

# 气相色谱法测定地下水和地表水中短链氯化石蜡

GC-267

**摘要:** 本文利用岛津公司气相色谱仪 GC-2030, 建立了水质中短链氯化石蜡 (SCCPs) 含量的检测方法。结果表明, 在标准曲线浓度范围内, 短链氯化石蜡的线性良好, 相关系数是 0.9990。在空白样品中进行加标回收率试验, 加标浓度为 1 mg/L, 加标回收率为 106.47%。本方法可为地下水或地表水中短链氯化石蜡的测定提供参考。

**关键词:** 气相色谱质谱联用仪 气相色谱仪 地下水 地表水 短链氯化石蜡

## 技术特点:

- ❖ 气相色谱法 ECD 检测器测定, 灵敏度高、检测成本低。
- ❖ 结合气相色谱质谱法辅助定性, 提高了定性准确性。

短链氯化石蜡 (SCCPs) 主要成分是链长为  $C_{10}$  至  $C_{13}$  的直链氯化烷烃, 其结构类似于长链的烷烃分子, 但由于引入了氯原子, 分子间的相互作用发生改变, 使其具有较高的熔点和沸点、良好的耐化学性和耐热性, 通常被用作塑料、橡胶、涂料、油墨、蜡烛、防水剂、化妆品等领域的添加剂或原料。

短链氯化石蜡长期接触可能会对人体造成危害, 例如致癌作用和对神经系统的影响。另外, 短链氯化石蜡会对环境产生长期负面影响, 例如对水生生物的毒性和对土壤的污染等。

美国环境保护局规定了短链氯化石蜡在涂料、印刷油墨和其他工业生产中的使用限制。欧盟 2002

年颁布的 REACH 法规中, 限制了短链氯化石蜡的使用。中国环境保护部 2016 年颁布了《挥发性有机物污染物排放标准》, 其中规定了短链氯化石蜡在印刷、涂料和染料等行业的使用量和排放标准。

气相色谱 - 质谱联用技术是目前短链氯化石蜡检测的主要方法之一, 该技术可以对样品中的短链氯化石蜡进行分离和定量分析, 并可以检测到极微量的残留物。但是, 该方法需要专业的实验室设备和技术支持, 并且对样品的前处理要求较高。本文建立一种利用气相色谱法, 采用电子捕获检测器 (ECD) 检测短链氯化石蜡的方法, 并应用于实际地下水、地表水的测定中。

## 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱仪: GC-2030

气相色谱质谱联用仪: GCMS-2020NX

### 1.2 分析条件

#### 1.2.1 气相色谱条件

色谱柱: DB-5MS 规格 (15 m×0.25 mm, 0.10  $\mu$ m)

柱温程序: 100°C (1 min)<sub>20°C /min</sub> 280°C (5 min)

检测器: ECD

检测器温度: 300°C

总流量: 16.2 mL/min

进样口温度: 280°C

进样方式: 不分流

色谱柱流量: 2 mL/min

进样量: 1  $\mu$ L

流量控制方式: 恒流

进样时间: 1 min

吹扫流量: 3 mL/min

### 1.2.2 质谱条件

离子源：EI源  
离子源温度：230℃

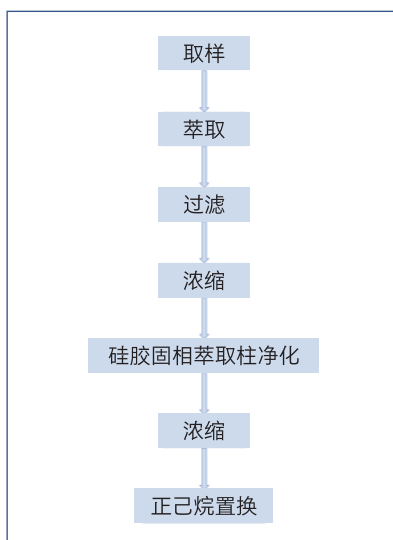
接口温度：280℃  
离子选择模式：SIM模式

### ■ 样品采集与保存

水质按照 HJ/T91 和 HJ/T164 的相关规定进行水样的采集和保存。用采样瓶采集样品，每升水加入 80 mg 硫代硫酸钠于 4℃ 保存，14 天内完成萃取。

### ■ 样品前处理

试样经二氯甲烷萃取，萃取液依次经过除水过滤、浓缩、硅胶固相萃取柱净化、再浓缩，用正己烷溶剂置换。



### ■ 结果与讨论

#### 4.1 短链氯化石蜡标准溶液质谱定性谱图

在相同实验条件下，样品与标准工作液中待测物质的色谱峰相对保留时间在 5% 以内，且在扣除背景后的样品色谱峰中，所选择的离子对均应出现，则可判断样品中存在对应的被测物，根据辅助定性离子选取短链氯化石蜡 (SCCPs) 的起止峰和起止保留时间。GCMS 使用 SIM 模式，辅助定性离子为 75、89、95、105。按照仪器参考条件进行分析，短链氯化石蜡 (SCCPs) (100 mg/L) ECD 色谱图如图 1 所示，GCMS 测定谱图如图 3 所示。

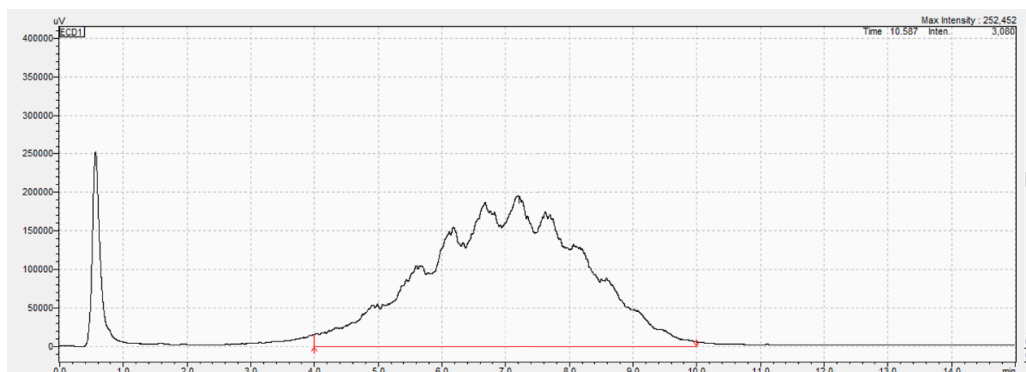


图 1 短链氯化石蜡 (SCCPs) ECD 色谱图

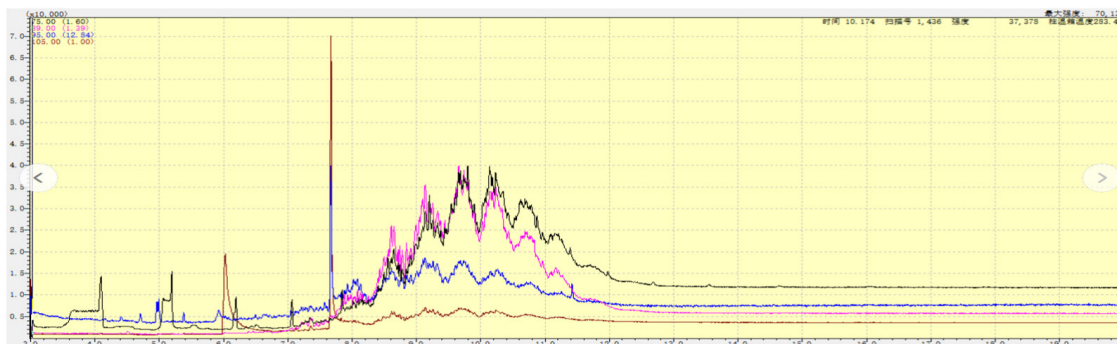


图2 短链氯化石蜡 (SCCPs) GCMS 测定谱图

#### 4.2 标准曲线

用正己烷稀释标准溶液成 0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 mg/L 浓度的标准系列，取 1 $\mu$ L 进样，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标建立标准曲线。短链氯化石蜡标准曲线见图 3。

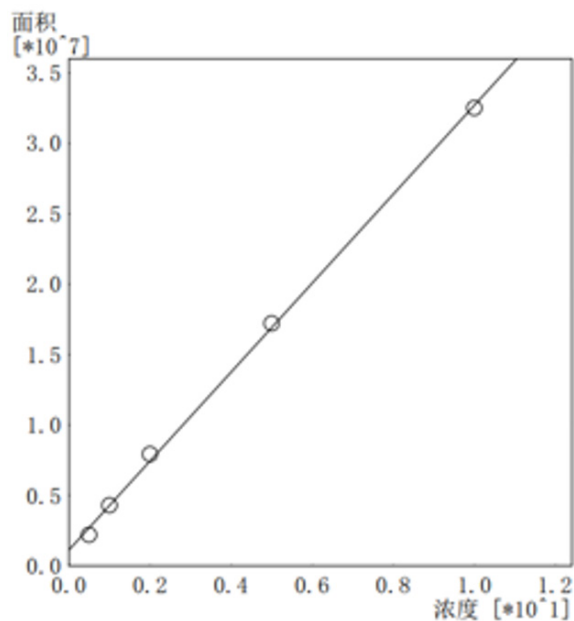


图3 短链氯化石蜡标准曲线

#### 4.3 检出限

根据 0.5 mg/L 标准溶液数据，以 3 倍信噪比计算仪器检出限，短链氯化石蜡的仪器检出限为 0.12 mg/L。

表 1 氯化石蜡检出限

No.1	化合物	相关系数	检出限 (mg/L)
1	短链氯化石蜡	0.9990	0.12

#### 4.4 加标回收率

将水质空白样品进行 1.0 mg/L 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 2 份样品考察回收率，具体结果如下：短链氯化石蜡的加标回收率为 106.47%。

## ■ 结论

本文采用岛津公司气相色谱仪 GC-2030。结果表明，在标准曲线浓度范围内（0.5-10.0 mg/L），短链氯化石蜡的线性良好，相关系数为 0.9990。对水质空白样品进行加标回收率试验，加标浓度为 1.0 mg/L，短链氯化石蜡的加标回收率为 106.47%。本方法可为地下水或地表水中短链氯化石蜡的定性和定量提供参考。

岛津应用云

