

# 吹扫捕集/GC-MS 联用法测定 饮用水中挥发性卤代烃

## 1 仪器和试剂

GC-MS 3100（北京东西分析仪器公司）和 OI 公司 4660 型吹扫捕集浓缩仪  
6 种挥发性卤代烃标样，甲醇（色谱纯），5mL 玻璃注射器

## 2 分析条件

### 2.1 吹扫捕集装置条件

吹扫温度：40℃，吹扫时间：11min；预脱附温度：180℃，脱附温度：190 度，脱附时间：  
1min，烘烤温度：210℃，烘烤时间：10min

### 2.2 气相色谱条件

色谱柱：DB-5MS（30m×0.25mm×0.25μm）石英毛细管柱；柱流量：1mL/min；柱箱升  
温程序：35℃保持 2min，以 10℃/min 升至 140℃保持 3.5min；汽化室：150℃；分流进样，  
分流比：30:1，载气压力：50KPa，吹扫流量：3mL/min。

### 2.3 质谱条件

离子源：EI 源，源温：150℃；电子能量：70eV，接口温度：150℃，全扫描定性，扫  
描范围：35u~300u，溶剂峰时间：2min，采集时间：2.25min~17min，电子倍增器高压：  
1150V。

## 3 实验结果

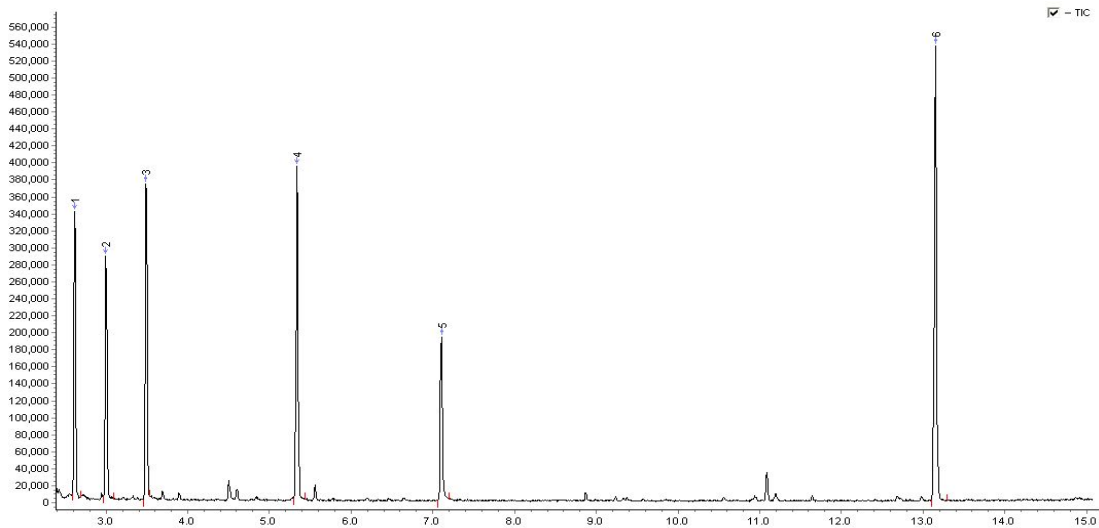


图 1 6 种挥发性卤代烃全扫描总离子流色谱图

表 1 6 种挥发性卤代烃相关信息

峰号	中文名称	英文名称	保留时间 /min	分子式	CAS 号	定量离子
1	三氯甲烷	Trichloromethane	2.62	CHCl <sub>3</sub>	67-66-3	83
2	四氯化碳	Carbon Tetrachloride	3.01	CCl <sub>4</sub>	56-23-5	117
3	三氯乙烯	Trichloroethylene	3.50	C <sub>2</sub> HCl <sub>3</sub>	79-01-6	130
4	四氯乙烯	Tetrachloroethylene	5.35	C <sub>2</sub> Cl <sub>4</sub>	127-18-4	166
5	三溴甲烷	Methane, tribromo-	7.11	CHBr <sub>3</sub>	75-25-2	173
6	六氯丁二烯	1,3-Butadiene, 1,1,2,3,4,4-hexachloro-	13.16	C <sub>4</sub> Cl <sub>6</sub>	87-68-3	225

## 4 标准曲线

以相应特征离子峰面积为横坐标，相应的浓度为纵坐标绘制标准曲线。

表 2 6 种挥发性卤代烃标准曲线及相关系数

序号	化合物名称	保留时间 /min	标准曲线	浓度范围 ng/mL	定量离子
1	三氯甲烷	2.62	$y=0.000074x-1.349813$	4~32	83
2	四氯化碳	3.01	$y=0.000101x-0.434247$	4~32	117
3	三氯乙烯	3.50	$y=0.000105x - 0.193186$	4~32	130
4	四氯乙烯	5.35	$y=0.00011x - 0.118805$	4~32	166
5	三溴甲烷	7.11	$y=0.000127x+0.542994$	4~32	173
6	六氯丁二烯	13.16	$y=0.000089x+0.592531$	4~32	225

## 5 结论

利用 OI 公司的吹扫捕集与 GC-MS3100 联用同时测定了水中的 6 种挥发性卤代烃，采用 DB-5MS (30m×0.25mm×0.25μm) 石英毛细管柱对各组分进行分离，分离效果好，在测定浓度范围内线性关系良好；与传统的液液萃取法相比，此方法在对样品的处理过程中无需使用有机溶剂，对环境不造成二次污染，而且具有取样量少、富集效率高的特点，简便易行，灵敏度高。