

饮用水中苯并(a)芘的 GC-MS 测定

1 设备与试剂

气质联用仪 GC-MS3100 (北京东西分析仪器有限公司)

旋转蒸发仪, 氮吹仪, 微量注射器 (10 μ L), 分液漏斗 (500mL)

苯并芘标准溶液 (5 μ g/mL 甲醇溶液, 中国计量科学研究院), 环己烷 (色谱纯)

无水硫酸钠 (分析纯), 无水乙醇 (优级纯)

2 样品前处理

量取 250mL 水样于 500mL 分液漏斗中, 加入 50mL 环己烷振摇, 注意放气, 充分振摇后静置 10min, 弃掉水层, 将环己烷层转移入 100mL 锥形瓶中, 加入 5g ~ 10g 无水硫酸钠进行干燥。转移入旋转蒸发仪中于 70 $^{\circ}$ C 浓缩至约 2mL, 然后转移至氮吹仪玻璃管中, 浓缩至 0.5mL, 冷却至室温, 供上机分析。

3 分析条件

色谱条件: Equity-5(30m $\times$ 0.25mm $\times$ 0.25 μ m)石英毛细管柱, 柱前压:100KPa, 不分流进样, 进样量:1 μ L, 60s 后打开分流阀, 分流比:40:1, 进样口温度:300 $^{\circ}$ C, 柱箱:100 $^{\circ}$ C 初始保持 1min, 然后以 15 $^{\circ}$ C/min 升至 295 $^{\circ}$ C 保持 10min。

质谱条件: EI 源, 电子能量:70eV, 源温:200 $^{\circ}$ C, 全扫描范围: 45 ~ 280u, 扫描周期: 0.6s, 溶剂延迟: 13min, 采集时间: 13 ~ 24min, 选择离子扫描定量, 监测离子: 126, 248, 250, 252。

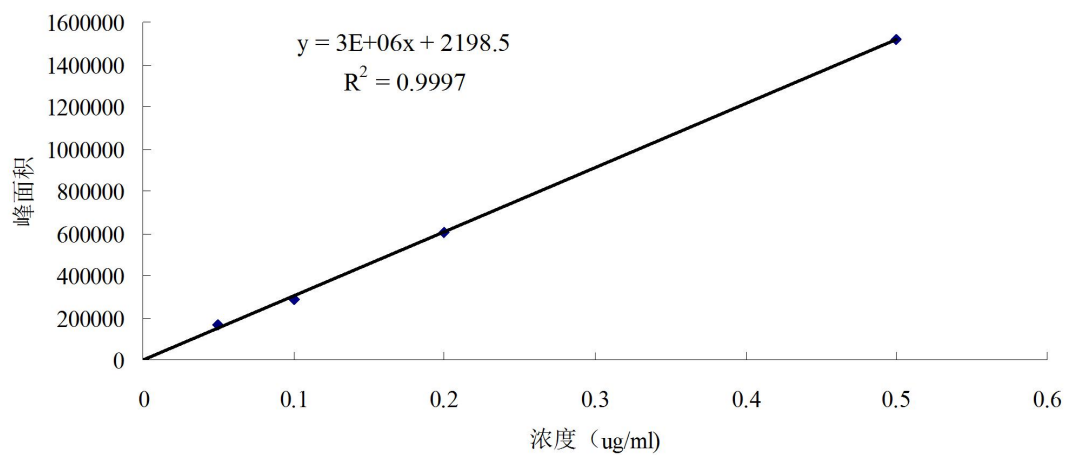
定量离子:250, 接口温度: 300 $^{\circ}$ C

4 分析结果

4.1 标准曲线的绘制

取适量苯并芘标准溶液, 分别配制成 0.05, 0.1, 0.2, 0.5 μ g/mL 的标准系列溶液,

分别取 1 μ L 上机分析，以浓度为横坐标，相应的峰面积为纵坐标绘制标准曲线，如下图。



4.2 样品谱图

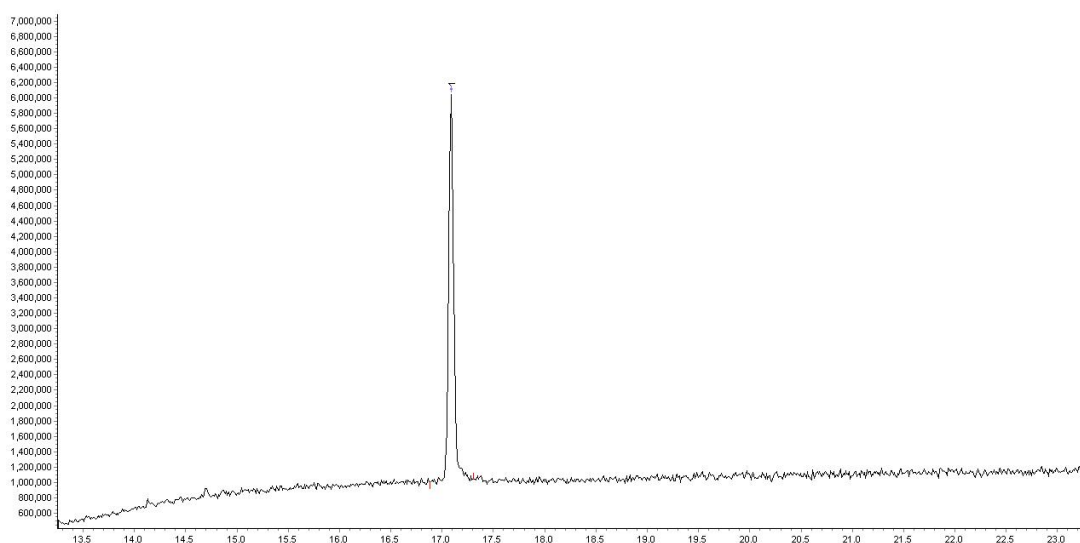


图 1 苯并芘标样全扫描总离子流图

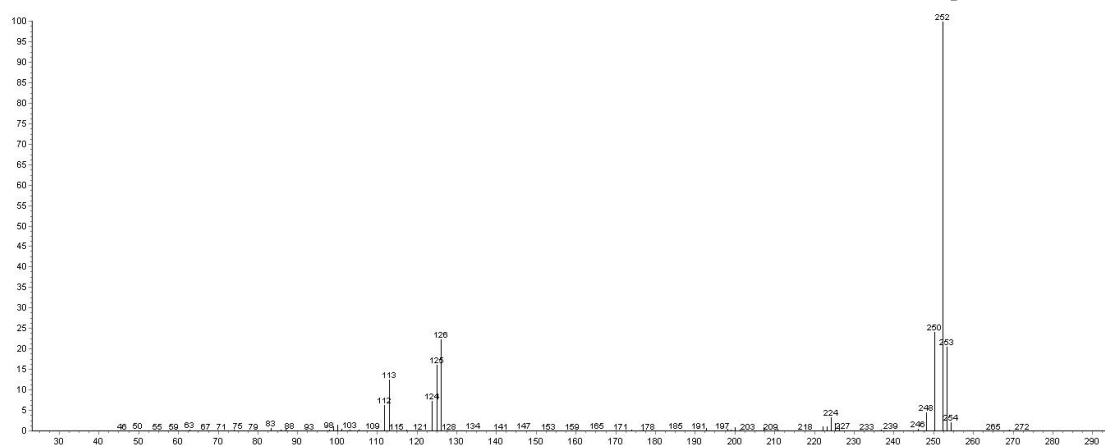


图 2 苯并芘标样全扫描质谱图

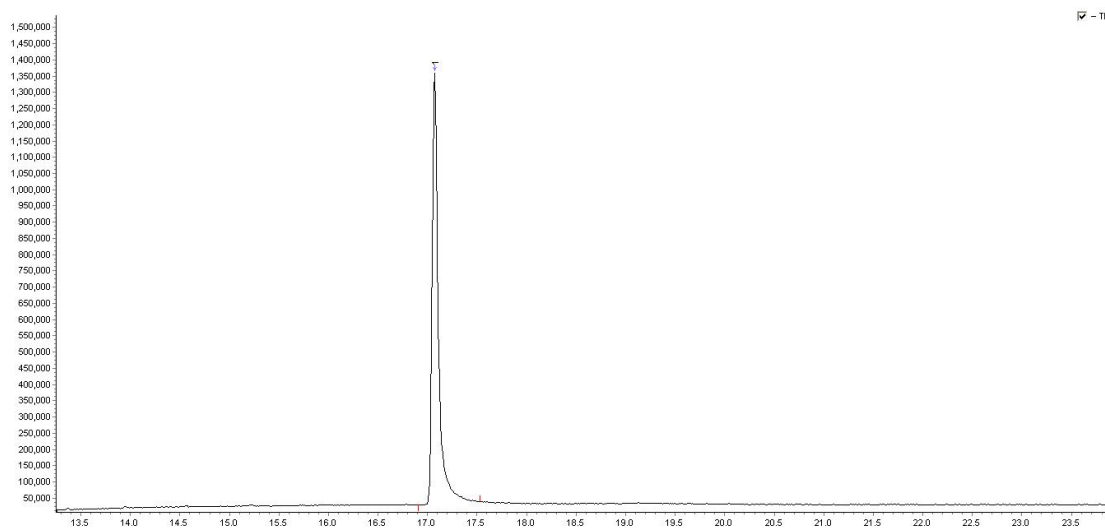


图 3 苯并芘标样 SIM 扫描 TIC 图

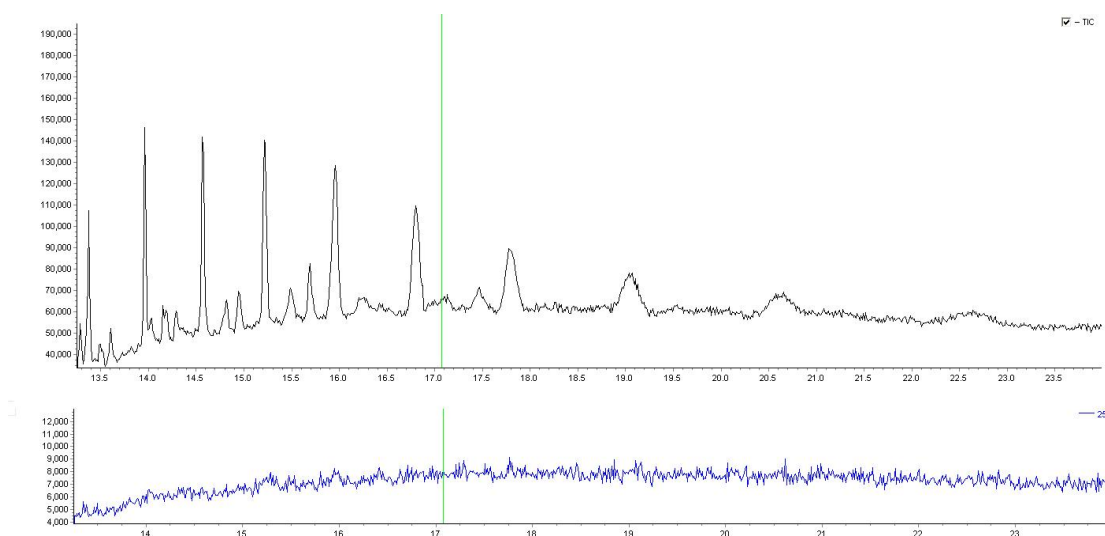


图 4 自来水水样 SIM 扫描 TIC 图和定量离子 (m/z 250) MC 图

5 结论

本文建立了饮用水中苯并(a)芘的 GC-MS 分析方法，采用液液萃取法提取水中的苯并(a)芘并进行浓缩，处理方法简单、快速，选择离子扫描监测，外标法定量；该方法在测定浓度范围内线性关系良好，实验结果表明，GC-MS3100 可以满足其检测要求。