

# GCMSMS 测定环境水中得克隆残留量

## GCMSMS-292

**摘要：** 本文使用岛津 GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪结合 BEIS 离子源，建立了环境水中得克隆类物质残留量的检测方法。样品经溶剂提取、复合硅胶柱净化、溶液浓缩后上机测试。实验结果表明：在 0.2~50 ng/mL 浓度范围内，得克隆组分线性良好，线性相关系数均在 0.9996 以上，仪器检出限在 0.044~0.096 ng/mL 之间。取浓度为 0.2 ng/mL 标准溶液，连续进样 7 次，得克隆化合物峰面积相对标准偏差小于 7%。在空白地表水样品中进行 1 ng/L 浓度加标实验，平均回收率在 86-118% 之间。该方法灵敏度高，重复性良好，适用于地表水、地下水、工业废水和生活污水中得克隆含量的测定。

**关键词：** 气相色谱 - 三重四极杆气质联用仪 环境水 得克隆

### 技术特点：

- ❖ 使用 BEIS 离子源，实现高灵敏度测定。
- ❖ 使用 MRM 模式进行测定，背景干扰低。

得克隆 (Dechlorane Plus) 即双 (六氯环戊二烯) 环辛烷，是一种人工合成物质，主要用作汽车、航空航天、电子行业中的胶粘剂、密封剂和聚合物的阻燃剂等。由于得克隆具有强持久性和生物累积性，对人类和环境健康存在一定风险，2018 年欧洲化学品管理局 (ECHA) 将其确定为高度关注物质 (SVHC)，并于 2021 年 6 月提议将其加入 REACH 法规附录 VII 加以限制，提议禁止得克隆的生产和使用，禁止得克隆含量等于或超过 0.1% (以重量计) 的物品的生产和投放市场。2023 年 5 月，持久性有机污染物 (POPs)

斯德哥尔摩公约已将得克隆 (顺式、反式及顺反异构混合物) 列入附录 A。与此同时，我国《重点管控新污染物清单 (2023 年版)》，也将得克隆及其顺反式异构体纳入其中。

本文使用岛津 GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪结合 BEIS 离子源，建立了环境水中得克隆残留量的检测方法。该方法灵敏度高，重复性好，可为研究环境中得克隆类新污染物的残留量测定提供重要方法支持。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪

### 1.2 分析条件

色 谱 柱 : SH-Rxi-5 Sil MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱 温 程 序 : 200°C (1 min)\_20°C /min\_ 320°C (10 min)

进 样 口 温 度 : 300°C

离子源温度 : 200°C

载气控制模式 : 恒线速度, 34.6 cm/s

接 口 温 度 : 320°C

进 样 方 式 : 不分流进样

检测器电压 : 调谐电压 +0.5 kV

进 样 量 : 1 μL

采 集 方 式 : MRM, 化合物信息见表 1

### 1.3 样品前处理

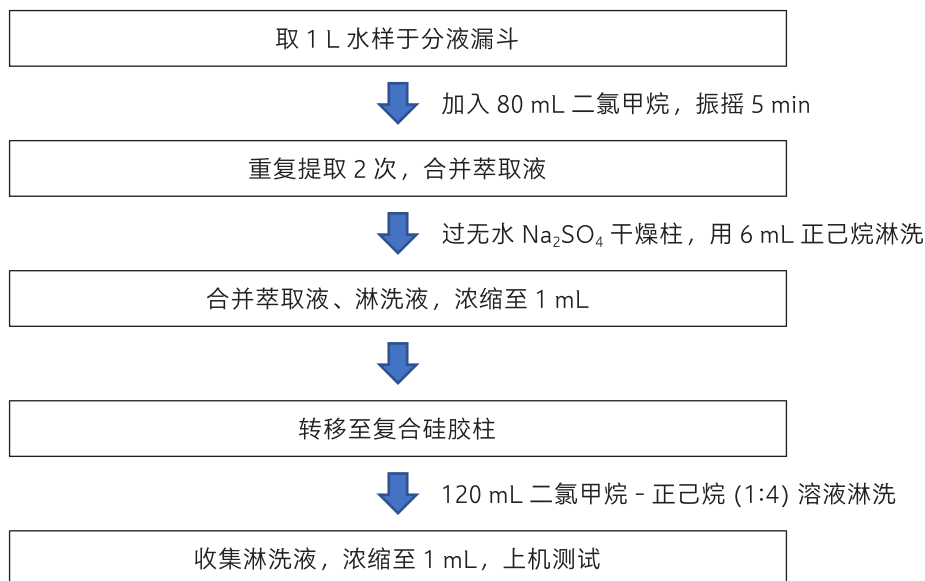


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准品溶液色谱图

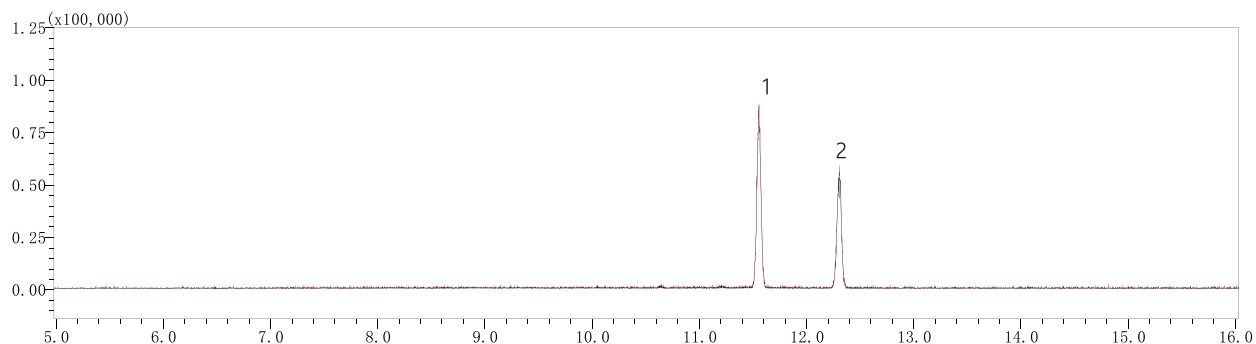


图 2 得克隆标准溶液色谱图 (5 ng/mL)

表 1 得克隆化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子对 (m/z)	碰撞电压 CE	定性离子对 (m/z)	碰撞电压 CE
1	顺式 - 得克隆	Syn-dechlorane plus	135821-03-3	11.551	272.00>236.80	23	274.00>236.80	23
2	反式 - 得克隆	Anti-dechlorane plus	135821-74-8	12.298	272.00>236.80	23	270.00>234.80	23

### 2.2 标准曲线和重复性测试

使用正己烷为溶剂，配制浓度分别为 0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10、20、50 ng/mL 的混合标准工作溶液，以各化合物浓度为横坐标、峰面积为纵坐标绘制外标法标准曲线，曲线如图 3 所示。取浓度为 0.2 ng/mL 混合标准溶液，连续进样 7 次，考察峰面积重复性，峰面积比的相对标准偏差 (RSD%) 小于 7%，重复性良好。参考《HJ168-2010 环境监测 分析方法标准制修订技术导则》，将 7 次连续进样测试结果用统计学方法计算仪器检出限，所得结果列于表 2。

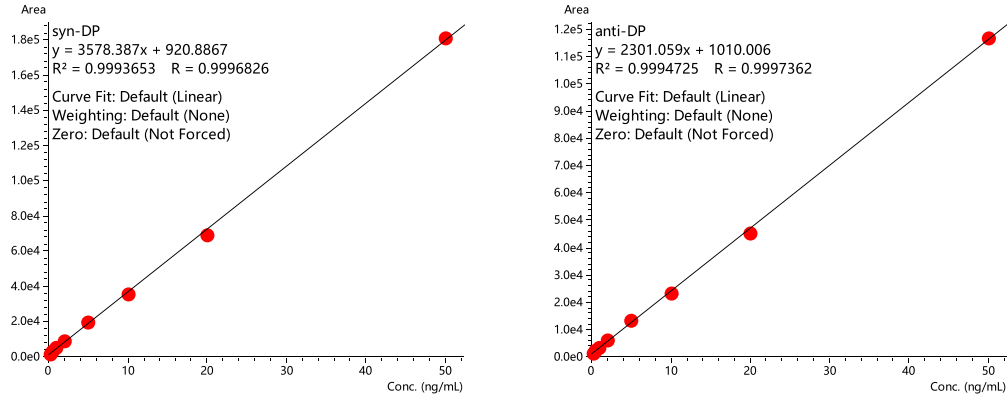


图 3 得克隆标准曲线

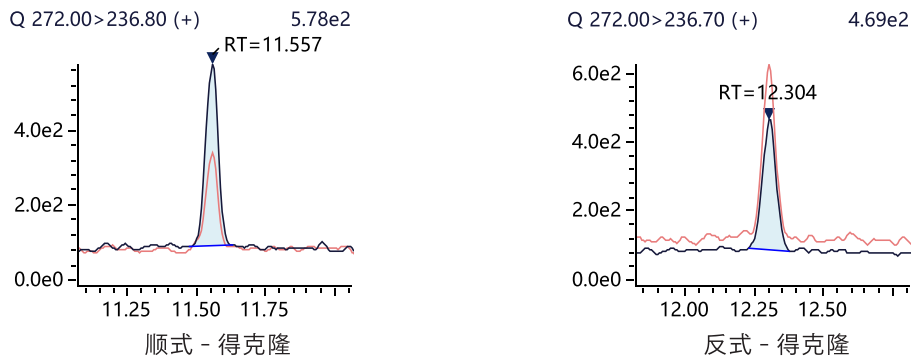


图 4 得克隆标准溶液质量色谱图 (0.2 ng/mL)

表 2 得克隆标准曲线线性相关系数、检出限和重复性

No.	化合物名称	相关系数 R	检出限 (ng/mL)	峰面积							RSD(%)
				1#	2#	3#	4#	5#	6#	7#	
1	顺式 - 得克隆	0.9996	0.044	1,555	1,561	1,494	1,614	1,520	1,614	1,623	3.21
2	反式 - 得克隆	0.9997	0.096	1,286	1,366	1,284	1,173	1,388	1,435	1,316	6.48

### 2.3 样品及加标回收率测试

取适量地表水样品，按照 1.3 所述进行样品前处理后检测，未检测出相关化合物。利用此空白样品进行 1 ng/L 浓度的样品加标，考察回收率，结果列于表 4。

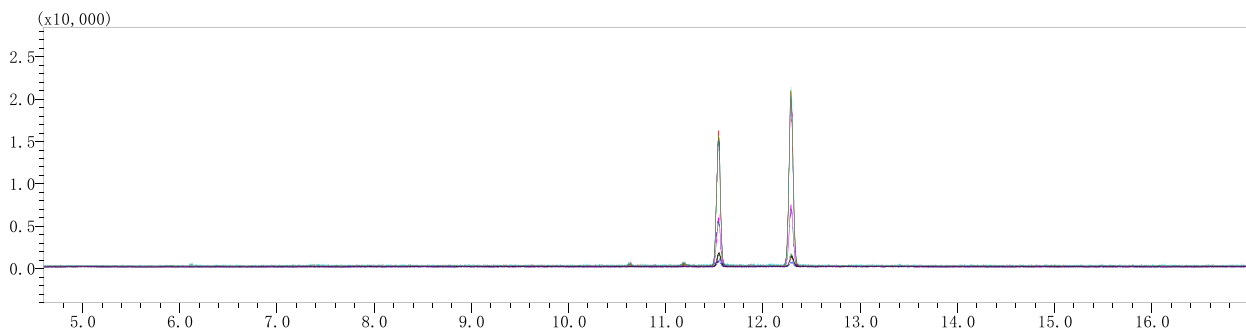


图 5 地表水加标样品色谱图

表 4 回收率测试结果

No.	化合物名称	样品含量 (ng/L)	测定结果 (ng/L)			
			1#	2#	3#	平均回收率 (%)
1	顺式 - 得克隆	N.D.	1.01	1.09	0.93	101
2	反式 - 得克隆	N.D.	1.01	1.18	0.86	102

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结合 BEIS 离子源，建立了环境水中得克隆类物质残留量的检测方法。在 0.2~50 ng/mL 浓度范围内，得克隆组分线性相关系数均在 0.9996 以上，仪器检出限在 0.044~0.096 ng/mL 之间。取浓度为 0.2 ng/mL 标准溶液，连续进样 7 次，得克隆化合物峰面积相对标准偏差小于 7%。在空白地表水样品中进行 1 ng/L 浓度加标实验，回收率在 86-118% 之间。该方法灵敏度高，重复性好，适用于地表水、地下水、工业废水和生活污水中得克隆含量的测定。

岛津应用云

