

吹扫捕集/气-质联用检测饮用水中的苯、甲苯和乙苯

北京东西分析仪器有限公司 北京 100049

摘要：参考标准《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》，采用国产吹扫捕集仪与 GC-MS 3100 联用，对饮用水中的苯、甲苯、乙苯进行富集浓缩和检测；考察了吹扫条件，检测条件进行优化，建立了定量分析方法。标准曲线线性良好，加标回收率为 86 ~ 98%，相对标准偏差为 1.01% ~ 5.63%，能满足实际应用要求。

关键词：GC-MS，吹扫捕集，饮用水，苯，甲苯，乙苯

苯系物是强致癌物质。目前我国对地表水或饮用水中包括苯系物在内的挥发性有机物的测定，多采用静态顶空气相色谱法，该法的灵敏度低，精密度差。吹扫捕集法具有富集效率高和无有机溶剂污染等优点，与 GC-MS 联用检测，可以消除与目标化合物保留时间接近的其他化合物的干扰，提高检测方法的精密度。本试验的目的是优化吹扫捕集的操作条件。

1 实验部分

1.1 仪器与材料

气-质联用仪 GC-MS 3100 及吹扫捕集浓缩仪（PT100）（均为北京东西分析仪器有限公司生产），Tenax A 捕集管，25ml 吹扫瓶；

苯、甲苯和乙苯标准溶液。

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 11min，吹扫流量 25ml/min，解析时间：3min，解析温度：250℃。

1.2.2 气相色谱条件

DB-5MS（30m×0.25mm×0.25um）石英毛细管柱；载气：氦气；柱前压：0.1MPa；柱流量：1ml/min；进样方式：不分流进样，不分流时间：50s；进样口温度：210℃，升温程序：40℃保持 6min，10℃/min 升至 200℃，保持 3min。

1.2.3 质谱条件

EI 源；电子能量：70eV；离子源温度：220℃；接口温度：250℃；扫描方式：定性全扫描；扫描质量范围 30 ~ 300amu；定量用选择离子扫描。

表 1 各化合物选择离子

化合物名称	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
苯	78	78
甲苯	92	92
乙苯	106	91

2 结果与讨论

2.1 吹扫条件的确定

2.1.1 吹扫时间的选择

吹扫时间直接影响目标化合物的回收率。在固定 25mL/min 的吹扫流量下，分别测定不同吹扫时间（3、5、9、11、15min）的回收率。实验结果表明，各化合物的回收率随吹扫时间的增加先增大继而减小，在 9~12min 时回收率最高且稳定。因此确定吹扫时间为 11min。

2.1.2 吹扫流量的选择

适宜的吹扫流量可保证最佳的捕集效率。吹扫时间固定为 11min，改变吹扫流量，分别为 15、20、25、30、35 mL/min 的条件下，测定各目标化合物回收率。实验结果表明，随吹扫流量增大回收率总体有降低的趋势，综合考虑，确定适宜的吹扫流量为 25mL/min。

2.1.3 解析时间的选择

解析条件决定解析效率，影响方法的回收率和稳定性，考察了捕集管在 250℃ 时，不同解析时间的解析效率。实验结果表明，各目标化合物的解析时间为 3min 时，大部分回收率较高且稳定。

2.2 校准曲线

用微量注射器取混标母液，加入 10mL 纯水的吹扫瓶中，配制成 1.0、2.0、4.0、20.0、40.0 μ g/L 浓度的混合标液。按照上述实验条件进行检测，建立标准曲线。结果如表 2 所示。

表 2 苯、甲苯、乙苯校准曲线及相关系数

化合物	校准曲线方程	相关系数
苯	$y = 7615x + 2565$	0.9968
甲苯	$y = 6420.8x + 3541.7$	0.9936
乙苯	$y = 3702.8x + 5271$	0.9964

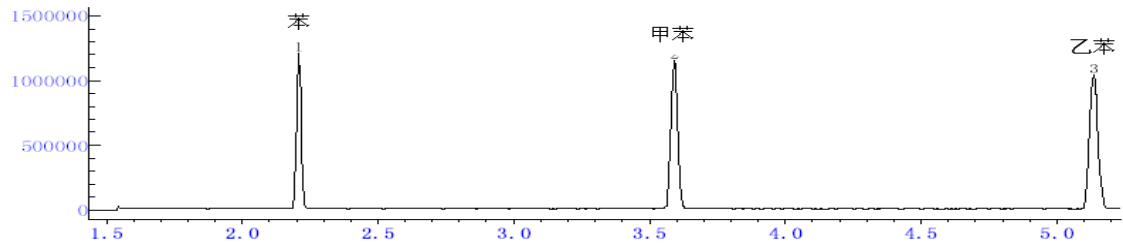


图 1 苯、甲苯、乙苯混标的总离子流图

2.3 方法回收率和精密度

取空白的纯水样品进行标准添加实验，实验结果如表 3 所示。回收率和精密度均满足要

求。该方法适用于分析苯、甲苯、乙苯。

表 3 回收率和精密度分析结果

化合物名称	添加水平 (μg/L)	平均实测值 (μg/L)	平均回收率 (%)	RSD(%)
苯	5	4.89	97.8	6.02
	10	9.86	98.6	3.51
	20	20.35	101.7	2.86
甲苯	5	5.02	100.4	5.03
	10	10.21	102.1	3.12
	20	19.28	96.4	1.56
乙苯	5	4.92	98.4	3.98
	10	9.86	98.6	4.68
	20	19.56	97.8	2.63

3 结论

通过测试条件摸索和优化，建立了饮用水中挥发性的苯、甲苯、乙苯的吹扫捕集与气-质联用的分析方法。在给定的实验条件下，苯、甲苯、乙苯定量的标准曲线线性良好，方法的回收率、RSD 均在可接受的范围内。开发了国产气-质联用仪和吹扫捕集器在环境领域中的应用前景。

参考文献:

[1] 龙有前, 文凌飞, 黄杉生, 等. GC-MS 方法测定地下水中挥发性有机化合物[J]. 理化检验-化学分册. 2003, 39 (5): 285-287.

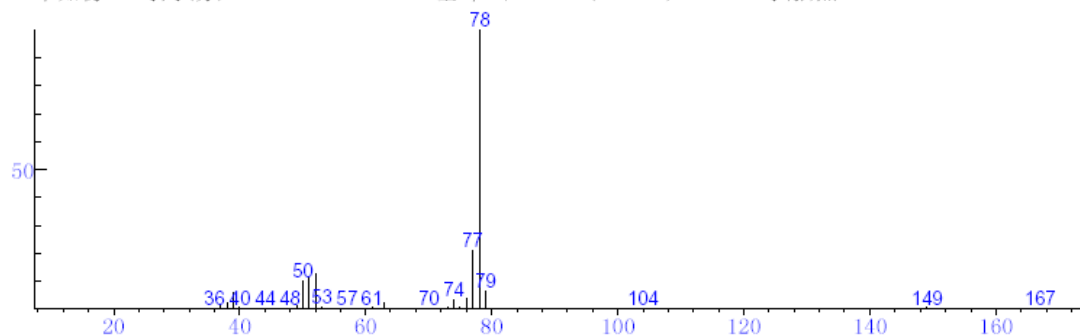
[2] 李丽君, 汪寅夫, 王娜, 等. 吹扫捕集-气相色谱、质谱法测定地下水中的挥发性有机物[J]. 岩矿测试. 2010, 29 (5): 547-551.

[3] 胡璟珂, 沈加林, 马健生. 吹扫捕集-气相色谱-质谱法测定地下水中的挥发性有机物[J]. 理化检验-化学分册. 2009, 45 (3): 281-287.

[4] 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.

附录：全扫描下苯、甲苯、乙苯的质谱图及检索结果

未知物1：时间(分):2.19->2.21-2.18 基峰:m/z 78.0(376012) Peak:1 扫描点:288->291-286



Benzene
LibID:-1 分子式:C6H6 分子量:78 离子数量:26
SI%:92 CAS#:71432 NIST#:221957

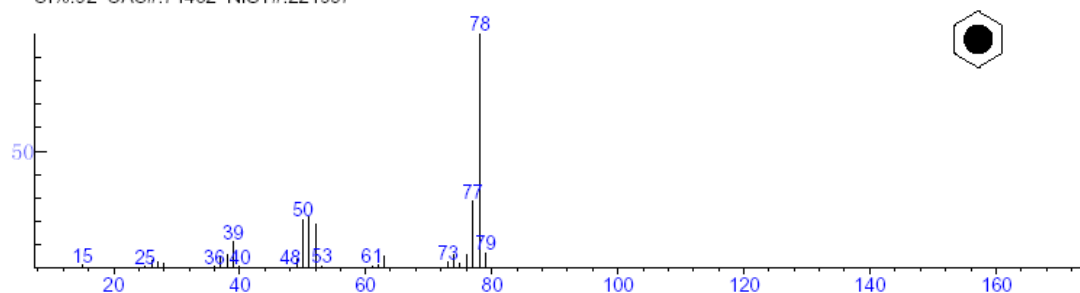
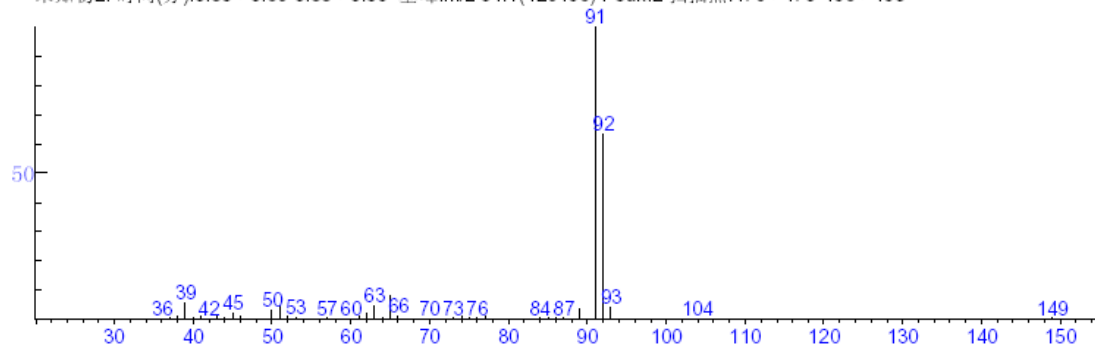


图2 1号峰质谱图及检索结果

未知物2：时间(分):3.58->3.60-3.55->3.56 基峰:m/z 91.1(420166) Peak:2 扫描点:470->473-466->468



Toluene
LibID:-1 分子式:C7H8 分子量:92 离子数量:41
SI%:93 CAS#:108883 NIST#:227551

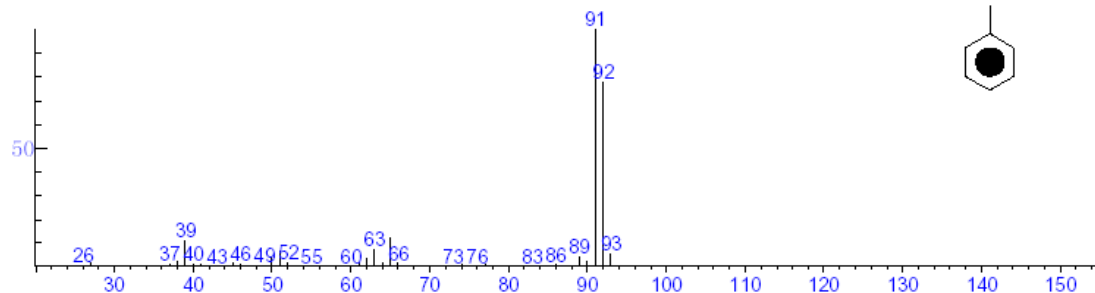
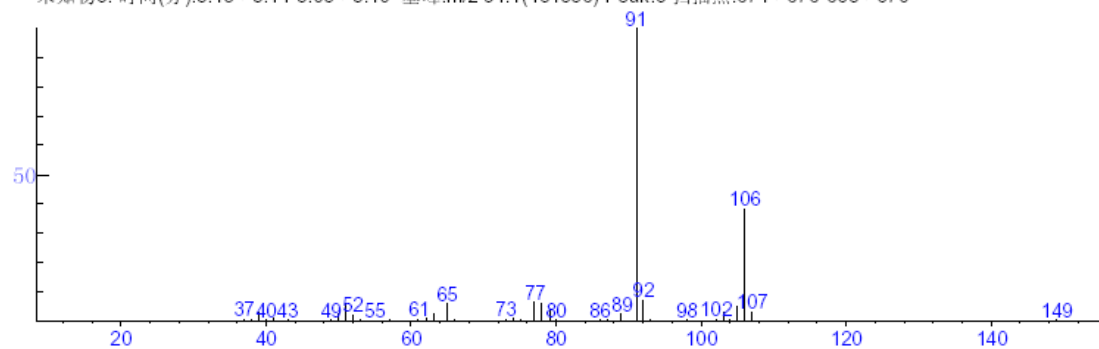


图3 2号峰质谱图及检索结果

未知物3: 时间(分):5.13->5.14-5.08->5.10 基峰:m/z 91.1(481886) Peak:3 扫描点:674->676-668->670



Ethylbenzene

LibID:-1 分子式:C8H10 分子量:106 离子数量:37

SI%:91 CAS#:100414 NIST#:228326

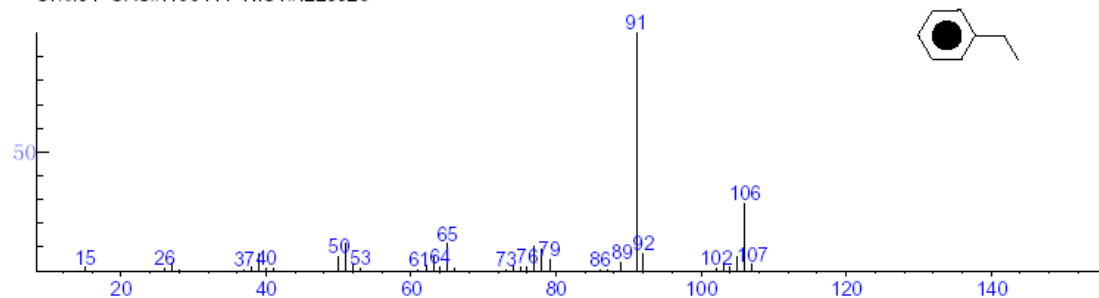


图4 3号峰质谱图及检索结果