

ITEX 动态顶空-GCMS 法测定水中 60 种挥发性有机物

曾海龙 练慧勇 余翀天
赛默飞世尔科技（中国）有限公司

关键词

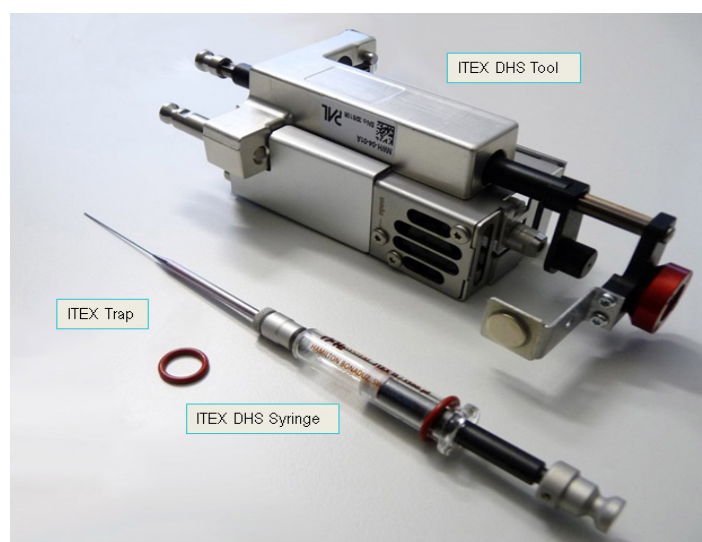
Trace GC 1310-ISQ 单四极杆气质联用; ITEX 动态顶空; 水; 挥发性有机物。

目标

建立一种以 ITEX 动态顶空技术分析水中挥发性有机污染物的检测方法, 满足简单、快速、灵敏度高等要求, 能够检测出水中痕量的挥发性有机物。

引言

水中的挥发性有机物 (volatile organic compounds, VOCs) 是水中一类重要的有机污染物, 主要包括卤代烃、芳香烃等, 是水源水受到环境污染或水源水在某些净化消毒工艺处理过程中产生的副产物。这类有机污染物不仅具有致畸、致癌、致突变性, 还具有持久性和迁移性, 严重影响人们的身体健康。特别是自 1974 年发现生活饮用水中含有致癌的消毒副产物三氯甲烷后, 生活饮用水中的有机污染物受到人们越来越多的关注。由于挥发性有机污染物种类繁多, 挥发性强, 并且在水中含量一般都在 $\mu\text{g/L}$ 浓度水平, 因此很难直接测定。目前国内外测定水中挥发性有机污染物的方法有顶空气相色谱法、固相微萃取气相色谱法、吹扫捕集气相色谱法、吹扫捕集气相色谱质谱联用法等。



而 ITEX 动态顶空作为水中挥发性有机污染物的前处理新型技术, 具有以下特点: 1) 可以从固体、液体和气体样品中快速和有效的富集的挥发性有机物。2) 灵活性和筛查: 可以多次富集、ITEX 动态顶空测量的浓度范围宽。3) 采用注射器式设计: 没有定量环、传输线和切换阀, 避免交叉污染。4) 采用吸附剂吸附。5) 自动冷却, 快速样品制备和缩短周期。6) 无特殊进样口要求, 取样量少、浓缩倍数高、无溶剂污染、方法简单等特点。本文将 ITEX 动态顶空结合 ISQ-LT 气相色谱-质谱仪、T-SIM 扫描模式、色谱柱为 TG-624 ($60\text{ m} \times 0.25\text{ mm} \times 1.4\text{ }\mu\text{m}$) 测定水中 60 种 VOCs, 该方法检出限低, 重现性好, 能够简单而且准确高效的检测水中的挥发性有机物。

仪器

Thermo Scientific™ ISQ 单四极杆气质联用仪，包括：
-TRACE 1310 气相色谱，配分流不分流进样口
-ISQ LT 单四极杆质谱
-Triplus RSH 自动进样器，ITEX 模块。

Thermo Scientific™ TraceFinder 4.0 数据处理系统

耗材

Thermo Scientific™ 毛细管色谱柱 TG-624 (60 m×0.25 mm ×1.4 μm) (P/N 26085-3330)

Thermo Scientific™ 分流直式衬管 (P/N 45350031)

Thermo Scientific™ 低流失进样口隔垫 (P/N 31303233)

Thermo Scientific™ 气相色谱进样口石墨垫 (P/N 290VA191)

Thermo Scientific™ 气相色谱传输线石墨垫 (P/N 290VA265)

Thermo Scientific™ 10 ~ 100 μL 移液器 (JH91538)

Thermo Scientific™ 100 ~ 1000 μL 移液器 (JH91348)

净化

1) C18 固相萃取净化

以 5 mL 甲醇，5 mL 乙腈活化固相萃取柱，将以上所得样品浓缩液上样，再以 4 mL 乙腈洗脱，收集洗脱液，于 40 °C 氮吹至近干，以 1 mL 正己烷定容。

2) 氟罗里硅土固相萃取净化

先后以 5 mL 正己烷、5 mL 乙酸乙酯活化固相萃取柱，将以上洗脱液上样，以 5.0 mL 正己烷 – 乙酸乙酯 (1: 1) 洗脱，收集洗脱液，于 40 °C 氮吹至近干，以 1 mL 正己烷定容。

试剂与标准品

EPA8260 标准品 (60 种化合物，200 μg/mL) 购自上海安谱科学仪器有限公司；甲醇 (CH₃OH)，HPLC 级 (Fisher Scientific P/N A452-4)。

标准溶液的制备

标准品溶液配置：用移液枪移取一定量的 EPA8260 标准品溶液于 2 mL 小瓶中，色谱纯甲醇分步逐级稀释配成浓度为 1.0 μg/mL，备用。

工作曲线溶液：取 5 个 20 mL 螺口顶空瓶，分别加入 10 mL 超纯水 (超纯水需烧开自然冷却)，用移液枪移取适量标准品溶液于 10.0、20.0、40.0、80.0、100.0 mL 顶空瓶中液面以下，立即盖好瓶盖，配置成浓度为：1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 μg/L 的标准溶液，摇匀，待分析。

样品前处理

取 1 个 20 mL 螺口顶空瓶，将样品摇匀，再用 10 mL 移液枪或移液管准确量取 10 mL 样品于顶空瓶，立即盖好瓶盖，待分析。

ITEX 动态顶空条件

General	Incubation temperature	60 °C
	Incubation time	20 min
	Agitator on	5 s
	Agitator off	1 s
	Analysis time	30 min
	Sample volume	1000 µL
	Sampling depth mode	Standard
	Extraction volume	500 µL
	Aspirate flow	50 µL/s
	Dispense flow	50 µL/s
	Extraction strokes	30
	Pullup delay	1 s
	Prefill ratio	40%
Syringe	Syringe temperature	40 °C
	Trap pre cleaning temperature	250 °C
	Trap pre cleaning time	120 s
	Trap extraction temperature	35 °C
	Trap purge time	20 s
	Trap post cleaning temperature	250 °C
	Trap post cleaning time	10 s
	Injection depth	30 mm
	Injection speed	100 µL/s
	Injection temperature	200 °C
	Penetration speed	50 mm/s
Sync/St-by	Agitator standby temp	40 °C
	Syringe standby temp	35 °C
	Trap standby temp	35 °C
	其他	默认值

GC 条件

色谱柱	Thermo Scientific™ TG-624 (60 m × 0.25 mm × 1.4 µm, PN: 26085-3330)
升温程序	60 °C (3 min) , 8 °C /min to 230 °C (0 min)
进样口	进样口温度 220 °C
进样方式	分流, 分流比: 20: 1
载气	高纯氦 (99.999%) , 恒流模式, 流速: 1.2 µL /min

MS 条件

离子源温度	280 °C
传输线温度	230 °C
离子化方式	El, 70 eV
扫描模式	定时扫描模式, 即 T-SIM。保留时间和特征离子见 (表 1)
载气	高纯氦 (99.999%) , 恒流模式, 流速: 1.2 mL/min

表 1. 60 种 VOCs 保留时间及特征离子

序号	英文名	中文名	保留时间 /min	定量离子	定性离子	定性离子
1	dichlorodifluoromethane	二氟二氯甲烷	3.81	87	50	85
2	chloromethane	一氯甲烷	4.12	52	49	50
3	vinyl chloride	氯乙烯	4.25	64	61	62
4	bromomethane	溴甲烷	4.74	96	93	94
5	chloroethane	氯乙烷	4.84	66	49	64
6	trichlorofluoromethane	三氯氟甲烷	5.12	103	66	101
7	1,1-dichloroethylene	1,1-二氯乙烯	5.79	98	61	96
8	methylene chloride	二氯甲烷	6.40	86	49	84
9	trans-1,2-dichloroethylene	反式-1,2-二氯乙烯	6.69	98	61	96
10	1,1-dichloroethane	1,1-二氯乙烷	7.25	83	63	65
11	2,2-dichloropropane	2,2-二氯丙烷	7.98	79	49	77
12	cis-1,2-dichloroethylene	顺式-1,2-二氯乙烯	8.00	98	61	96
13	bromochloromethane	溴氯甲烷	8.34	130	49	128
14	chloroform	氯仿	8.36	85	47	83
15	1,1,1-trichloroethane	三氯乙烷	8.64	99	61	97
16	carb tetrchloride	四氯化碳	8.83	121	117	119
17	1,1-dichloropropylene	1,1-二氯丙烯	8.84	110	75	77
18	Benzene	苯	9.15	78	51	77
19	1,2-dichloroethane	二氯乙烷	9.23	64	49	62
20	trichloroethylene	三氯乙烯	10.02	132	95	130
21	1,2-dichloropropane	1,2-二氯丙烷	10.42	63	41	62
22	dibromomethane	二溴甲烷	10.63	174	93	95
23	bromodichloromethane	一溴二氯甲烷	10.78	85	47	83
24	cis-1,3-dichloropropylene	顺式-1,3-二氯丙烯	11.46	77	39	75
25	toluene	甲苯	11.94	92	65	91
26	trans-1,3-dichloropropylene	反式-1,3-二氯丙烯	12.34	77	39	75
27	1,1,2-trichloroethane	1,1,2-三氯乙烷	12.66	97	61	83
28	tetrachloroethylene	四氯乙烯	12.81	166	129	164
29	1,3-dichloropropane	1,3-二氯丙烷	12.96	78	41	76
30	dibromochloromethane	二溴一氯甲烷	13.32	131	127	129
31	1,2-dibromoethane	1,2-二溴乙烷	13.58	109	81	107
32	chlorotoluene	氯甲苯	14.34	114	77	112
33	ethylbenzene	乙苯	14.41	106	65	91
34	1,1,1,2-tetrachloroethane	1,1,1,2-四氯乙烷	14.46	133	117	131
35	o/p-xylene	间 / 对二甲苯	14.61	106	91	105
36	m-xylene	间二甲苯	15.34	106	91	105

序号	英文名	中文名	保留时间 /min	定量离子	定性离子	定性离子
37	styrene	苯乙烯	15.38	104	78	103
38	bromoform	溴仿	15.82	175	171	173
39	1,3,5-trimethylbenzene	三甲苯	15.94	120	77	105
40	1,1,2,2-tetrachloroethane	四氯乙烷	16.59	95	83	85
41	bromobenzene	溴苯	16.67	158	77	156
42	n-propylbenzene	正丙苯	16.69	120	91	92
43	1,2,3-trichloropropane	1,2,3-三氯丙烷	16.73	110	75	77
44	2-chlorotoluene	2-氯甲苯	16.96	126	89	91
45	isopropylbenzene	异丙苯	17.00	120	77	105
46	4-chlorotoluene	4-氯甲苯	17.16	126	89	91
47	tert-butylbenzene	叔丁基苯	17.59	134	91	119
48	1,2,4-trimethylbenzene	1,2,4-三甲基苯	17.71	120	77	105
49	sec-butylbenzene	仲丁基苯	18.00	134	91	105
50	4-isopropyltoluene	4-异丙基甲苯	18.24	134	91	119
51	1,3-dichlorobenzene	1,3-二氯苯	18.36	148	111	146
52	1,4-dichlorobenzene	1,4-二氯苯	18.54	148	111	146
53	n-butylbenzene	正丁基苯	19.02	134	91	92
54	1,2-dichlorobenzene	1,2-二氯苯	19.26	148	111	146
55	1,2-dibromo-3-chloropropane	1,2-二溴-3-氯丙烷	20.75	157	75	155
56	1,2,4-trichlorobenzene	1,2,4-三氯苯	22.25	182	145	180
57	hexachlorobutadiene	六氯丁二烯	22.43	227	223	225
58	naphthalene	萘	22.76	129	127	128
59	1,2,3-trichlorobenzene	1,2,3-三氯苯	23.22	182	145	180

结果与讨论

标准品色谱图

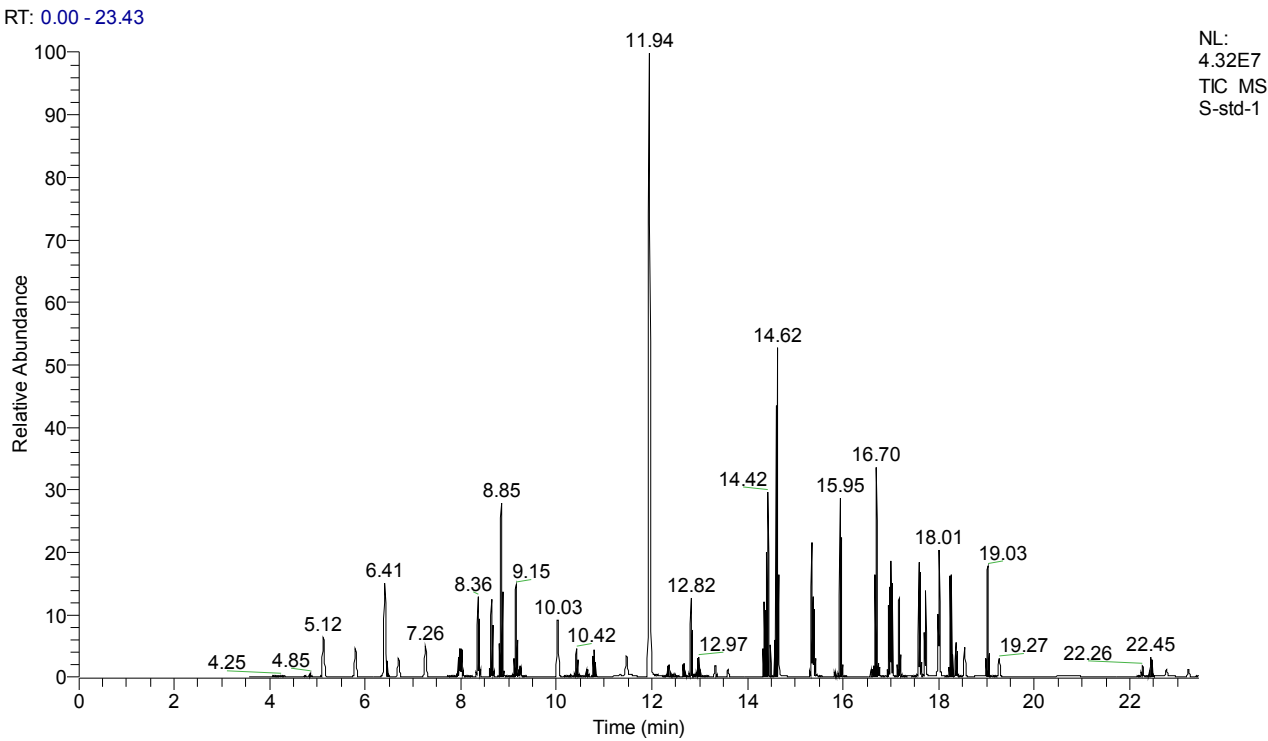


图 1. 标准溶液 T-SIM 总离子流图 (1 μg/L)

线性及重复性

配置混合标准溶液，各浓度分别为 1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 μg/L 的标准溶液，采用上述方法分别进样分析，考察各组分的线性和重复性。实验结果表明 60 种组分在 1.0–10.0 μg/L 线性关系良好，线性相关系数 0.9935–0.9999

(见表 2)。通过比较测定下限和检出限，ITEX 测定下限比吹扫捕集法要低，检出限可以达到 0.1 μg/L，完全满足检测的需求。对浓度为 4.0 μg/L 标准样品平行测试 6 针，RSD 在 2.71–11.35 % 之间，重复性良好。(见表 2)。

表 2. 线性及重复性 (n=6) 等结果

序号	化合物	保留时间 /min	线性范围 /μg/L	检出限 /μg/L	HJ 639-2012 吹扫捕集法测定下限 /μg/L	R ²	RSD/%
1	二氟二氯甲烷	3.81	1.0-10.0	0.5	/	0.9988	11.35
2	一氯甲烷	4.12	1.0-10.0	4.0	/	0.9980	4.14
3	氯乙烯	4.25	1.0-10.0	0.1	2.0	0.9978	5.19
4	溴甲烷	4.74	1.0-10.0	0.1	/	0.9994	6.03
5	氯乙烷	4.84	1.0-10.0	0.1	/	0.9998	4.53
6	三氯氟甲烷	5.12	1.0-10.0	0.1	2.0	0.9998	4.72
7	1,1- 二氯乙烯	5.79	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9996	3.86
8	二氯甲烷	6.40	1.0-10.0	0.1	2.0	0.9997	3.52
9	反式 -1,2- 二氯乙烯	6.69	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9998	3.71
10	1,1- 二氯乙烷	7.25	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9997	3.02
11	2,2-二氯丙烷	7.98	1.0-10.0	0.1	2.0	0.9997	6.73

序号	化合物	保留时间 /min	线性范围 /μg/L	检出限 /μg/L	HJ 639-2012 吹扫捕 集法测定下限 /μg/L	R ²	RSD/ %
12	顺式-1,2-二氯乙烯	8.00	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9998	3.23
13	溴氯甲烷	8.34	1.0-10.0	0.1	2.0	0.9997	3.25
14	三氯甲烷（氯仿）	8.36	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9996	3.44
15	三氯乙烷	8.64	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9998	3.60
16	四氯化碳	8.83	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9998	4.68
17	1,1-二氯丙烯	8.84	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9997	3.89
18	苯	9.15	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9999	3.30
19	二氯乙烷	9.23	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9994	5.75
20	三氯乙烯	10.02	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9992	4.94
21	1,2-二氯丙烷	10.42	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9996	3.42
22	二溴甲烷	10.63	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9988	3.04
23	一溴二氯甲烷	10.78	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9998	3.67
24	顺式-1,3-二氯丙烯	11.46	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9996	3.01
25	甲苯	11.94	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9995	3.45
26	反式-1,3-二氯丙烯	12.34	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9996	2.68
27	1,1,2-三氯乙烷	12.66	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9997	3.51
28	四氯乙烯	12.81	1.0-10.0	0.1	0.8	0.9995	4.25
29	1,3-二氯丙烷	12.96	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9987	3.81
30	二溴一氯甲烷	13.32	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9986	3.73
31	1,2-二溴乙烷	13.58	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9991	3.25
32	氯甲苯	14.34	1.0-10.0	0.1	0.8	0.9995	3.29
33	乙苯	14.41	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9996	3.46
34	1,1,1,2-四氯乙烷	14.46	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9999	3.20
35	间 / 对二甲苯	14.61	1.0-10.0	0.1	2.0	0.9998	3.40
36	邻二甲苯	15.34	1.0-10.0	0.1	0.8	0.9997	3.16
37	苯乙烯	15.38	1.0-10.0	0.1	0.8	0.9991	2.71
38	三溴甲烷（溴仿）	15.82	1.0-10.0	0.1	2.0	0.9995	2.81
39	三甲苯	15.94	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9989	3.50
40	四氯乙烷	16.59	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9996	7.47
41	溴苯	16.67	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9997	3.71
42	正丙苯	16.69	1.0-10.0	0.1	0.8	0.9994	3.91
43	1,2,3 - 三氯丙烷	16.73	1.0-10.0	0.1	0.8	0.9996	4.04
44	2 - 氯甲苯	16.96	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9994	4.00
45	异丙苯	17.00	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9992	4.30
46	4- 氯甲苯	17.16	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9998	4.06
47	叔丁基苯	17.59	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9996	5.10
48	1,2,4 - 三甲基苯	17.71	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9996	4.41
49	仲丁基苯	18.00	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9994	4.80
50	4 - 异丙基甲苯	18.24	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9996	4.63

51	1,3 - 二氯苯	18.36	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9997	3.89
52	1,4- 二氯苯	18.54	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9997	3.87
53	正丁基苯	19.02	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9995	4.24
54	1,2 - 二氯苯	19.26	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9992	2.40
55	1,2 - 二溴 -3- 氯丙烷	20.75	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9962	7.33
56	1,2,4 - 三氯苯	22.25	1.0-10.0	0.1	1.2	0.9968	5.10
57	六氯丁二烯	22.43	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9968	5.01
58	萘	22.76	1.0-10.0	0.1	1.6	0.9935	5.13
59	1,2,3 - 三氯苯	23.22	1.0-10.0	0.1	2.0	0.9974	4.05

回收率实验

取混合标准溶液 40 μL 加入到装有 10 mL 水的顶空瓶中，共 6 份平行添加样品，做回收率实验，结果如下（见表 3），平均回收率在 69.87%–111.60% 之间，结果良好。

表 3. 回收率结果（n=6）

序号	化合物	回收率（%）						平均值（%）
1	二氟二氯甲烷	82.73	75.10	66.73	68.75	65.68	60.23	69.87
2	一氯甲烷	90.10	87.95	90.80	86.93	87.03	80.63	87.24
3	氯乙烯	91.58	92.30	82.55	83.93	84.05	82.90	86.22
4	溴甲烷	96.63	96.08	85.43	88.10	88.58	83.70	89.75
5	氯乙烷	96.93	96.15	86.28	91.28	92.40	88.58	91.93
6	三氯氟甲烷	96.58	94.70	85.65	89.13	89.68	87.28	90.50
7	1,1- 二氯乙烯	99.33	96.83	88.50	93.58	95.25	93.73	94.53
8	二氯甲烷	98.45	98.28	89.33	94.00	95.58	95.45	95.18
9	反式-1,2-二氯乙烯	101.45	99.18	90.73	96.43	97.80	97.18	97.13
10	1,1-二氯乙烷	101.45	100.30	92.93	98.10	98.78	97.38	98.15
11	2,2-二氯丙烷	89.25	86.18	77.50	80.05	78.65	75.05	81.11
12	顺式-1,2- 二氯乙烯	99.88	97.78	90.65	96.15	97.55	96.05	96.34
13	溴氯甲烷	99.25	98.20	90.43	96.33	97.50	97.43	96.52
14	氯仿	100.03	99.10	90.93	96.10	97.60	99.10	97.14
15	三氯乙烷	100.43	98.35	90.23	95.18	96.98	95.98	96.19
16	四氯化碳	93.60	89.55	81.43	85.63	86.80	86.38	87.23
17	1,1- 二氯丙烯	101.35	97.13	89.78	96.15	97.13	97.30	96.47
18	苯	101.70	100.00	92.43	98.73	99.95	99.93	98.79
19	二氯乙烷	95.98	94.10	87.30	93.35	94.73	104.23	94.95
20	三氯乙烯	100.48	97.68	93.30	94.85	100.28	107.03	98.93
21	1,2-二氯丙烷	102.25	101.13	93.10	97.68	99.98	101.35	99.25
22	二溴甲烷	98.10	97.45	91.00	96.58	97.43	99.45	96.67
23	一溴二氯甲烷	101.23	100.43	91.80	96.85	98.10	101.03	98.24
24	顺式-1,3-二氯丙烯	98.28	95.50	89.68	93.05	94.05	93.98	94.09
25	甲苯	100.95	98.05	91.15	97.10	99.08	98.73	97.51

序号	化合物	回收率 (%)						平均值 (%)
26	反式-1,3-二氯丙烯	96.98	94.58	89.68	92.35	95.08	93.40	93.68
27	1,1,2-三氯乙烷	103.38	101.23	93.55	98.05	100.58	101.70	99.75
28	四氯乙烯	101.75	98.58	90.40	95.75	97.88	101.15	97.58
29	1,3-二氯丙烷	102.95	100.20	92.48	99.08	101.68	101.90	99.71
30	二溴一氯甲烷	102.98	101.18	92.45	97.03	99.28	99.78	98.78
31	1,2-二溴乙烷	97.43	96.23	89.23	93.25	95.50	96.90	94.75
32	氯甲苯	100.30	99.78	91.95	95.28	98.80	98.45	97.43
33	乙苯	101.98	100.25	92.53	95.45	98.35	98.25	97.80
34	1,1,1,2-四氯乙烷	101.18	100.08	92.35	96.25	98.20	97.85	97.65
35	间 / 对二甲苯	101.98	99.60	92.30	95.85	98.15	98.43	97.72
36	间二甲苯	102.15	99.80	92.98	97.38	99.58	99.20	98.51
37	苯乙烯	98.78	96.68	91.10	95.20	96.53	96.83	95.85
38	溴仿	101.08	98.60	93.78	97.78	99.50	101.35	98.68
39	三甲苯	102.18	98.65	91.85	97.15	98.63	99.45	97.98
40	四氯乙烷	102.20	103.53	89.30	98.43	92.98	85.95	95.40
41	溴苯	101.20	99.08	91.83	95.95	100.55	100.50	98.18
42	正丙苯	102.03	98.30	90.63	96.83	98.45	99.23	97.58
43	1,2,3-三氯丙烷	103.38	100.55	91.60	98.63	100.85	99.18	99.03
44	2- 氯甲苯	102.53	98.68	90.95	96.98	99.28	99.85	98.04
45	异丙苯	104.00	99.95	91.33	97.75	99.03	101.00	98.84
46	4- 氯甲苯	103.50	99.83	91.65	97.95	100.18	100.83	98.99
47	叔丁基苯	105.90	100.90	90.75	96.65	99.50	100.65	99.06
48	1,2,4- 三甲基苯	104.35	101.25	91.40	98.00	99.13	100.83	99.16
49	仲丁基苯	104.40	100.70	90.33	97.15	98.40	100.45	98.57
50	4- 异丙基甲苯	104.98	101.55	91.65	96.83	99.63	101.20	99.30
51	1,3-二氯苯	105.10	103.70	94.00	99.48	101.83	102.05	101.03
52	1,4-二氯苯	105.23	103.23	93.98	99.08	101.40	101.70	100.77
53	正丁基苯	104.13	102.03	92.23	96.50	99.23	99.50	98.93
54	1,2-二氯苯	103.95	102.88	97.33	100.65	100.15	99.18	100.69
55	1,2-二溴-3- 氯丙烷	120.98	110.83	99.25	106.05	119.38	113.15	111.60
56	1,2,4- 三氯苯	102.30	105.03	95.18	97.25	105.35	93.68	99.80
57	六氯丁二烯	101.95	101.88	92.10	94.33	103.40	94.45	98.02
58	萘	104.73	107.38	98.75	99.75	107.00	94.25	101.98
59	1,2,3-三氯苯	100.13	106.83	99.28	99.43	105.58	96.18	101.23

实际样品检测

取 10 mL 某水样密封于顶空瓶中，按上述检测方法，该水样中检出溴氯甲烷、氯仿和一溴二氯甲烷含量较高，其他还有 34 种化合物微量检出，结果见表 4，总离子流图见图 3。

表 4. 自来水样品检测结果

中文名称	RT (min)	测定浓度 (μg/L)
二氟二氯甲烷	3.81	0.889
氯乙烯	4.25	0.785
溴甲烷	4.74	0.476
氯乙烷	4.84	0.315
三氯氟甲烷	5.12	0.354
1,1-二氯乙烯	5.79	0.274
反式-1,2-二氯乙烯	6.69	0.187
1,1-二氯乙烷	7.25	0.13
2,2-二氯丙烷	7.98	0.415
顺式-1,2-二氯乙烯	8	0.157
溴氯甲烷	8.34	13.24
氯仿	8.36	41.368
三氯乙烷	8.64	0.216
四氯化碳	8.83	1.243
1,1-二氯丙烯	8.84	0.172

二氯乙烷	9.23	0.043
三氯乙烯	10.02	0.376
二溴甲烷	10.63	0.131
一溴二氯甲烷	10.78	4.952
反式-1,3-二氯丙烯	12.34	0.118
四氯乙烯	12.81	0.138
二溴一氯甲烷	13.32	0.65
氯甲苯	14.34	0.096
1,1,1,2-四氯乙烷	14.46	0.307
苯乙烯	15.38	0.153
溴仿	15.82	0.101
三甲苯	15.94	0.125
2-氯甲苯	16.96	0.217
异丙苯	17	0.082
4-氯甲苯	17.16	0.033
叔丁基苯	17.59	0.269
仲丁基苯	18	0.147
1,3-二氯苯	18.36	0.169
1,2-二氯苯	19.26	0.041
1,2,4-三氯苯	22.25	0.586
六氯丁二烯	22.43	0.707
1,2,3-三氯苯	23.22	0.855

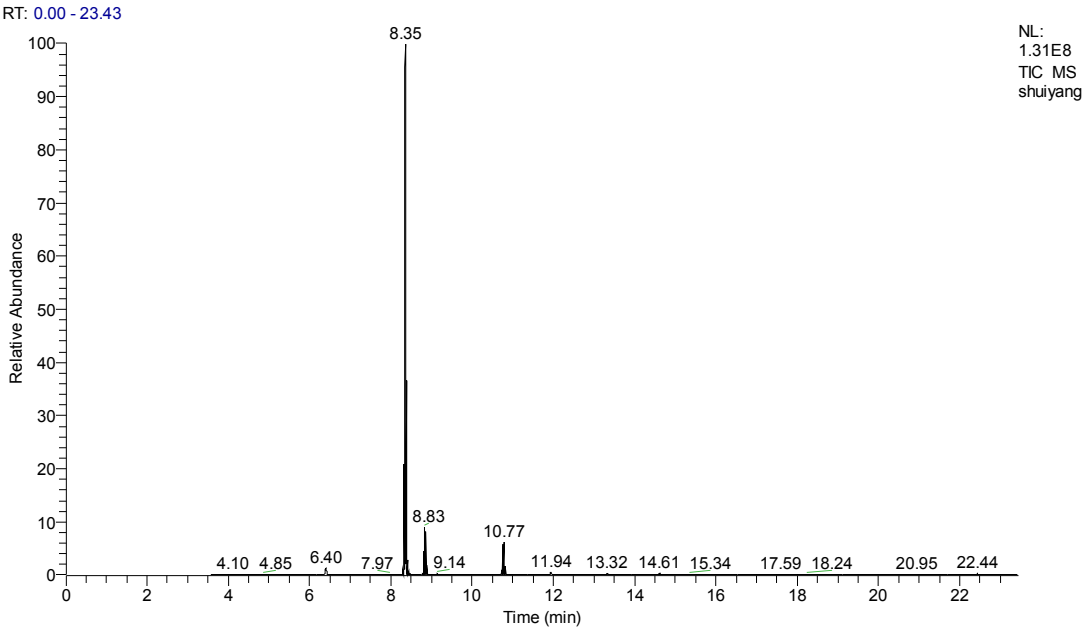


图 3. 自来水样品总离子流图

结论

本文将 ITEX 动态顶空结合 ISQ-LT 气相色谱 - 质谱仪、T-SIM 扫描模式、色谱柱为 TG-624 (60 m × 0.25 mm × 1.4 μm) 测定水中 60 种 VOCs。该方法具有以下特点: (1) ITEX 动态顶空具有高效富集、操作简单、成本低等特点; (2) T-SIM 扫描模式方法编辑简单高效, 到达最佳的分组状态, 提高采集效率和灵敏度; (3) 该检测方法分析时间短, 各组分分离效果好, 回收率高, 重现性好, 前处理简单而且能够准确高效的检测水中的挥发性有机物, 其结果可以和吹扫捕集媲美。

参考文献

- [1] 郑能雄, 林华影, 柯华, 等. 吹扫捕集 - 气相色谱 - 质谱联用法同时测定水中 62 种挥发性有机物 [J]. 中国卫生检验杂志, 2010, 20 (6): 1268-1270.
- [2] 苏贻娟, 黎华寿, 刘崇清, 等. 顶空气相色谱法测定水中多种挥发性卤代烃 [J]. 中国卫生检验杂志, 2007, 12(5): 784-7861
- [3] 林华影, 盛丽娜, 李一丹, 等. 顶空气相色谱法测定饮用水中 12 种挥发性有机物 [J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(10): 2153-21541.
- [4] US, EPA1 Volatile Organic Compounds by GAS Chromatography / Mass Spectrometry (GC / MS) 1U1 S1 EPA Method 8260B1 Revision 21U1 S1: EPA1 19961.
- [5] 陈晓秋. 吹扫捕集 - GC/MS/SIM 法测定水体中挥发性有机污染物 [J]. 分析仪器, 2005, (4): 12-171
- [6] 孙仕萍, 邢大荣, 段江平, 等. 饮用水中 11 种挥发性有机物的顶空气相色谱测定法 [J]. 环境与健康杂志, 2008, 24(8): 630-6321
- [7] 赵国有, 张榕, 殷斌志, 等. 顶空固相微萃取法检测水中的苯系物 [J]. 中国卫生检验杂志, 2000, 10(2): 142-1451
- [8] 许瑛华, 朱炳辉, 杨业, 等. 吹扫捕集 - 气相色谱法测定生活饮用水中挥发性有机物 [J]. 卫生研究, 2006, 35 (5): 644-6461
- [9] 罗添, 周志荣, 林少彬, 等. 吹扫捕集气相色谱质谱法测定饮用水中挥发性有机物 [J]. 卫生研究, 2006, 35 (4): 504-5071
- [10] 罗光华, 郭阿丽, 丁颀梅, 等. 吹扫捕集 - 气相色谱 - 质谱法测定水中 9 种挥发性有机物 [J]. 实用预防医学, 2006, 13(4): 1036-10371



赛默飞
官方微信



赛默飞色谱
和质谱中国

热线 800 810 5118
电话 400 650 5118
www.thermofisher.com

ThermoFisher
SCIENTIFIC