

# 固相萃取-GC/MS 法测定饮用水中 半挥发性有机物

周雯

(江苏省环境监测中心 南京 210029)

测定挥发性有机物已有相对成熟的方法, 而测定半挥发性有机化合物则不同, 因预处理方法的不同会得到不同的结果, 故一直是值得研究的课题。本实验用固相萃取的方法对样品进行预处理, 再进行 GC/MS 分析测定, 对饮用水中的痕量半挥发性有机化合物进行了测定, 得到较好的结果。

## 1 仪器和试剂

使用仪器: 1、GC/MS 色/质联用仪 2、固相萃取装置。

3、色谱柱: DB-5MS 30m×0.25mm×0.25mm 低流失弹性石英毛细管柱

使用试剂: 1、纯化处理的去离子水 2、进口农药级: 甲醇 3、重蒸的  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  (二氯甲烷) 4、EPA525 方法混合标样及内标、替代物

## 2 实验方法

一升含有内标、标记化合物和本方法被测物的水样通过一含有一克 (g) 无机固体介质上键合了 C18 有机相的小柱上。被吸附在 C18 小柱上的有机物经少量的二氯甲烷洗脱下来, 而后蒸发掉部分溶剂进行浓缩。将一定量的浓缩提取物注入高分辨弹性石英毛细管柱气相色谱/质谱系统进行分离, 定性和定量检测, 从色谱柱中流出的化合物靠比较被测样品和数据库中参照标准的质谱和保留时间定性, 参照质谱和保留时间通过在样品测试相同的仪器条件下测量 (校正) 标准溶液获得。每个已确认了的化合物浓度靠比较被测物的定量离子响应值和 (已知浓度) 内标物的定量响应值来获得。每个样品中标记化合物的浓度是已知的。

### 2.1 实验过程

#### 2.1.1 样品采集

采样容器: 1.2 升磨口棕色玻璃瓶

采样方法及保存

所有水样从采样到提取必须保持  $4^\circ\text{C}$ , 在采样时每升水中加入 40-50mg 亚硝酸钠, 加入 6N 盐酸调节样品  $\text{pH}<2$ , 再密封样品瓶口。样品应在  $4^\circ\text{C}$  保存直到分析, 并存放在没有有机物气体干扰的区域。样品在采样时起 7 天内提取, 提取液在 30 天内分析完成。

#### 2.2 样品浓缩与提取—固相萃取过程

近二十年来, 固相萃取发展迅速, 水样经过固相吸附剂量, 溶解于其中的待测组

份被固相吸附剂吸附，待吸附过程结束，用另一种有机溶剂将吸附在吸附剂上的待测组份淋洗下来，这过程中固相萃取。固相萃取方法采用高效、高选择性的固定相，显著减少溶剂用量，简化样品处理程序、快速、简单。

所用固定相以前为活性炭或 XAD 树脂，以往进行半挥发性物质的测定预处理方法主要是将 XAD 活化处理后湿法装填层析柱，进行水样富集的，水量需用 10-100L。今改用商品化 C18 小柱在 Supulco 固相萃取装置上富集水样，只须 1L 水样就行。取得很好的结果，回收率大部分在 80-120%之间，仅少数回收率不理想。

固相萃取的五步步骤：固相萃取小柱的老化；富集、吸附；干燥、脱水；脱附、解吸；浓缩。

### 2.3 样品测定

仪器开机，设定质谱条件、色谱条件、DPFC 条件。用 FC43（全氟三丁基胺）进行自动或手动标准调谐，并用 DFTPP（十氟三苯基磷）进行校正调谐，使其离子丰度符合 EPA525 方法的要求。实际校正调谐结果很好地符合方法要求。

### 3 分析条件

气相色谱条件：柱温 40℃ 8℃/min 280℃（保持 10min）

DPFC(电子压力流量控制)：流量 1.0ml/min

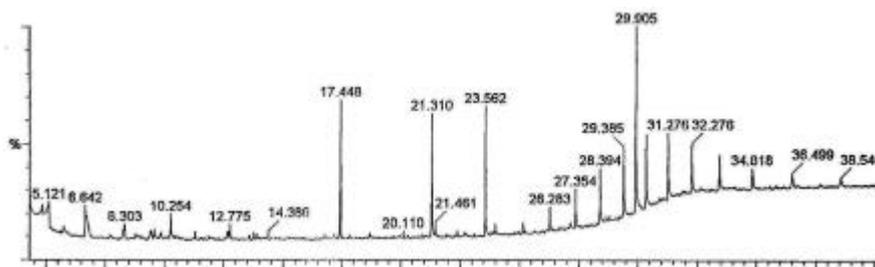
质谱条件：离子源温度：220℃，传输线温度（接口温度）：280℃。

离子源能量：70ev，热量描质量范围：45.00-450.00amu；溶剂延迟：4.00min。

### 4 分析结果与讨论

4.1 DFTPP 校正调谐结果符合美国 EPA525 方法的要求。

4.2 实际水样的总离子流图



4.3 分析结果

从实际水样的测定结果来看：半挥发性有机化合物主要有醚类、直链烃类、非直链烃类、酮类、邻苯二甲酯类、醇类、噻唑类、多环芳烃类。

## Determination of Semivolatile Organic Substances in Drinking Water by Solid-phase Extraction and GC-MS

Zhou Wen