

吹扫捕集/气相色谱-质谱法

测定饮用水中挥发性有机物

北京东西分析仪器有限公司 北京 100049

摘要：参考标准 SL 393-2007, 采用 GC-MS 3100 气相色谱质谱联用仪及 PT100 型吹扫捕集浓缩仪对水中 22 种挥发性有机物的检测条件进行优化, 确定吹扫条件及色谱柱的程序升温条件, 得到比较满意的分离结果。

关键词：吹扫捕集, GC-MS, 水, 挥发性有机物

随着环境污染的日益严重, 水质的监测不仅需要宏观的控制指标, 对严重危害人体健康的有机污染物更需要进一步监测。国家环保部颁布了大量的标准分析方法, 其中 GC-MS 联用是不可缺少的重要手段。为考察仪器性能, 本试验采用吹扫捕集与 GC-MS 联用, 分析饮用水中的 22 种挥发性有机物, 该方法克服了传统的样品前处理费时的缺陷, 简便易行, 快速准确, 取得了比较令人满意的结果。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

GC-MS 3100 和 PT100 型吹扫捕集浓缩仪 (北京东西分析仪器有限公司生产)

22 种挥发性有机物混合标准溶液

1.2 分析条件

1.2.1 吹扫捕集条件

吹扫温度: 室温; 吹扫时间: 15min; 干吹时间: 10 秒; 解析温度: 230℃; 解析时间: 4min; 进样时间: 40 秒; 烘烤温度: 230℃; 烘烤时间: 10min; 吹扫气流量: 40 mL/min。

1.2.2 气相色谱条件

色谱柱: DB-624 (30m×0.25mm×1.4μm) 石英毛细管柱; 载气流量 (氮气): 1mL/min; 升温程序: 35℃ (3min) → 5℃/min (24min) → 10℃/min (5min) → 200℃ (3min); 汽化室: 240℃; 进样方式: 分流进样; 分流比: 8:1。

1.2.3 质谱条件

EI 源; 电子能量: 70eV; 离子源温度: 240℃; 接口温度: 240℃; 扫描方式: 全扫描, 扫描质量范围: 40~400amu, 倍增器: 1200V。

2 结果与讨论

22 种挥发性有机物的总离子流图见图 1，按面积归一法计算的相对百分含量以及谱图检索的相似系数结果见表 1。

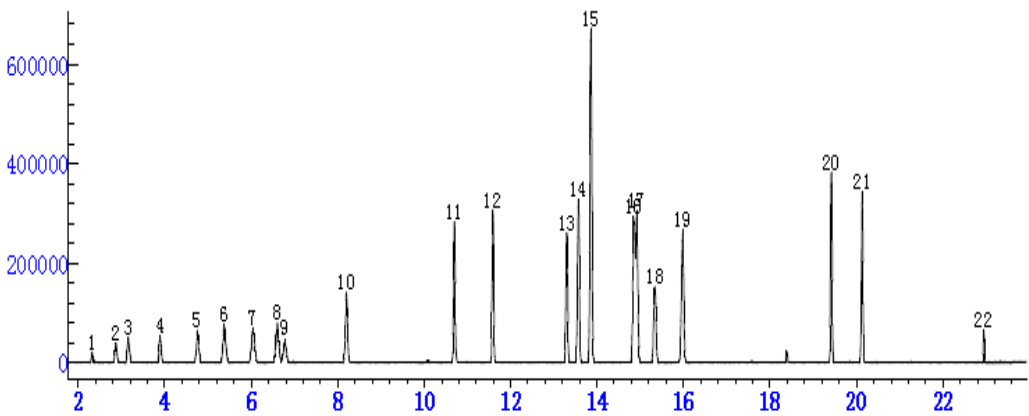


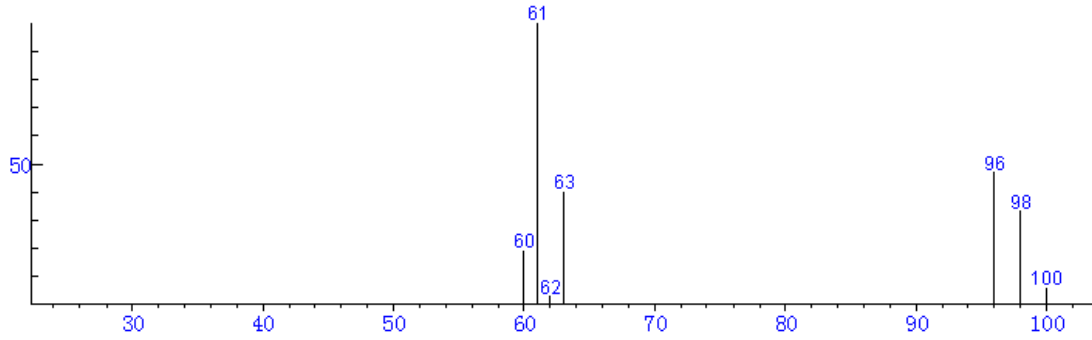
图 1 22 种挥发性有机物的总离子流色谱图

表 1 22 种挥发性有机物的分析结果

峰号	保留时间	化合物名称	相对含量/%	相似度%
1	2.31	Ethene, 1,1-dichloro-	0.42	88
2	2.87	Methylene Chloride	1.10	91
3	3.16	Ethene, 1,2-dichloro-, (E)-	1.57	93
4	3.89	1,3-Butadiene, 2-chloro-	1.51	88
5	4.75	Ethene, 1,2-dichloro-, (Z)-	2.04	86
6	5.37	Trichloromethane	2.73	89
7	6.04	Carbon Tetrachloride	2.88	98
8	6.61	Benzene	2.88	91
9	6.77	Ethane, 1,2-dichloro-	1.71	83
10	8.20	Trichloroethylene	3.99	86
11	10.7	Toluene	6.44	89
12	11.59	Tetrachloroethylene	6.52	90
13	13.30	Benzene, chloro-	6.39	90
14	13.56	Ethylbenzene	8.23	91
15	13.86	p-Xylene (或 m-Xylene)	17.61	90
16	14.85	o-Xylene	1.96	91
17	14.92	Styrene	1.87	85
18	15.34	Methane, tribromo-	4.79	89
19	15.99	Benzene, (1-methylethyl)-	8.33	92
20	19.42	Benzene, 1,4-dichloro-	8.64	88
21	20.13	Benzene, 1,2-dichloro-	6.97	88
22	22.95	1,3-Butadiene, 1,1,2,3,4,4-hexachloro-	0.96	89

图 2~至图 6 是部分实际测定的质谱图与 NIST 库标准谱图检索结果。

未知物1: 时间(分):2.30~>2.32-2.27 基峰:m/z 60.9(5688) Peak:1 扫描点:138->141-134



Ethene, 1,1-dichloro-
LibID:-1 分子式:C2H2Cl2 分子量:96 离子数量:26
SI%:88 CAS#:75354 NIST#:114911

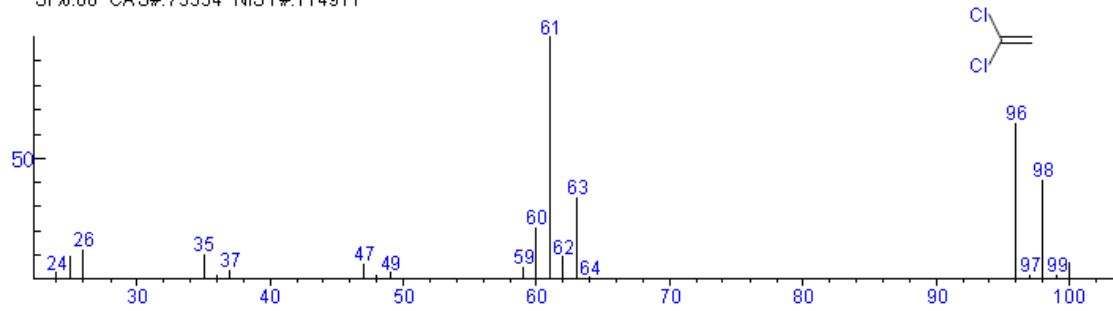
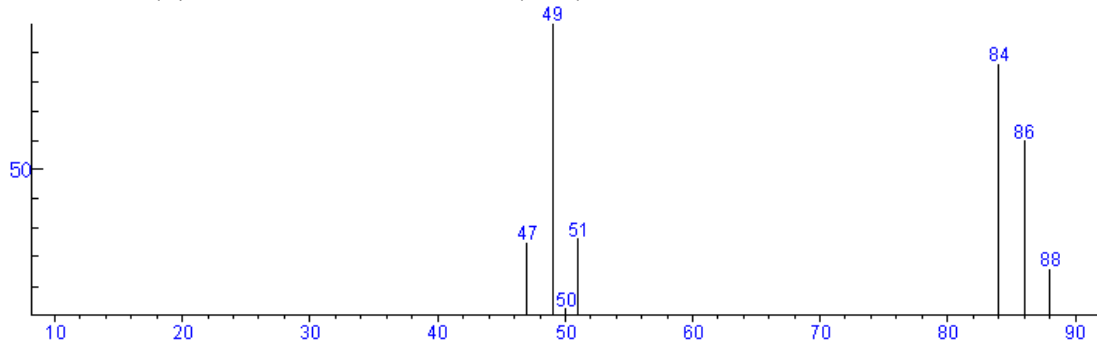


图 2 1 号峰的质谱图及检索结果

未知物2: 时间(分):2.86->2.88-2.78->2.80 基峰:m/z 48.8(12088) Peak:2 扫描点:212->214-202->204



Methylene Chloride
LibID:-1 分子式:CH2Cl2 分子量:84 离子数量:32
SI%:91 CAS#:75092 NIST#:228003

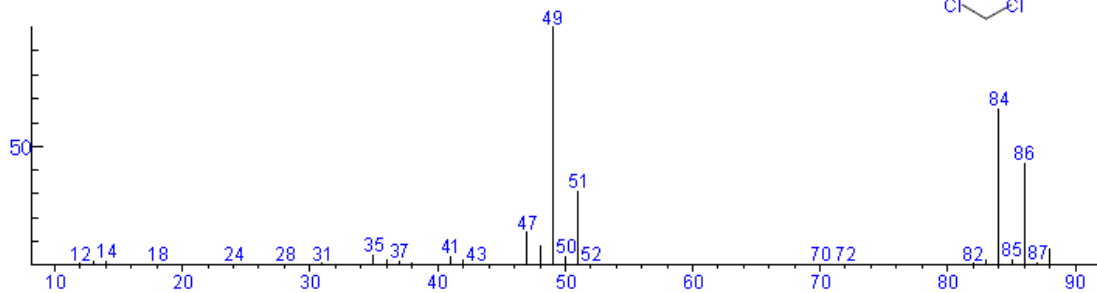
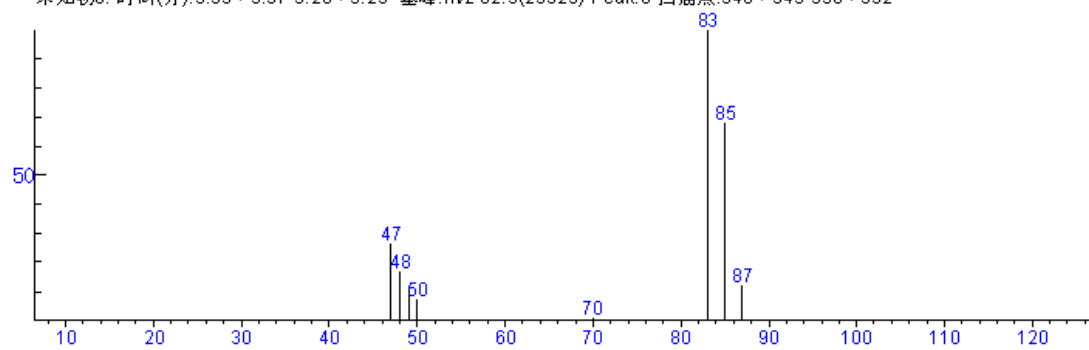


图 3 2 号峰的质谱图及检索结果

未知物6: 时间(分): 5.35->5.37-5.28->5.29 基峰: m/z 82.9(25529) Peak: 6 扫描点: 540->543-530->532



Trichloromethane
LibID: -1 分子式: CHCl3 分子量: 118 离子数量: 29
SI%: 89 CAS#: 67663 NIST#: 2104

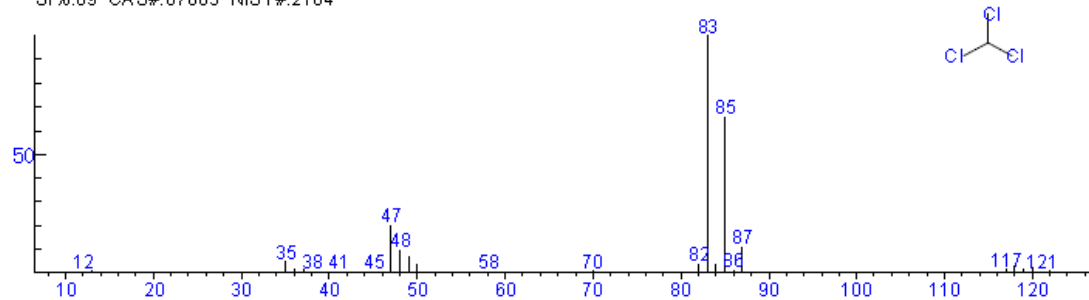
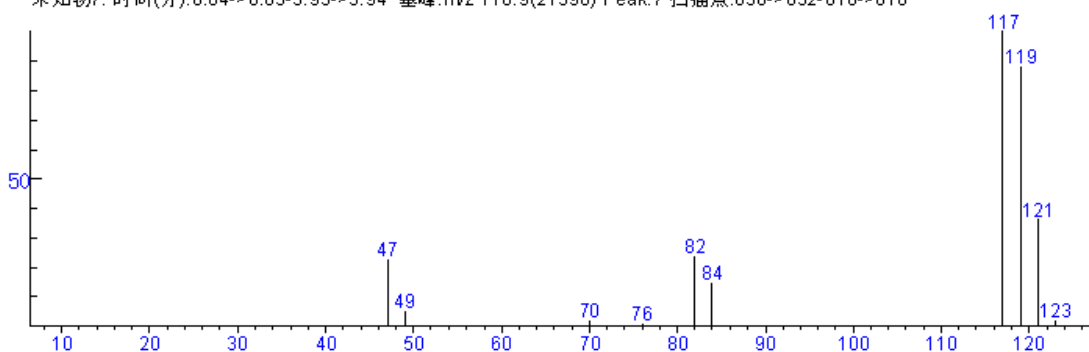


图4 6号峰的质谱图及检索结果

未知物7: 时间(分): 6.04->6.05-5.93->5.94 基峰: m/z 116.9(21390) Peak: 7 扫描点: 630->632-616->618



Carbon Tetrachloride
LibID: -1 分子式: CCl4 分子量: 152 离子数量: 18
SI%: 98 CAS#: 56235 NIST#: 291258

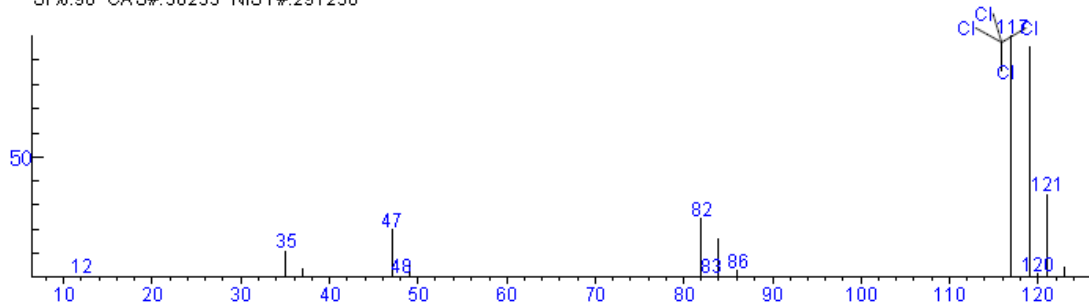


图5 7号峰的质谱图及检索结果

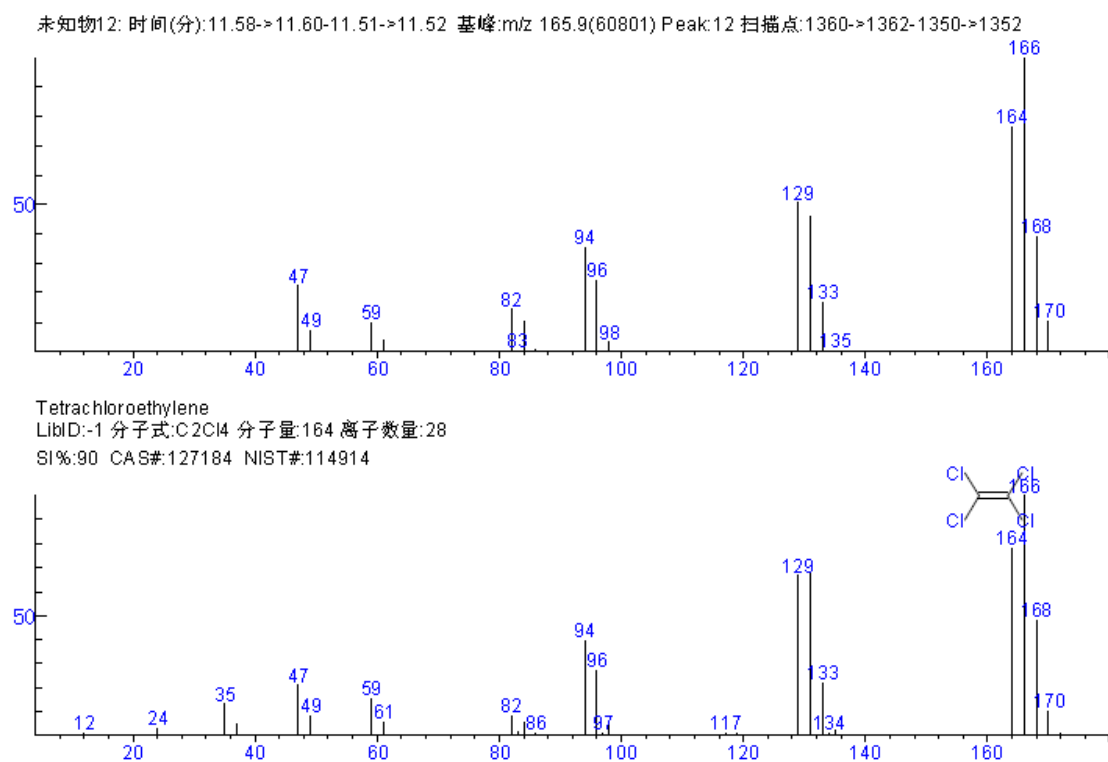


图 6 12 号峰的质谱图及检索结果

3 结论

22 种组分得到良好的分离, 其中 15# 峰检索结果为对二甲苯(与间二甲苯完全重叠), 16#、17# 峰为邻二甲苯与苯乙烯没有完全分开, 但检索结果都可以确认, 相似度均在 85% 以上, 结果比较满意; 实验结果表明采用国产的吹扫捕集/GC-MS3100 仪器设备, 也能胜任饮用水中多组分挥发性有机物的分析测试。

参考文献:

SL 393-2007 吹扫捕集气相色谱/质谱分析法 (GC/MS) 测定水中的挥发性有机污染物