

GCMS 法测定土壤和沉积物中六氯丁二烯

GCMS-539

摘要： 本文使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了土壤和沉积物中六氯丁二烯的测定方法。结果表明，在 10 ~200 µg/L 的浓度范围内，六氯丁二烯标准曲线线性关系良好，相关系数 R 为 0.9998。取浓度为 50 µg/L 标准溶液，连续 6 次进样，六氯丁二烯重复性结果 RSD 值小于 4%。空白样品在 1 µg/kg 加标浓度时，六氯丁二烯平均回收率为 95.60%，该方法能够有效的检测土壤与沉积物中六氯丁二烯的含量。

关键词： 气质联用仪 土壤和沉积物 六氯丁二烯

技术特点：

- ❖ 样品通过加压流体提取，固定萃取小柱净化，能有效地去除样品中大部分杂质。
- ❖ 采用 SIM 方式采集，灵敏度高，能有效地去除干扰。

六氯丁二烯 (HCBD) 是一种疏水性氯化脂肪烃，在自然环境中不易被降解。由于其毒性、持久性、潜在的生物积累和长距离迁移能力，对生态和人体健康可能造成重大不利影响。

2021 年美国环境保护局 (US EPA) 发布了五种具有持久性、生物蓄积性和有毒 (PBT) 物质的最终

规则，最终规则对物质、混合物或物品中的六氯丁二烯提出了管控要求，六氯丁二烯的含量不得超过 1%。

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，采用固相萃取的方式，建立了土壤和沉积物中六氯丁二烯的检测方法，该方法简便，线性、重复性、回收率均满足日常检测要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2020 NX 气质联用仪

1.2 分析条件

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

柱 温 程 序 : 60°C (1 min) _10°C /min_150°C _10°C /min_300°C (5 min)

流速控制方式 : 线速度

进 样 量 : 1 µL

柱 流 速 : 1.0 mL/min

离 子 源 温 度 : 230°C

进 样 方 式 : 分流进样

色 谱 质 谱 接 口 温 度 : 270°C

分 流 比 : 5:1

采 集 模 式 : SIM, 离子信息见表 1

■ 样品前处理

取 10 g 样品于加压萃取池中，加入二氯甲烷；正己烷 =1:1 (V/V) 混合溶剂，温度为 100°C，静态提取 8 min



将溶剂转入试管，进行氮气浓缩，用正己烷多次洗涤，氮吹浓缩至约 2 mL



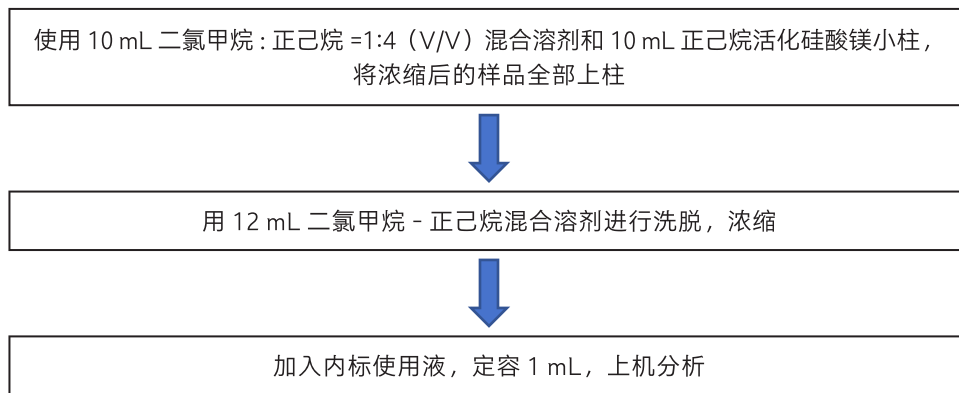


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 六氯丁二烯标准溶液色谱图

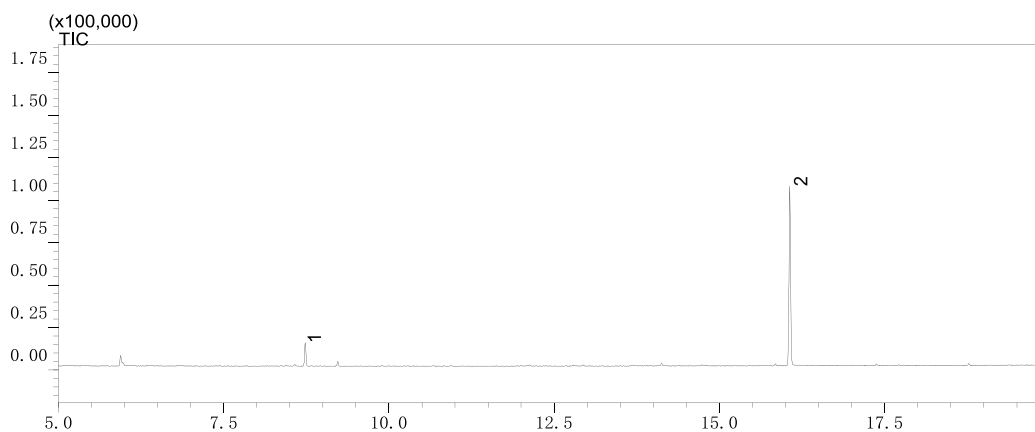
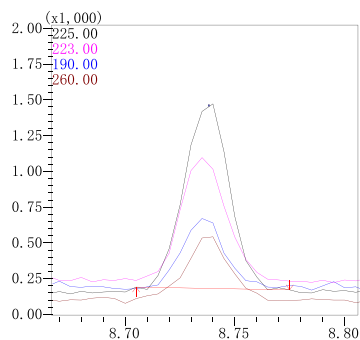


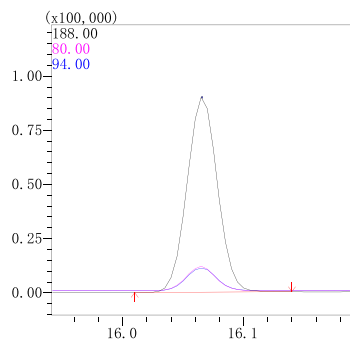
图 2 六氯丁二烯标准品色谱图 (浓度 100 µg/L)

表 1 六氯丁二烯及内标物信息

| No. | 化合物名称 | 英文名称 | CAS 号 | 保留时间 (min) | 定量离子 (m/z) | 定性离子 (m/z) |
|-----|--------|--------------------------|-----------|------------|------------|------------|
| 1 | 六氯丁二烯 | Hexachloro-1,3-butadiene | 87-68-3 | 8.736 | 225 | 223, 190 |
| 2 | 菲 -D10 | Phenanthrene-D10 | 1517-22-2 | 16.068 | 188 | 80, 94 |



六氯丁二烯



菲 -D10

图 3 六氯丁二烯标准品溶液质量色谱图 (20 µg/L)

3.2 标准曲线和检出限

分别配制 10、20、50、100 和 200 $\mu\text{g/L}$ 的六氯丁二烯标准溶液，内标加入量为 100 μL 。取 1 μL 进样，以浓度为横坐标，目标物和内标物峰面积比为纵坐标拟合标准曲线，化合物标准曲线如图 3 所示。根据 10 $\mu\text{g/L}$ 六氯丁二烯标准品数据，计算六氯丁二烯仪器检出限，六氯丁二烯检出限以及线性相关系数如表 2 所示。

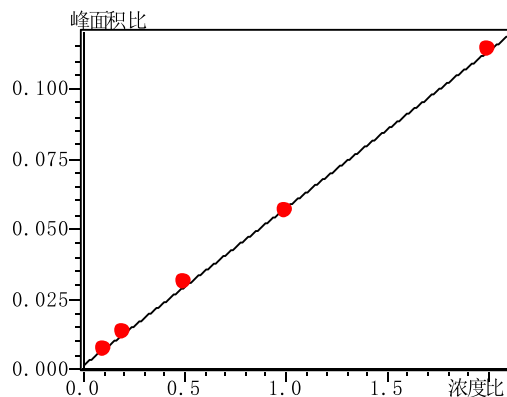


图 4 六氯丁二烯标准曲线

表 2 六氯丁二烯线性相关系数和仪器检出限

| No. | 化合物名称 | 相关系数 R | 检出限 ($\mu\text{g/L}$) |
|-----|-------|--------|-------------------------|
| 1 | 六氯丁二烯 | 0.9998 | 0.075 |

3.3 重复性实验

取 50 $\mu\text{g/L}$ 标准品溶液，连续进样各 6 次，考察仪器的重复性。重复性结果见表 3。

表 3 重复性结果

| 项目 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | RSD (%) |
|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|
| 峰面积比值 | 0.0300 | 0.0309 | 0.0316 | 0.0317 | 0.0293 | 0.0304 | 3.08 |

3.4 加标回收率测试

取 10.0 g 空白石英砂样品，加标浓度为 1 $\mu\text{g/kg}$ ，按照前处理过程平行处理三个样品，考察回收率。得到回收率结果见表 4。

表 4 回收率结果

| No. | 化合物名称 | 样品结果 ($\mu\text{g/kg}$) | 样品实测浓度 ($\mu\text{g/kg}$) | | | 平均回收率 (%) |
|-----|-------|---------------------------|-----------------------------|-------|-------|-----------|
| | | | 1 | 2 | 3 | |
| 1 | 六氯丁二烯 | N.D. | 0.934 | 0.988 | 0.946 | 95.60 |

3.5 实际样品测试

按照上述样品前处理方法，取某地土壤样品进行测试，该样品色谱图见图 5，该样品未检测出六氯丁二烯。

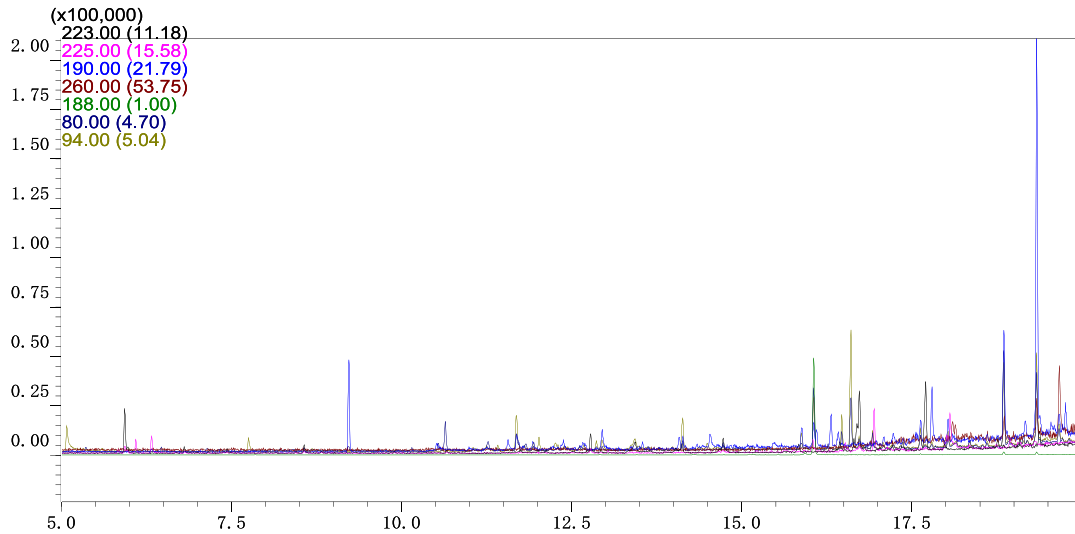


图5 某地土壤样品色谱图

■ 结论

本文采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了土壤和沉积物中六氯丁二烯的测定方法。结果表明，在 10 ~200 $\mu\text{g/L}$ 的浓度范围内，六氯丁二烯标准曲线线性关系良好，相关系数 R 为 0.9998。六氯丁二烯重复性结果 RSD 值小于 4%。空白样品在 1 $\mu\text{g/kg}$ 加标浓度时，六氯丁二烯平均回收率为 95.60%。该方法能够有效的检测土壤与沉积物中六氯丁二烯的含量。

岛津应用云

