

P&T – GC – MS 法测定水中 54 种挥发性有机物

武法伟¹,袁鹏辉^{1*},陈明晓^{1,2},董军¹,高帅¹
(1. 山东省地矿工程勘察院 山东 济南 250014; 2. 中国石油大学,重质油国家重点实验室,北京 102249)

摘 要:建立了同时测定水中 54 种挥发性有机物(VOCs)的吹扫捕集-气相色谱-质谱联用法,并对吹扫捕集条件进行了优化。优化后的方法,54 种 VOCs 在 0.50 ~ 40.00 μg/L 质量浓度范围内线性良好,相关系数 R^2 均 > 0.995 6,检出限为 0.021 ~ 0.105 μg/L,加标回收率为 76.4% ~ 110.8%,相对标准偏差为 2.33% ~ 15.8%。该法操作简单,消耗费用低,分析速度快,具有良好的灵敏度、回收率和重现性,能够满足生活饮用水中 54 种 VOCs 的同时测定。
关键词:吹扫捕集;色谱质谱联用;选择离子检测;挥发性有机物
中图分类号:X832;O657.7⁺¹ 文献标志码:B 文章编号:1674-6732(2017)04-0026-06

Study on the 54 Kinds of Volatile Organic Compounds in Water by Purg and Trap Coupled with Gas Chromatography-Mass Spectrometry

WU Fa-wei¹, YUAN Peng-hui^{1*}, CHEN Ming-xiao^{1,2}, DONG Jun¹, GAO Shuai¹
(1. Shandong Geological Engineering Investigation Institute, Ji'nan, Shandong 250014, China; 2. State Key Laboratory of Heavy Oil Processing, China University of Petroleum, Beijing 102249, China)

Abstract: An analytical method for simultaneous determination of 54 kinds of volatile organic compounds (VOCs) in water was established and optimized. The correlation coefficients of 54 kinds of VOCs were good in the range from 0.50 to 40.00 μg/L, and the detection limits ranged from 0.021 to 0.105 μg/L, the average recovery was among 76.4% to 110.8% with the relative standard deviation of 2.33% ~ 15.8%. The method is simple operation, low cost consumption, fast analysis speed, good sensitivity, recovery and reproducibility.
Key words: Purg and trap; GC-MS; Selective ion monitoring; Volatile organic compounds

挥发性有机物(VOCs)是在常温下以蒸气形式存在的一类有机污染物,主要为烃类、氧烃类、卤代烃类、芳香烃类、氮烃及硫烃类化合物^[1-3],广泛分布于空气、水、土壤及其他介质中。VOCs 不仅是形成 PM_{2.5}的重要前体物质,而且对人体的眼睛、皮肤、呼吸系统具有较强的刺激性,部分物质浓度超过一定限值时,对人体的肝脏、肾脏以及中枢神经系统均有一定的损害^[4-5],尤其是苯、甲苯、氯苯类等有机污染物^[6-10]。

由于 VOCs 沸点低、易挥发、种类繁多,而且在水中浓度通常为痕量级别^[11-13],因此,在分析测定水中 VOCs 时,前处理技术和检测方法显得尤其重要。

吹扫捕集法(P&T)是一种动态顶空技术。P&T 取样量少、富集效率高、受基体干扰小,容易实现在线检测,是一种非平衡态连续萃取,可以将

被测物进行浓缩,从而大大提高方法的灵敏度^[14]。

现综合 P&T 富集能力强、萃取效率高和 GC-MS 高分离、分辨能力强的特点,建立可以同时快速测定水中 54 种 VOCs 的 P&T – GC – MS 法,为水中 VOCs 的测定提供参考。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

7890B – 5977 型气质联用仪(Agilent 公司,美国),配备 7650A 型自动进样器;Atomx 全自动固

收稿日期:2017-01-16;修订日期:2017-03-10
基金项目:山东省地质勘查基金资助项目(SSDZS-2015-GTT01)
作者简介:武法伟(1974—),男,高级工程师,本科,从事实验技术管理工作。
* 通讯作者:袁鹏辉 E-mail:yuan19880120@163.com

液一体吹扫捕集装置(Tekmar 公司,美国),配聚四氟乙烯 (PTFE) 衬垫螺旋盖的 40 mL 吹扫瓶(Tekmar 公司,美国);BK - 360B 超声波清洗器(巴克超声设备有限公司);Mile - Q 超纯水系统(Millipore 公司,美国),turbovap II 全自动浓缩仪(Biotage 公司,瑞典)。

54 种 VOCs 混合标准溶液(1 000 mg/L)、内标物(氟苯、1,4 - 二氯 - D4 混标,二者均为 500 mg/L)和替代物(甲苯 - D8、4 - 溴氟苯、二溴氟甲烷混标,三者均为 250 mg/L)均购自 Accu Standard 公司。甲醇为色谱纯,HCl 为分析纯,实验用去离子水为超纯水。

1.2 仪器分析条件

吹扫捕集器条件:吹扫气体氮气($\geq 99.999\%$);吹扫温度 30 ℃;阀温度 150 ℃;吹扫时间和流量分别为 11 min 和 40 mL/min;干吹时间 1 min;解吸预热温度 200 ℃;解吸温度 220 ℃;解吸时间 3 min;烘烤温度 230 ℃;烘烤时间 8 min。

气相色谱条件:DB - 624 色谱柱(30 m × 0.25 mm × 1.4 μm);载气 He($\geq 99.999\%$);进样口温度 250 ℃;恒流模式,柱流速 1.0 mL/min;分流比 20:1;程序升温:35 ℃(2 min) $\xrightarrow{15\text{ min}}$ 120 ℃(3 min) $\xrightarrow{6\text{ min}}$ 150 ℃ $\xrightarrow{30\text{ min}}$ 240 ℃(2 min)。

质谱条件:电子轰击源(EI);离子化能量 70 eV;离子源温度 230 ℃,四极杆温度 150 ℃,接口温度 280 ℃;扫描范围 m/z 为 35 ~ 300 u,溶剂延迟 3 min。

2 结果与讨论

2.1 色谱行为

采用全扫模式(SCAN)检测,根据 GC - MS 谱

库对 54 种 VOCs、内标和替代物进行定性,内标法进行定量。由于目标化合物较多,性质差异较大,为获得较好的分离效果,选择分离效果较好的 DB - 624 柱(30 m × 0.25 mm × 1.4 μm)作为分析柱,54 种 VOCs、内标和替代物的总离子流色谱图(TIC)见图 1,图中峰号对应物质参见表 1^[15]。

采用选择离子扫描模式(SIM)扫描,根据有机物出峰的先后顺序对其进行分组扫描,不仅可以提高目标物特征离子的扫描频率,降低试样中其他碎片离子的干扰,而且可以明显提高检测的灵敏度,研究中根据保留时间将 54 种 VOCs、内标物和替代物分成 4 组,分别为 3.00 ~ 6.40,6.40 ~ 9.00,9.00 ~ 12.40 和 12.40 ~ 18.50 min,详见表 1。

2.2 吹扫捕集条件的优化

吹扫温度、吹扫时间、吹扫流量、解吸温度、解吸时间、烘烤时间是影响吹扫捕集效率的 6 个主要因素^[16-18]。现以 5.00 μg/L 的混合标准溶液为测试对象,每个因素选出 5 个水平,不考虑交互作用,进行正交实验,对吹扫捕集条件进行优化。

吹扫捕集条件及正交设计 125(5⁶)其结果分析见表 2,吹扫捕集条件的正交实验结果的方差分析见表 3。由表 2 和表 3 可见,各因素取最大值时效果最好,即: A₅ B₅ C₅ D₅ E₅ F₅。但吹扫温度越高,吹扫时间越长,吹扫流量越大,虽然可以在一定范围内明显提高 VOC_s 中高沸点组分的吹扫效率,但不利于低沸点物质的吹扫,而且带入的水蒸汽也随之增多,减少色谱柱寿命并影响检测结果;同理,解吸温度越高,解吸与烘烤时间越长,同样可以提高 VOC_s 组分的解吸效率,从而提高各组分的回收率,但与此同时也会增加消耗的能量,延长分析时间,导致分析效率降低。因此,在保证具有较好吹

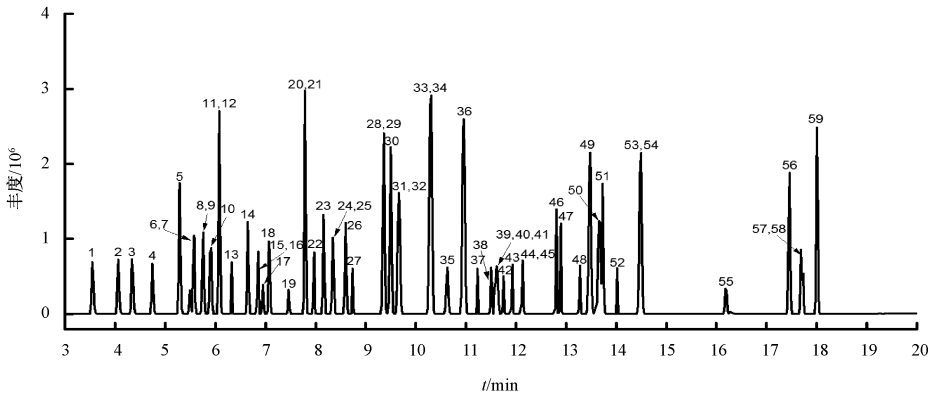


图 1 54 种 VOCs、内标和替代物在 DB - 624 柱上的总离子流色谱图(1.00 mg/L)

表 1 54 种 VOCs、内标物和替代物特征离子、保留时间及方法性能指标^①

峰号	化合物	RT/min	特征离子	线性方程	R ²	检出限/(μg·L ⁻¹)		RSD/%				回收率/%			
						本方法	国标 ^[15]	1.00 μg/L	10.00 μg/L	20.00 μg/L	1.00 μg/L	10.00 μg/L	20.00 μg/L	1.00 μg/L	20.00 μg/L
1	1,1-二氯乙烯	3.547	61 [*] ,63,96,98	y=0.020 01 x-0.002 63	0.999 6	0.072	0.12	7.94	6.27	5.22	87.6	92.9	93.5		
2	二氯甲烷	4.064	49 [*] ,51,84,86	y=0.016 77 x+0.003 25	0.998 6	0.027	0.03	12.4	8.25	6.79	89.1	87.5	90.2		
3	反-1,2-二氯乙烷	4.344	61 [*] ,63,96,98	y=0.009 43 x+0.001 63	0.997 0	0.053	0.06	8.91	12.8	6.39	95.2	96.5	91.7		
4	1,1-二氯乙烷	4.750	61,63 [*] ,65,83	y=0.005 92 x+0.006 17	0.999 2	0.034	0.04	11.4	12.0	5.89	86.3	87.2	89.3		
5	顺-1,2-二氯乙烷	5.293	61 [*] ,63,96,98	y=0.030 38 x+0.000 71	0.998 6	0.077	0.12	9.42	10.3	6.80	94.1	86.6	89.8		
6	溴氯甲烷	5.507	49 [*] ,51,128,130	y=0.017 16 x+0.000 93	0.999 5	0.026	0.04	11.2	9.86	9.73	90.5	76.4	83.2		
7	氯仿	5.578	47,83 [*] ,85,87	y=0.159 44 x-0.003 24	0.997 2	0.024	0.03	9.52	8.49	8.56	81.6	97.2	93.6		
8	二溴氟甲烷	5.666	19,93,111 [*] ,192	y=0.117 69 x+0.004 52	0.998 0										
9	1,1,1-三氯乙烷	5.754	61,97 [*] ,99,117	y=0.360 99 x+0.053 70	0.995 6	0.024	0.03	8.79	9.78	5.73	76.8	94.1	94.5		
10	四氯化碳	5.903	82,117 [*] ,119,121	y=0.245 43 x+0.031 57	0.996 5	0.071	0.08	13.9	9.87	8.67	89.5	93.9	96.3		
11	苯	6.088	50,51,77,78 [*]	y=0.393 16 x-0.021 25	0.997 7	0.078	0.21	8.68	4.24	9.52	97.4	89.7	92.7		
12	1,2-二氯乙烷	6.088	49,62,63,64	y=0.159 87 x-0.011 36	0.999 1	0.026	0.04	11.7	5.81	7.59	88.8	95.3	97.5		
13	氟苯	6.215	50,70,75,96 [*]												
14	三氯乙烯	6.650	95 [*] ,97,130,132	y=0.049 29 x-0.012 23	0.997 3	0.079	0.19	15.8	12.1	6.90	91.2	96.8	91.6		
15	1,2-二氯丙烷	6.853	41,77 [*] ,79,97	y=0.049 62 x-0.012 93	0.999 8	0.036	0.04	9.12	11.3	4.91	88.7	97.3	92.8		
16	2,2-二氯丙烷	6.853	41,62,63 [*] ,65	y=0.754 48 x+0.050 60	0.999 0	0.097	0.35	10.2	4.25	7.40	89.4	96.1	90.3		
17	二溴甲烷	6.954	93,95,172,174 [*]	y=0.257 28 x+0.016 99	0.996 9	0.053	0.24	7.30	3.66	6.46	90.9	108.7	96.5		
18	二溴一氯甲烷	7.089	48,127,129 [*] ,131	y=0.074 73 x+0.000 81	0.999 0	0.037	0.05	9.64	7.99	7.68	92.9	90.4	91.6		
19	一溴二氯甲烷	7.482	47,48,83 [*] ,85	y=0.239 48 x-0.018 09	0.999 1	0.068	0.08	7.83	8.42	9.03	97.2	88.2	88.0		
20	顺-1,3-二氯丙烷	7.801	39,49,75 [*] ,77	y=0.260 12 x-0.017 80	0.997 8	0.036	0.04	8.79	5.03	9.31	92.7	92.4	89.8		
21	甲苯-D8	7.889	54,70,98 [*] ,100	y=0.188 86 x-0.001 61	0.998 1										
22	甲苯	7.977	39,65,91 [*] ,92	y=0.115 24 x-0.000 46	0.997 0	0.085	0.11	8.72	6.67	5.81	82.5	84.0	85.1		
23	反-1,3-二氯丙烷	8.168	39,75 [*] ,77,110	y=0.209 76 x-0.008 70	0.997 2	0.033	0.04	10.8	4.95	7.76	96.2	84.0	86.2		
24	1,1,2-三氯乙烷	8.352	83,85,97 [*] ,99	y=0.142 09 x-0.009 34	0.998 0	0.074	0.10	9.68	5.63	9.24	80.6	86.4	88.6		
25	1,3-二氯丙烷	8.404	39,41,76 [*] ,78	y=0.591 28 x+0.119 59	0.998 5	0.037	0.04	13.6	7.51	8.94	78.9	110.8	105.6		
26	四氯乙烯	8.603	129,131,164,166 [*]	y=0.133 70 x-0.002 82	0.999 0	0.031	0.14	10.2	4.32	9.61	82.1	91.4	92.7		
27	1,2-二溴乙烷	8.753	79,81,107 [*] ,109	y=0.115 03 x+0.005 18	0.998 9	0.058	0.06	9.21	5.48	6.33	102.3	96.5	93.2		
28	氯苯	9.364	51,77,112 [*] ,114	y=0.143 54 x+0.007 70	0.998 3	0.036	0.04	7.85	8.92	5.72	84.9	96.6	83.3		
29	1,1,1,2-四氯乙烷	9.465	117,119,131 [*] ,133	y=0.230 86 x-0.020 60	0.998 4	0.042	0.05	9.14	7.24	8.85	89.8	93.3	95.7		
30	乙苯	9.507	51,65,91 [*] ,106	y=0.323 94 x-0.026 91	0.997 3	0.057	0.06	8.47	8.61	5.94	92.9	97.9	96.3		
31	间二甲苯	9.671	77,91 [*] ,105,106	y=0.093 71 x-0.003 78	0.997 2	0.034	0.05	9.62	7.76	5.18	87.5	94.7	97.4		
32	对二甲苯	9.671	77,91,105,106 [*]	y=0.124 28 x-0.005 56	0.997 2	0.085	0.13	10.2	6.53	7.65	96.5	95.3	97.9		
33	邻二甲苯	10.309	77,91 [*] ,105,106	y=0.124 28 x-0.005 56	0.999 1	0.066	0.11	7.61	7.24	9.93	87.2	90.2	96.5		

续表

峰号	化合物	RT/min	特征离子	线性方程	R ²	检出限/(μg·L ⁻¹)		RSD/%				回收率/%			
						本方法	国标 ^{〔15〕}	1.00 μg/L	10.00 μg/L	20.00 μg/L	1.00 μg/L	10.00 μg/L	20.00 μg/L	1.00 μg/L	20.00 μg/L
34	苯乙稀	10.309	77, 78, 91*, 103	y = 0.399 86 x - 0.046 46	0.999 7	0.033	0.04	5.88	7.24	4.97	86.6	102.3	102.3	86.6	97.4
35	溴仿	10.631	91, 171, 173*, 175	y = 0.712 42 x - 0.068 84	0.999 5	0.094	0.12	6.82	6.37	5.31	76.4	83.1	83.1	76.4	95.2
36	异丙苯	10.961	77, 79, 105*, 120	y = 1.118 51 x - 0.012 17	0.998 8	0.079	0.15	11.2	7.68	5.22	97.2	93.7	93.7	97.2	92.9
37	4-溴氟苯	11.230	75, 95, 174*, 176	y = 0.447 11 x - 0.062 03	0.999 8										
38	1,1,2,2-四氯乙烷	11.497	83*, 85, 87, 95	y = 0.985 27 x + 0.008 64	0.999 1	0.042	0.05	9.76	6.36	8.23	94.1	94.2	94.2	94.1	97.5
39	溴苯	11.538	51, 77*, 156, 158	y = 0.536 15 x - 0.051 27	0.997 4	0.057	0.06	8.42	5.53	4.60	93.9	106.9	106.9	93.9	98.3
40	1,1,2-三氯丙烯	11.58	39, 75*, 77, 110	y = 1.101 13 x - 0.097 09	0.998 0	0.034	0.05	13.1	8.92	8.78	89.7	88.4	88.4	89.7	97.5
41	1,2,3-三氯丙烷	11.58	61, 75*, 77, 110	y = 0.823 68 x - 0.049 06	0.999 2	0.085	0.13	7.38	14.5	5.96	95.3	106.7	106.7	95.3	95.5
42	正丙苯	11.763	65, 91*, 92, 120	y = 0.446 69 x - 0.039 55	0.998 8	0.066	0.11	10.7	5.82	2.33	96.8	94.2	94.2	96.8	94.8
43	2-氯甲苯	11.928	39, 63, 91*, 126	y = 0.066 19 x - 0.001 36	0.998 7	0.033	0.04	12.9	6.25	8.72	97.3	89.8	89.8	97.3	89.8
44	4-氯甲苯	12.243	63, 89, 91*, 126	y = 0.032 55 x - 0.000 76	0.999 1	0.094	0.12	11.4	7.45	6.33	96.1	103.6	103.6	96.1	91.2
45	1,3,5-三甲苯	12.243	77, 105*, 119, 120	y = 0.331 24 x - 0.018 19	0.999 8	0.079	0.15	9.79	8.33	7.45	108.7	83.2	83.2	108.7	90.8
46	叔丁苯	12.802	41, 91, 119*, 134	y = 0.737 75 x + 0.062 33	0.999 8	0.031	0.04	7.09	7.34	6.40	90.4	95.9	95.9	90.4	98.1
47	1,2,4-三甲苯	12.907	77, 105*, 119, 120	y = 0.484 66 x + 0.036 58	0.998 8	0.022	0.03	7.34	8.16	5.38	88.2	90.3	90.3	88.2	91.3
48	仲丁苯	13.278	77, 91, 105*, 134	y = 0.627 77 x + 0.010 67	0.999 6	0.059	0.10	9.52	7.69	7.25	92.4	107.4	107.4	92.4	94.3
49	1,3-二氯苯	13.484	75, 111, 146*, 148	y = 0.253 86 x - 0.000 73	0.999 7	0.030	0.32	9.62	6.48	7.03	84.0	91.3	91.3	84.0	93.7
50	异丙基甲苯	13.608	91, 119*, 120, 134	y = 0.525 89 x - 0.084 69	0.997 5	0.026	0.04	8.45	6.76	3.92	84.0	104.9	104.9	84.0	93.0
51	1,4-二氯苯	13.679	75, 111, 146*, 148	y = 0.498 03 x - 0.076 88	0.999 8	0.032	0.04	14.0	6.96	9.32	86.4	94.6	94.6	86.4	98.4
52	1,4-二氯苯 - D4	14.015	52, 78, 115, 150*												
53	1,2-二氯苯	14.515	75, 111, 146*, 148	y = 0.693 08 x + 0.062 33	0.999 8	0.021	0.03	10.4	7.65	6.74	105.5	89.7	89.7	105.5	87.0
54	正丁苯	14.515	65, 91*, 92, 134	y = 0.426 56 x + 0.023 33	0.999 9	0.075	0.11	9.17	6.29	8.22	91.4	90.3	90.3	91.4	93.7
55	1,2-二溴-3-氯丙烷	16.205	39, 75, 155, 157*	y = 0.552 51 x + 0.010 57	0.999 4	0.105	0.26	11.6	11.0	9.43	96.5	105.2	105.2	96.5	91.9
56	1,2,4 - 三氯苯	17.457	145, 180, 182*, 184	y = 0.438 33 x - 0.071 28	0.999 7	0.034	0.04	7.82	8.69	6.77	90.1	93.4	93.4	90.1	93.6
57	六氯丁二烯	17.694	190, 223, 225*, 227	y = 0.471 88 x - 0.012 59	0.999 7	0.069	0.11	8.72	6.85	8.35	88.5	103.9	103.9	88.5	90.5
58	萘	17.739	51, 127, 128*, 129	y = 0.393 51 x - 0.023 03	0.999 5	0.027	0.04	13.8	8.22	7.96	92.9	98.2	98.2	92.9	92.3
59	1,2,3-三氯苯	18.016	145, 180*, 182, 184	y = 0.611 03 x - 0.048 81	0.999 6	0.028	0.03	9.63	8.33	6.13	87.5	86.4	86.4	87.5	95.5

① * 表示定量离子。

扫捕集效率的前提下,从保护仪器,降低能耗,提高检测分析效率的角度来考虑,最终选取 A₂B₃C₃D₅E₃F₃,即吹扫温度 30 ℃、吹扫时间 11 min、吹扫流量 40 mL/min、解吸温度 210 ℃、解吸时间 3 min、烘烤时间 8 min 为吹扫捕集条件。

表 2 吹扫捕集条件及正交设计 L25(5 ⁶) 其结果分析 ^①						
水平数	A	B	C	D	E	F
	吹扫 温度 /℃	吹扫 时间 /min	吹扫流量 /(mL· min ⁻¹)	解吸 温度 /℃	解吸 时间 /min	烘烤 时间 /min
1	20	7	20	170	1	4
2	30	9	30	180	2	6
3	40	11	40	190	3	8
4	50	13	45	200	4	10
5	60	15	50	210	5	12
K ₁	0.831	0.836	0.834	0.824	0.822	0.829
K ₂	0.842	0.842	0.845	0.836	0.832	0.845
K ₃	0.846	0.851	0.854	0.844	0.852	0.850
K ₄	0.859	0.852	0.857	0.858	0.856	0.854
K ₅	0.873	0.858	0.862	0.873	0.860	0.856

① K₁,K₂,K₃,K₄,K₅无量纲。

表 3 吹扫捕集条件的正交实验结果的方差分析					
方差来源	偏差平方和	自由度	F 比	F 值	显著性
A	0.006	4	1.500	2.780	>0.05
B	0.002	4	0.500	2.780	<0.05
C	0.001	4	0.250	2.780	>0.05
D	0.004	4	1.000	2.780	>0.05
E	0.009	4	2.250	2.780	>0.05
F	0.002	4	0.500	2.780	>0.05

2.3 方法性能指标

2.3.1 标准曲线及检出限

以甲醇为溶剂,配制 54 种目标化合物和替代

物质质量浓度为 0.50,1.00,2.00,5.00,10.00,20.00 和 40.00 μg/L 的混合标准溶液系列溶液,每个空白和样品分别通过吹扫捕集自动进样器加入 25 mg/L 的内标溶液 2 μL,按 1.2 条件进行分析。以目标化合物浓度与内标物浓度的比值为横坐标,目标化合物定量离子峰面积与内标物定量离子峰面积的比值为纵坐标,进行线性回归,结果见表 1。结果表明,54 种 VOCs 中各组分在质量浓度 0.50 ~40.00 μg/L 范围内,具有良好的线性关系,相关系数均>0.995 0,满足相关检测要求。

将 54 种目标化合物质量浓度为 0.50 μg/L 的混合标准溶液重复进样 7 次,以 3 倍 SIN(信噪比)为考察指标,计算出各组分的方法检出限,结果显示方法检出限为 0.021 ~0.105 μg/L(见表 1)。

2.3.2 方法的精密度及回收率

用纯水配制各目标化合物质量浓度为 1.00,10.00 和 20.00 μg/L 的混合标准溶液各 6 份,按 1.2 条件检测,结果见表 1。

由表 1 可知,54 种 VOCs 的加标回收率为 76.4% ~110.8%,相对标准偏差 RSD 为 2.33% ~15.8%,说明方法具有较好的回收率和精密度,能够满足相关检测要求。

2.4 实际样品检测

采用本文建立的 P&T – GC – MS 法,对济南市 3 个饮用水源地表层水样进行检测分析,每个样品取一个平行样,采用实验室空白、空白加标和平行样进行质量控制,共检测到 8 种物质,总体污染较少,其中以二氯甲烷和四氯化碳污染最为普遍(见表 4)。

表 4 实际样品检测结果									μg/L
化合物	水源地一			水源地二			水源地三		
	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	样品 9
二氯甲烷	0.632	0.751	0.467	—	—	—	0.578	—	—
三氯甲烷	12.263	10.285	—	1.549	—	8.674	—	—	—
三氯乙烯	—	—	—	—	0.527	—	—	—	—
四氯化碳	1.365	1.473	1.042	—	—	—	1.873	1.764	1.927
一氯二溴甲烷	—	—	—	—	0.783	—	—	—	—
1,2 – 二氯乙烷	—	—	—	—	—	0.667	0.875	—	—
1,1,1 – 三氯乙烷	—	—	1.249	0.864	—	—	—	—	—
苯	—	—	—	—	0.593	—	—	—	—

3 结语

建立了可以同时测定水中 54 种 VOCs 的 P&T – GC – MS 法,各目标化合物标准曲线相关系

数均>0.995 0,检出限为 0.021 ~0.105 μg/L,加标回收率为 76.4% ~110.8%,相对标准偏差为 2.33% ~15.8%,该法具有快速、操作简便、准确可

靠、灵敏度和精密度高、重现性好的优点,可以为水质监测和水体环境快速预警及反应提供技术支持,具有一定的应用推广价值。

[参考文献]

[1] 姜洋,房丽萍,杨刚,等. 水体中挥发性有机物分析方法研究进展[J]. 环境化学,2015,34(9):1611-1618.

[2] 申剑,王玲玲,王潇磊,等. 郑州市大气环境中半挥发性有机污染物分布规律研究[J]. 环境监控与预警,2010,2(3):42-44.

[3] 陈虹,钟明,唐昊冶,等. 直接加热-静态顶空-气相色谱/质谱法测定土壤中苯系物[J]. 土壤学报,2016,53(4):1074-1083.

[4] 莫月香,杨欣卉,黄昊来. 吹扫捕集-气相色谱-质谱联用法测定汽车内饰纺织品中挥发性有机物[J]. 中国纤检,2016,8(7):84-87.

[5] 邓雪燕. 吹扫捕集-气相色谱/质谱法测定水中挥发性有机物[J]. 食品安全导刊,2016,8(18):120-121.

[6] 潘红,潘凯. 吹扫捕集-气相色谱质谱联用法测定地表水中三氯甲烷和溴氯甲烷[J]. 污染防治技术,2016,29(1):41-43.

[7] 马丽,刘蕊. 吹扫捕集-气相色谱-质谱联用法测定地表水中 1,2-二氯苯和 1,4-二氯苯研究[J]. 环境科学与管理,2016,41(3):136-138.

[8] 王娜,李丽君,宋丽华,等. 吹扫捕集-气相色谱-质谱法测定地下水中的挥发性有机物[J]. 理化检验(化学分册),2016,52(5):607-611.

[9] 孙晴,段晋明,李伟,等. 吹扫捕集-气相色谱-三重四极杆质

谱法同时测定水中苯系物和有机含氧汽油添加剂[J]. 理化检验(化学分册),2016,52(5):615-620.

[10] 蔡明刚,邓恒祥,黄鹏,等. 吹扫捕集-气相色谱法同时测定海水中的氟氯烃和六氟化硫[J]. 分析化学,2016,44(7):1003-1008.

[11] 张军,刘建福,范勇,等. 顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用分析库尔勒香梨花序香气成分[J]. 食品科学,2016,37(2):115-120.

[12] 罗兰,柳洁,何碧英. 吹扫捕集-气质联用法测定生活饮用水中挥发性有机物[J]. 中国卫生检验杂志,2016,26(2):174-177.

[13] 宋兴伟,王淑贤. 吹扫捕集/气相色谱-质谱法测定水中挥发性有机物的质量控制研究[J]. 环境科学与管理,2016,41(1):101-104.

[14] 孙静,王锐,尹大强. 顶空固相微萃取-气质联用法同时测定城市水源水中的九种嗅味物质[J]. 环境化学,2016,35(2):280-286.

[15] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会. 生活饮用水标准检验方法:GB/T 5750—2006[S]. 北京:中国标准出版社,2006.

[16] 杨大鹏. 吹扫捕集-GC-MS 测定水中 55 种挥发性有机物的方法研究[D]. 长春:吉林大学,2015.

[17] 刘洋,韩璐,宋永会,等. 吹扫捕集-气相色谱联用同时测定水中致嗅挥发性有机硫化物[J]. 中国环境监测,2014,30(1):144-149.

[18] 张洪波,苏浩,任妍冰. 吹扫捕集/气相色谱-质谱法测定水中挥发性有机化合物的研究[J]. 污染防治技术,2014,27(1):39-45.

· 简讯 ·

2017 年第一批省级环保督察全面启动

为严格落实环境保护责任,更大力度推进全省生态文明建设和环境保护工作,经省委、省政府批准,我省组建了 3 个环境保护督察组,组长分别由余义和、张新民、夏鸣同志担任,副组长由省环保厅于红霞、潘良宝、陈志鹏同志担任,分别负责对徐州、南通和扬州市开展环境保护督察工作。截至 7 月 7 日,3 个省环境保护督察组已全部完成督察进驻。

3 个设区市督察工作动员会分别在当地召开。动员会上,各位组长强调,环境保护督察是党中央、国务院关于推进生态文明建设和环境保护工作的一项重大制度安排。通过督察,重点了解市级党委和政府环境保护重大决策部署贯彻落实情况、环境保护重点任务推进情况、区域环境质量改善情况、生态文明制度改革推进情况、突出环境问题及处理情况和环境保护责任落实情况等内容,重点督察地方党委和政府及其有关部门环保不作为、乱作为的情况,重点督办中央环境保护督察反馈问题整改和“263”专项行动进展情况。南通市委书记陆志鹏、扬州市委书记谢正义和徐州市委副书记、市长周铁根作了表态讲话,要求各级党委、政府和有关部门坚决贯彻落实党中央、国务院和省委、省政府决策部署,统一思想,提高认识,全力做好督察配合,确保督察工作顺利开展、取得实效。

6 月 22 日,省政府召开省环境保护督察工作领导小组第一次全体会议暨 2017 年第一批省级环境保护督察启动动员部署会。会议强调,各地、各有关部门一定要把思想统一到党中央、国务院的决策部署上来,统一到省委、省政府的决心意图上来,从讲政治、讲大局、讲核心的高度,以对历史、对子孙后代负责的态度,把环境保护督察工作抓紧抓好。要结合中央环保督察整改和我省正在开展的“263”专项行动,精心组织、严字当头、突出重点,坚持问题导向,敢于动真碰硬,加强舆论引导,严明工作纪律,务求取得实实在在的成效,确保圆满完成环保督察任务。

根据安排,省环境保护督察进驻时间为 1 个月左右。进驻期间,各督察组分别设立专门值班电话和邮政信箱,受理被督察市环境保护方面的来信来电,受理举报电话时间为每天 08:30 至 20:00。

摘自 www. jshb. gov. cn 2017 - 07 - 10