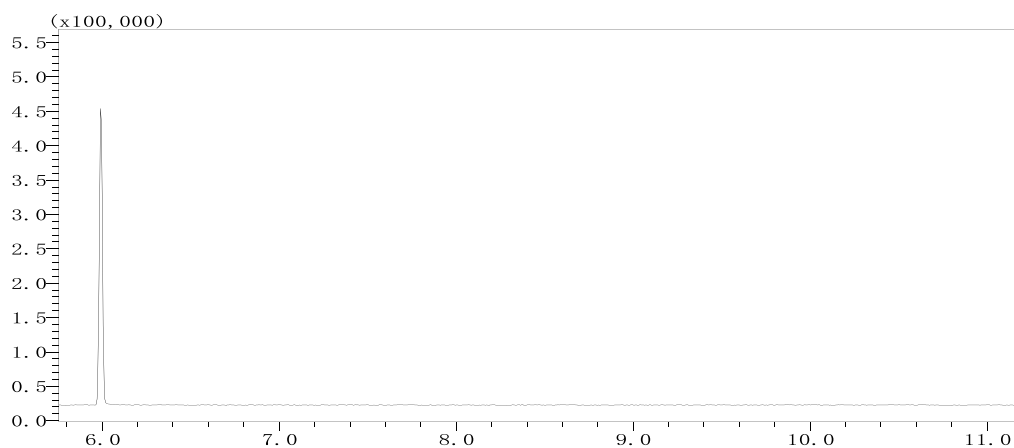


图 5 某地土壤样品色谱图

表 4 土壤样品加标测定结果

No.	化合物名称	样品含量 ( $\mu\text{g/kg}$ )	含量 ( $\mu\text{g/kg}$ )			平均回收率 (%)	RSD (%)
			1	2	3		
1	TPrCB	N.D.	4.188	4.630	4.300	109.32	5.26
2	DTMDPB	N.D.	4.056	4.532	4.208	107.98	5.70
3	EDPBB	N.D.	4.864	4.602	4.866	113.03	3.18
4	EFPT	N.D.	3.864	4.102	3.928	109.28	3.11
5	EDPB	N.D.	4.586	4.350	4.030	103.58	6.46

注：N.D. 表示未检出

## ■ 结论

本文使用岛津 GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪，建立了 5 种液晶单体化合物的检测方法。在 1~20  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内，5 种化合物线性良好，相关系数大于 0.997。取浓度为 5  $\mu\text{g/L}$  混合标准溶液，连续进样 6 针，5 种化合物峰面积 RSD% 小于 5%，重复性良好。样品加标回收率在 103.58%~113.03% 之间。该方法可作为土壤样品中液晶单体化合物分析之参考。

岛津应用云

