文章类型：论文|刊号（ISSN）：2529-7821

气相色谱-质谱法测定水中 20 种多氯联苯

冯芳敏　朱聪玲　车国文　郭宝莲
青海金云环境科技有限公司
DOI:10.32629/hwr.v3i2.1911

[摘　要] 本文建立气相色谱-质谱法测定水中 20 种多氯联苯。Scan 模式采集数据,以保留时间和定性离子定性,外标法定量;分别采用液液萃取和固相萃取两种前处理方法。结果表明：方法检出限 0.55-1.3ng/L,精密度＜5.0%,加标回收率在 88-90%之间。该方法精密度和准确度高,适用于水中多氯联苯的测定。
[关键词] 多氯联苯(PCBs)；气相色谱质谱法；水中

多氯联苯(PCBs)广泛存在于环境中,极难溶于水,易溶于有机溶剂,是一类持久性有机污染物[1-2],因此被列入《关于持久性有机污染物(POPs)项目之一[3]。按照氯原子个数及取代基位置的不同,目前发现 209 种异构体,因此建立完善的 PCBs 分析技术,为高效定量检测环境水体中 PCBs 含量具有重要意义。目前 PCBs 主要检测方法有气相色谱法和气相色谱质谱法,本文选用气相色谱质谱法测定水中 20 种 PCBs,旨在优化 PCBs 检测条件,为 PCBs 检测提供理论依据。

1 实验部分

1.1 主要仪器

Agilent7890B-5977B 气相色谱-质谱联用仪(美国安捷伦公司)、DB-35MS 色谱柱(30m×0.25um×0.25mm,美国安捷伦公司)、固相萃取仪 YKO-06(长沙永乐康仪器设备有限公司)、氮吹浓缩仪 MTN-5800(天津奥特赛恩斯仪器有限公司)

垂直振荡器 YKD-06(长沙永乐康仪器设备有限公司)。

1.2 主要试剂

标准溶液：18 种多氯联苯混标(PCB28、52、101、81、77、123、118、114、138、105、153、126、167、156、157、180、169、189)正己烷,10mg/L；PCB194 异辛烷,10mg/L；PCB206 异辛烷 100mg/L 均购于 Accustand 公司；乙酸乙酯、甲醇、正己烷(CNW,色谱纯)；C18 柱(Agela Technologies)；高纯氮气(≥99.999%)。

1.3 实验方法

1.3.1 标准曲线的配制

配制成 20.0、50.0、100.0、200.0、300.0、400.0、500.0μg/L 的混合标准系列。

1.3.2 色谱条件

GC 条件：DB-35MS 毛细管色谱柱(30m×0.25mm×0.25μm),柱箱初始温度 120℃(保持 0.5min),以 5℃/min 的速率上升至 280℃(保持 4min)。柱流量 1.2mL/min,进样量 1.0uL。

MS 条件：Inert 源；四级杆温度 150℃；进样口 270℃；离子源 230℃；质量数 45-450amu。

1.3.3 水样前处理

1.3.3.1 固相萃取法

C18 柱活化：分别用 5mL 正己烷/乙酸乙酯溶液(1+1)、5mL 甲醇和 5mL 纯水过柱,保持填料湿润。取水样 100mL,水样以 50～200mL/min 的流速匀速通过固相萃取柱,依次用 5mL 乙酸乙酯、5mL 正己烷和 6mL 正己烷/乙酸乙酯溶液洗脱固相萃取柱,收集全部有机相,过无水硫酸钠,氮吹浓缩至 1.0mL,上机测定。

1.3.3.2 液液萃取法

准确量取水样 100mL 至分液漏斗中,加入 20g 氯化钠,完全溶解后加入 10mL 正己烷,用手振摇 30s 排气,振荡 5min 后静置分层。重复萃取两次,合并三次的萃取液经无水硫酸钠脱水后,用 6mL 正己烷淋洗合并萃取液和淋洗液,氮吹浓缩至 1.0mL。

2 结果与分析

2.1 标准曲线

按照上述 GC-MS 条件进行标准物质的测定,以浓度(ug/L)为横坐标,响应值为纵坐标绘制标准曲线。按照样品分析全步骤,对浓度值为估计方法检出值 2-5 倍样品进行 7 次平行测定,计算 7 次的标准偏差,乘以 t 值(t=3.143)计算方法检出限。标准曲线线性方程、相关系数、方法检出限见表 1。

表 1　20 种 PCBs 标准曲线方程、相关系数及检出限

物质名称	CAS 号	线性方程	相关系数	检出限(ng/L)
PCB 28	7012-37-5	y = 959.523x - 5296.324	R^2 = 0.9998	0.73
PCB 52	35693-99-3	y = 524.604x - 3220.462	R^2 = 0.9997	0.66
PCB 101	37680-73-2	y = 666.924 * x -5353.305	R^2 = 0.9994	0.99
PCB 81	70362-50-4	y = 815.223 x - 7536.260	R^2 = 0.9990	0.92
PCB 77	32598-13-3	y = 811.083 x - 5030.732	R^2 = 0.9990	0.68
PCB 123	65510-44-3	y = 747.886 x - 7834.876	R^2 = 0.9992	0.64
PCB 118	31508-00-6	y = 891.699x - 9244.694	R^2 = 0.9991	1.3
PCB 114	74472-37-0	y = 842.270 x - 9477.074	R^2 = 0.9994	0.81
PCB 138	35065-28-2	y = 515.539 x - 5753.096	R^2 = 0.9993	0.93
PCB 105	32598-14-4	y = 763.185x - 7544.349	R^2 = 0.9995	0.55
PCB 153	35065-27-1	y = 462.513x - 5281.313	R^2 = 0.9987	0.88
PCB 126	57465-28-8	y = 745.967x - 10381.336	R^2 = 0.9990	0.86
PCB 167	52663-72-6	y = 572.630 x - 8216.519	R^2 = 0.9981	0.74
PCB 156	38380-08-4	y = 493.091x - 3666.808	R^2 = 0.9982	0.71
PCB 157	69782-90-7	y = 688.986 x - 8031.403	R^2 = 0.9991	0.92
PCB 180	35065-29-3	y = 525.626x - 7394.191	R^2 = 0.9989	0.90
PCB 169	32774-16-6	y = 478.532 x - 6355.207	R^2 = 0.9993	0.29
PCB 189	39635-31-9	y = 525.189x - 7581.874	R^2 = 0.9997	1.1
PCB 194	35694-08-7	y = 330.011 x - 4697.990	R^2 = 0.999	1.3
PCB 206	40186-72-9	y = 154.936x - 4247.607	R^2 = 0.9992	0.78

Copyright © This word is licensed under a Commons Attibution-Non Commercial 4.0 International License.

第 3 卷◆第 2 期◆版本 1.0◆2019 年 2 月
文章类型：论文|刊号（ISSN）：2529-7821

提高水利工程测量水平的措施探析

杨新花
额敏县水利局
DOI:10.32629/hwr.v3i2.1899

[摘　要] 对于水利工程建设而言,测量工作具有至关重要的作用,不管是在工程设计期间,还是在工程施工期间,都需要通过测量工作对相关数据进行有效的获取,而这也是确保水利工程建设质量和运行效率的前提,但在实际工作当中,往往有很多因素都会对工程测量水平造成一定的影响,从而影响工程测量的准确性,导致测量数据无法得到有效的应用。因此,本文针对水利工程测量进行讨论,对影响测量水平的相关因素加以了解,并探讨强化水利工程测量水平的具体措施,希望能够有效提升相关测量工作的质量,为水利工程的发展提供相应的支撑。
[关键词] 水利工程；测量水平；措施

在近些年当中,我国的水利建设事业发展迅速,这对国家经济发展产生了很大的推动作用,而由于水利工程本身具有一定的特殊性,所以其在建设质量方面具有较高的要求,但想要对工程的建设质量加以保证,在具体施工期间,就不能简单的凭借经验进行操作,必须要确保施工的精确性,所以需要将测量工作落实到整个施工过程当中。但就目前的水利工程测量来看,由于测量环境复杂,测量人员技术水平参差不齐,加上测量仪器等因素的影响,在测量质量方面还有待提升,因此,还需要从多方面入手,对各项强化措施进行积极的应用,这对于测量水平的提升具有积极的作用。

1 影响水利工程测量水平的相关因素

1.1 外部因素影响

通常情况下,水利工程测量都是在无遮蔽的自然环境下进行的,所以,非常容易遇到外部环境干扰,特别是在一些较为偏远的区域,由于工作条件较差,测量工作可能会受到一定的干扰。如,测量现场风速较大,测量仪器容易发生抖动,难以保证水准气泡的准确性,从而影响测量质量；又如,在森林区域,光线容易受到树叶的遮挡,可能会造成读数偏差等问题,或者是测量区域光照较强,未能做好遮光处理工作,同样会影响读数的准确性。

1.2 人员因素

在水利工程当中,测量人员对于自身工作是否重视,以及自身综合素质的高低会对测量工作的水平造成直接的影响,因为对于测量工作而言,人是具体的操作者与实施者,而水利工程中的测量工作本身涉及内容较为广泛,涵盖多个领域与学科,需要专业测量人员严格按照相关标准及测量流程进行相关操作,任何环节出现错误都会直接影响测量工作的质量。除此之外,如果在实际工作当中,测量人员不重视本质工作,认为该项工作在水利建设当中并不重要,工作期间应付了事,也会对工程测量水平造成一定的影响。

1.3 仪器因素

对于水利工程来说,其测量工作基本都是利用相关测量

2.2 精密度和准确度

表 2　20 种 PCBs 精密度和准确度数据

化合物名称	精密度%	加标回收率%		化合物名称	精密度%	加标回收率%	
		固相萃取	液液萃取			固相萃取	液液萃取
PCB 28	2.3	98	96	PCB 153	2.3	99	98
PCB 52	2.9	103	98	PCB 126	4.2	89	95
PCB 101	3.2	100	97	PCB 167	5.5	94	96
PCB 81	4.4	93	95	PCB 156	4.2	95	96
PCB 77	3.6	90	95	PCB 157	4.9	88	91
PCB 123	3.5	97	99	PCB 180	2.1	96	98
PCB 118	2.4	93	93	PCB 169	4.5	92	98
PCB 114	3.3	88	90	PCB 189	3.6	96	96
PCB 138	2.8	98	96	PCB 194	3.0	98	98
PCB 105	3.7	96	100	PCB 206	4.4	94	93

3 结论

本实验建立了气相色谱质谱法测定水中 20 种多氯联苯的方法。经仪器条件和前处理条件优化,其方法检出限、按照色谱条件,连续测定 6 次浓度为 200ug/L 的标准溶液,计算精密度。在未知样品中加入一定量的标准物质,使其固相萃取加标浓度为 200ug/L,液液萃取加标值为 300ug/L,计算其加标回收率,见表 2。

和准确度均能达到水质检测要求,适用于水质 20 种多氯联苯的测定。

[参考文献]

[1]聂湘平.多氯联苯的环境毒理研究动态[J].生态科学,2003,22(02):171-176.

[2]胡英,祁士华,张俊鹏,等.重庆地下河中多氯联苯的分布特征及健康风险评价[J].环境科学学报,2011,31(8):1685-1690.

[3]沈平.《斯德哥尔摩公约》与持久性污染物(POPs)[J].化学教育,2005,26(6):6—10.

Copyright © This word is licensed under a Commons Attibution-Non Commercial 4.0 International License.