

使用Iontec Z10 GC-MS 测试生活饮用水中 SVOCs

作者 柴美云 邓小辉 上海艾恩质谱仪器有限公司



前言

邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯等半挥发性有机物（SVOCs）是我国水体环境中广泛存在的一类有机污染物，由于其具有致畸性、致突变性、致癌性以及生殖毒性的特点，已引起广泛关注。

GB/T 5750-2023《生活饮用水标准检验方法》标准中第八部分规范了有机物指标的检测方法，其中邻苯二甲酸二酯等 SVOC 采用固相萃取结合气相质谱法进行检测分析。使用艾恩 Z10 气相色谱质谱联用仪对生活饮用水中 16 种半挥发性有机物进行分析，其分离度、线性和重现性都表现优秀。

实验部分

标准品配置

半挥发性有机物标准储备溶液：十六种组分，溶剂丙酮，品牌安谱，其中乐果、五氯酚和溴氰菊酯浓度为 1000mg/L，其余组分浓度为 400mg/L。内标标准储备溶液：溶剂丙酮，品牌安谱，茚-D10、茚-D12 和菲-D10 浓度都为 1000mg/L。回收率指示物标准储备溶液：溶剂丙酮，品牌安谱，茚-D10 浓度为 1000mg/L。

使用丙酮（农残级，品牌国药）将乐果、五氯酚、溴氰菊酯和回收指示物茚-D10 稀释至 1mg/L、2mg/L、5mg/L、8mg/L、10mg/L，此时其余半挥发性有机物浓度分别为 0.4mg/L、0.8mg/L、2mg/L、3.2mg/L、

4mg/L。内标浓度均为 2mg/L。

仪器

Z10 气质联用仪参数设置如下表 1。

表 1. Z10 气质联用仪设置参数

配有自动进样器的 Z10 气相色谱参数	
衬管	直型，4 mm 内径，带玻璃毛
色谱柱	DB-5MS，30m × 0.25 mm × 0.25 μm
进样口	280℃，分流比 10:1，进样量 1μL
色谱柱气路	He 载气，恒流模式，1mL/min
柱温箱程序	初始温度 50℃，保持 2min，以 20℃/min 的速率升到 320℃，保持 3.5min
载气设置	吹扫时间 0.6min，吹扫流量 70mL/min； 载气节省时间 3min，节省流量 20mL/min
Z10 质谱参数	
扫描模式	定性 SCAN，定量 SIM，定性定量离子见下表 2
溶剂延迟	6.5min
传输线温度	290℃
离子源温度	270℃
扫描质量	45 Da~500 Da
扫描速率	2000 Da/sec

表 2. 16 种半挥发性有机物、内标物及回收率指示物采集参数

编号	化合物	CAS 号	分子式	保留时间	离子：定量离子*	分组
1	敌敌畏	52918-63-5	C ₄ H ₇ Cl ₂ O ₄ P	7.858	*109.0 / 185.0	1
2	2,4,6-三氯酚	52918-63-5	C ₆ H ₃ Cl ₃ O	8.729	132.0 / *196.0	2
3	茚-D10 (IS)	52918-63-5	C ₁₂ D ₁₀	9.662	*162.0 / 164.0	3
4	六氯苯	52918-63-5	C ₆ Cl ₆	11.007	248.9 / *283.9	4
5	乐果	52918-63-5	C ₅ H ₁₂ N O ₃ PS ₂	11.065	*125.0 / 229.0	4
6	五氯酚	52918-63-5	C ₆ HCl ₅ O	11.261	166.9 / *266.0	4
7	林丹	52918-63-5	C ₆ H ₆ Cl ₆	11.331	*181.0 / 219.0	4
8	百菌清	52918-63-5	C ₈ Cl ₄ N ₂	11.485	264.0 / *266.0	4
9	菲-D10 (IS)	52918-63-5	C ₁₄ D ₁₀	11.504	160.0 / *188.0	4
10	甲基对硫磷	52918-63-5	C ₈ H ₁₀ N O ₅ PS	11.97	*125.0 / 263.0	5
11	七氯	52918-63-5	C ₁₀ H ₅ Cl ₇	12.124	*100.0 / 272.0	5

应用简报编号：IT26002-CN

12	马拉硫磷	52918 -63-5	C ₁₀ H ₁₉ O ₆ PS ₂	12.26 2	*127.0 / 173.0	5
13	毒死蜱	52918 -63-5	C ₉ H ₁₁ Cl NO ₃ P S	12.36 3	199.0 /*314.0	5
14	对硫磷	52918 -63-5	C ₁₀ H ₁₄ NO ₅ PS	12.45 4	*109.0 / 291.0	5
15	茚-D10 (回收率指示物)	52918 -63-5	C ₁₈ D ₁₀	13.27 7	106.0 /*212.0	6
16	o,p'-DDT	52918 -63-5	C ₁₄ H ₉ Cl 5	13.87 6	165.0 /*235.0	7
17	p,p'-DDT	52918 -63-5	C ₁₄ H ₉ Cl 5	14.21	165.0 /*235.0	8
18	茚-D12 (IS)	52918 -63-5	C ₁₈ D ₁₂	14.79 6	120.0 /*240.0	9
19	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	52918 -63-5	C ₂₄ H ₃₈ O ₄	14.80 8	*149.0 / 167.0	9
20	溴氰菊酯	52918 -63-5	C ₂₂ H ₁₉ Br ₂ NO ₃	17.09 7	*181.0 / 253.0	10

表 3. 16 种半挥发性有机物线性

化合物	浓度, ppm					R2
	L1	L2	L3	L4	L5	
敌敌畏	0.4	0.8	2.0	3.2	4.0	0.998
2,4,6-三氯酚	0.4	0.8	2.0	3.2	4.0	0.997
茚-D10 (IS)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	ISTD
六氯苯	0.4	0.8	2.0	3.2	4.0	0.999
乐果	1.0	2.0	5.0	8.0	10.0	0.998
五氯酚	1.0	2.0	5.0	8.0	10.0	0.992
林丹 (γ-666)	0.4	0.8	2.0	3.2	4.0	0.998
百菌清	0.4	0.8	2.0	3.2	4.0	0.997
菲-D10 (IS)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	ISTD
甲基对硫磷	0.4	0.8	2.0	3.2	4.0	0.999
七氯	0.4	0.8	2.0	3.2	4.0	0.999
马拉硫磷	0.4	0.8	2.0	3.2	4.0	0.996
毒死蜱	0.4	0.8	2.0	3.2	4.0	0.996
对硫磷	0.4	0.8	2.0	3.2	4.0	0.998
茚-D10 (回收率指示物)	0.4	0.8	2.0	3.2	4.0	0.999
o,p'-DDT	0.4	0.8	2.0	3.2	4.0	0.996
p,p'-DDT	0.4	0.8	2.0	3.2	4.0	0.996
茚-D12 (IS)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	ISTD
邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	0.4	0.8	2.0	3.2	4.0	0.998
溴氰菊酯	1.0	2.0	5.0	8.0	10.0	0.998

结果与讨论

标准品色谱图

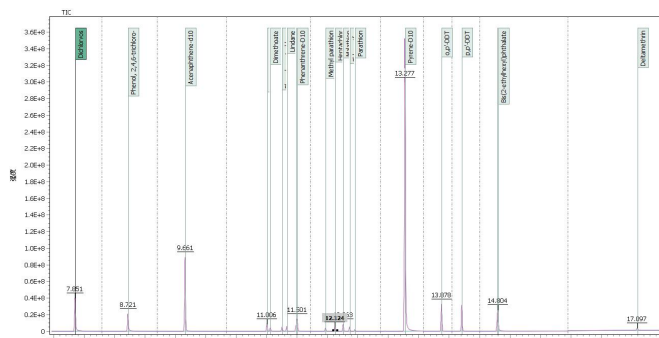


图 1. 16 种半挥发性有机物、内标物及回收率指示物色谱图

16 种半挥发性有机物、3 种内标物及 1 种回收率指示物色谱图如图 1 所示。

线性

对浓度为 0.4mg/L、0.8mg/L、2mg/L、3.2mg/L 和 4mg/L 的混合标准溶液（乐果、五氯酚和溴氰菊酯浓度为 1mg/L、2mg/L、5mg/L、8mg/L 和 10mg/L）进行分析，绘制校准曲线。16 种半挥发性有机物相关系数如表 3 所示。所有化合物均表现出良好的线性，其中五氯酚判定系数 R2 为 0.992，其余化合物的判定系数 R2 均大于 0.996。

重现性

分别取 0.4mg/L、0.8mg/L 和 4mg/L 的半挥发性有机物混合标准溶液（乐果、五氯酚和溴氰菊酯浓度为 1mg/L、2mg/L 和 10mg/L）进行重现性测试。16 种半挥发性有机物峰面积及保留时间 RSD 见表 4。

其中，0.4mg/L 和 0.8mg/L 连续 6 针峰面积 RSD 均小于 4%，4mg/L 连续 6 针峰面积 RSD 小于 6%。0.4mg/L 连续 6 针保留时间 RSD≤0.01%，0.8mg/L 和 4mg/L 连续 6 针保留时间 RSD 均小于 0.03%。

表 4. 16 种半挥发性有机物及回收指示物重现性

编号	峰面积重现性 RSD,% (n=6)			保留时间重现性 RSD,% (n=8)		
	0.4mg/L	0.8mg/L	4mg/L	0.4mg/L	0.8mg/L	4mg/L
1	1.643	2.149	5.199	0.008	0.014	0.023
2	1.574	1.813	3.619	0.008	0.016	0.016
3	0.934	1.738	3.449	0.008	0.010	0.014
4	1.297	1.975	3.133	0.007	0.011	0.014
5	3.000	2.223	4.008	0.007	0.012	0.012
6	0.530	1.539	2.778	0.010	0.010	0.012
7	1.029	1.643	3.662	0.010	0.011	0.012
8	1.054	1.749	3.229	0.008	0.009	0.012
9	0.763	2.040	5.219	0.009	0.008	0.011
10	1.061	1.748	4.268	0.010	0.009	0.010
11	2.187	1.976	3.837	0.008	0.010	0.009
12	1.823	1.801	5.278	0.009	0.006	0.011
13	0.633	2.021	5.094	0.010	0.009	0.009
14	0.753	2.297	5.254	0.007	0.006	0.010
15	1.324	1.906	3.708	0.008	0.007	0.010

编号	峰面积重现性 RSD,% (n=6)			保留时间重现性 RSD,% (n=8)		
	0.4mg/L	0.8mg/L	4mg/L	0.4mg/L	0.8mg/L	4mg/L
16	3.009	2.260	3.645	0.008	0.009	0.013

RSD≤0.01%。

参考文献

1. GB/T 5750-2023 《生活饮用水标准检验方法》

连续 6 针 0.8mg/L TIC 叠加谱图见图 2，其中溴氰菊酯叠加图见图 3。

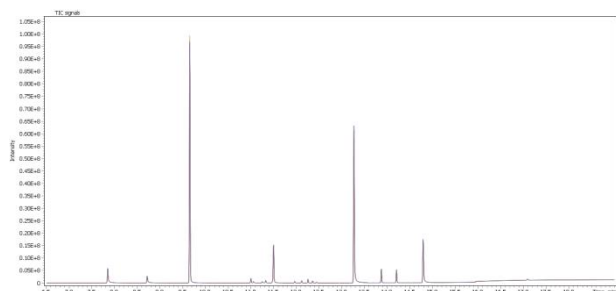


图 2. 连续 6 针 TIC 叠加谱图 (0.8mg/L)

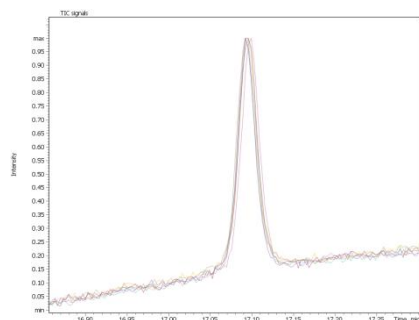


图 3. 连续 6 针溴氰菊酯叠加图 (0.8mg/L)

结论

使用艾恩在 Z10 GCMS 分析生活饮用水中 16 种半挥发性有机物组分，结果表明，Z10 GCMS 具有良好的线性和重复性，所有化合物的 R^2 均大于 0.992，0.4mg/L 连续 6 针峰面积 RSD 均小于 4%，保留时间

www.iontec.com
上海艾恩质谱仪器有限公司

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知