

PT3000吹扫捕集-气相色谱质谱法测定水中环氧氯丙烷含量

张爽

(潍坊医学院, 山东 潍坊 261053)

摘要: 本方法参考《HJ639-2012水质挥发性有机物的测定吹扫捕集/气相色谱-质谱法》和《GB/T5750.8-2023生活饮用水标准检验方法第8部分: 有机物指标》中的20.1, 使用LabTechPT3000全自动固液吹扫捕集仪建立了水中环氧氯丙烷的检测方法。方法得到的环氧氯丙烷校正曲线相关系数为0.999, 检出限0.009 $\mu\text{g/L}$, 回收率为101.5%~102.3%, RSD为3.09%~4.75%, 均满足HJ639-2012和GB/T5750.8-2023中20.1环氧氯丙烷中相应的要求。LabTechPT3000全自动固液吹扫捕集仪有快速排水阀、消泡器、泡沫检测器和除湿阱组件, 保证检测仪器获得更加稳定可靠的检测结果。

关键词: 环氧氯丙烷; 全自动固液吹扫捕集仪

前言

环氧氯丙烷是一种有类似氯仿的气味, 易挥发, 不稳定, 能与乙醇、乙醚、氯仿、三氯乙烷和四氯化碳等互溶, 微溶于水的有机化合物。2017年10月27日, 世界卫生组织国际癌症研究机构公布的致癌物清单中, 环氧氯丙烷是2A类致癌物。环氧氯丙烷的蒸气对呼吸道有强烈刺激性; 反复和长时间吸入能引起肺、肝和肾损害; 高浓度吸入致中枢神经系统抑制可致死; 蒸气对眼有强烈刺激性, 液体可致眼灼伤; 皮肤直接接触液体可致灼伤; 口服引起肝、肾损害, 可致死; 长期少量吸入可出现神经衰弱综合征和周围神经病变。在医药合成、生产甘油、制备环氧树脂、表面活性剂、制备氯醚橡胶和纸张增强剂等生产与储存过程中如操作不当或仪器设备老化会造成环氧氯丙烷泄露于大气和水中, 通过吸入或饮用进入人体, 危害人身健康。所以检测水质中的环氧氯丙烷含量具有重要的现实意义。

1. 实验

1.1 仪器设备

PT3000全自动固液吹扫捕集仪, 莱伯泰科仪器股份有限公司;

TRACE1600气相色谱仪, 赛默飞;

ISQ7610质谱仪, 赛默飞;

1.2 标准溶液配置

环氧氯丙烷曲线系列点浓度如表1所示。

表1 环氧氯丙烷的标准溶液配制梯度

标曲系列点	系列1	系列2	系列3	系列4	系列5	系列6	系列7
-------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

环氧氯丙烷($\mu\text{g/L}$)	0.05	0.25	0.50	1.00	2.50	5.00	1.00
)							
内标($\mu\text{g/L}$)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0

中国仪器仪表表学会

1.3 仪器参数

1.3.1 LabTechPT3000 仪器参数

表2 LabTechPT3000 仪器参数

参数	设置	参数	设置
吹扫温度	室温	烘烤温度	210°C
吹扫流速	40mL/min	烘烤时间	5min
吹扫时间	11min	烘烤流量	150mL/min
吸附温度	40°C	除湿阱就绪温度	室温
预脱附温度	185°C	除湿阱烘烤温度	240°C
脱附温度	190°C	阀箱温度	120°C
脱附时间	1min	GC传输线温度	150°C

1.3.2 GC 仪器参数

色谱柱：DB-62460m*0.25mm*1.40μm；

进样口温度：180°C；

柱流速：1.5mL/min（恒流）；

进样方式：分流进样，分流比3:1；

表3 GC柱温箱升温参数

步骤	升温速率(°C/min)	控制温度(°C)	恒温时间(min)
1	/	50	1
2	20	220	5

1.3.3 MS 仪器参数

表4 MS 仪器参数

参数	设置	参数	设置
离子源	EI源	扫描方式	SIM
离子源温度	230°C	MS传输线温度	240°C

2.测试结果

2.1目标化合物的色谱图

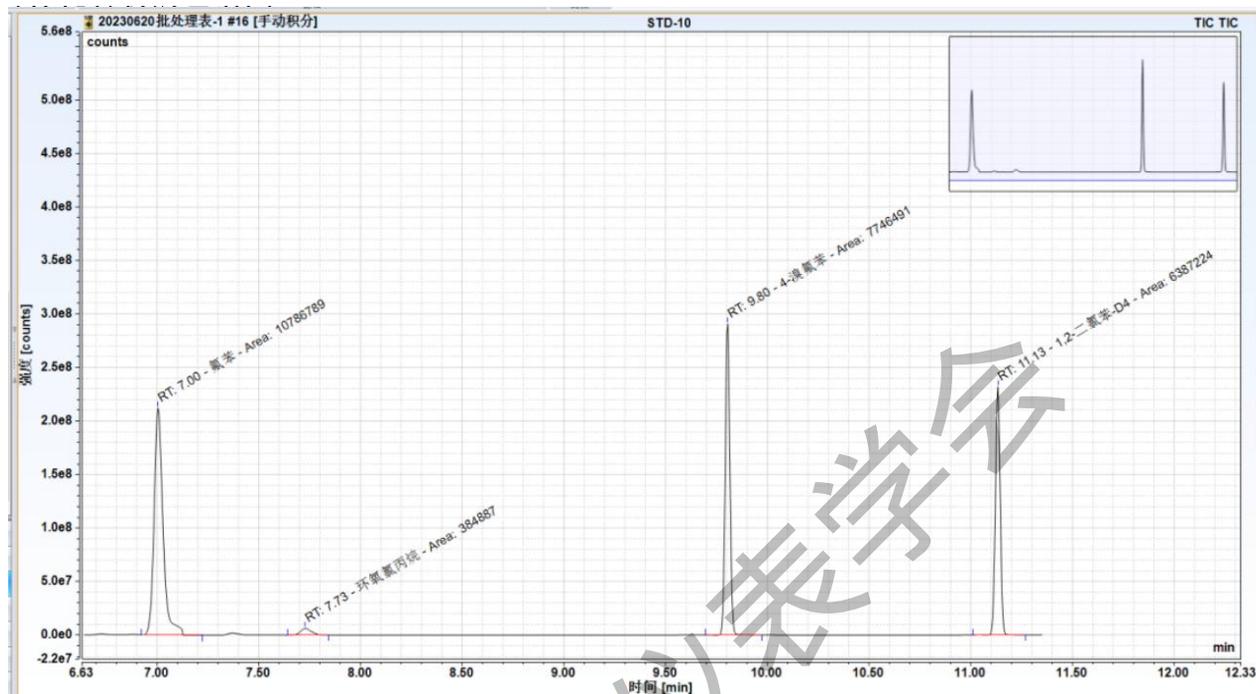


图1 环氧氯丙烷标样色谱图 (10 μ g/LTIC)

2.2标准曲线:

经测试，以目标化合物峰面积（MS）为纵坐标，浓度为横坐标，用线性拟合建立校准曲线。表5为环氧氯丙烷的线性结果R值，以及RF-RSD。从表5结果可见环氧氯丙烷的R为0.999。满足HJ639-2012中8.2.4

要求的曲线相关系数需大于等于0.990。

表5 环氧氯丙烷的线性结果

化合物	保留时间/min	R	RF-RSD
环氧氯丙烷	7.73	0.999	3.73

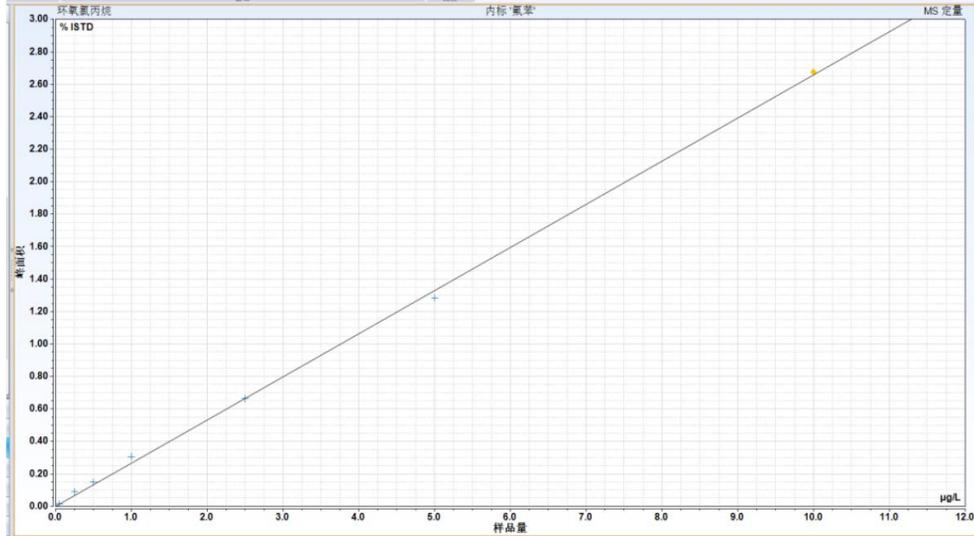


图2 环氧氯丙烷标准曲线结果

2.3 方法检出限

根据HJ168-2020标准中A.1方法检出限的计算方法（ $n=8$ 时 $t=2.896$ ），计算出在此条件下所有物质的检出限及定量下限见表6所示，满足HJ639-2012中附录A要求的SIM方式下，检出限 $2.3\mu\text{g/L}$ ；同时满足GB/T5750.8-2023中20.1环氧氯丙烷要求的最低检测质量浓度为 $0.06\mu\text{g/L}$ 。

表6 环氧氯丙烷的方法检出限

化合物	保留时间min	检出限 $\mu\text{g/L}$	定量下限 $\mu\text{g/L}$
环氧氯丙烷	7.73	0.009	0.037

2.4 精密度及准确性

对浓度为 $0.1\mu\text{g/L}$ 、 $1.0\mu\text{g/L}$ 、 $5.0\mu\text{g/L}$ 的低中高三个浓度分别进行了6次平行测定，得到精密度和准确度结果，见表7，满足HJ639-2012中10.1规定的精密度 $0.4\%\sim 20\%$ 、准确度 $84.7\%\sim 111\%$ 的要求；满足GB/T 5750.8-2023中20.1精密度和准确度中相对标准偏差为 $1.9\%\sim 5.6\%$ 、回收率为 $90.5\%\sim 103\%$ 的要求。

表7 环氧氯丙烷的精密度及准确度

标浓度 $\mu\text{g/L}$	计算浓度 $\mu\text{g/L}$						均浓度 $\mu\text{g/L}$		
	1	2	3	4	5	6	RSD%	平均回收率%	
0.100	0.099	0.103	0.100	0.103	0.108	0.101	0.102	3.13	102.3
1.00	0.975	0.961	1.05	1.01	1.08	1.06	1.02	4.75	102.3
5.00	4.91	5.34	4.99	5.13	5.12	4.96	5.08	3.09	101.5

3. 结论

本实验使用了LabTechPT3000全自动固液吹扫捕集仪，参考《HJ639-2012水质挥发性有机物的测定吹扫捕集/气相色谱-质谱法》和《GB/T5750.8-2023生活饮用水标准检验方法第8部分：有机物指标》

中的20.1，建立了水中环氧氯丙烷的测定方法。方法得到的环氧氯丙烷的校正曲线相关系数为0.999，检出限0.009 $\mu\text{g/L}$ ，回收率为101.5%~102.3%，RSD为3.09%~4.75%，都满足了HJ639-2012和GB/T5750.8-202320.1环氧氯丙烷中相应的要求。

结果表明，该方法检出限低、重现性好、准确度高，可有效检测水质样品中的环氧氯丙烷的含量

。

中国仪器仪表表学会