



水中的卤代醋酸的溶剂萃取-GC/MS 测定 — GC/MS

■说明

卤代醋酸类是氯处理消毒的副产物，2003年5月被追加到水质标准项目中，标准值规定为氯醋酸 0.02 mg/L，二氯醋酸 0.04 mg/L，三氯丙烷醋酸 0.2 mg/L。使用SIM (Selected Ion Monitoring) 法可进行高灵敏度测定。表1. 21. 1表示监测离子。相当于水中浓度0.001 mg/L的标准样品的SIM 色谱图如图1. 21. 2 所示。0.001-0.1mg/L的工作曲线如图1. 21. 3所示。在自来水中添加了标准样品后进行了分析。图1. 21. 4 表示SIM色谱图和定量结果。作为自来水测定时所要求的定量限，大致为标准值0.02 mg/L的1/10的 0.002 mg/L，可获得充分的灵敏度。

表 1. 21. 1 监测离子

	定量离子 (m/z)	确认离子 (m/z)
氯醋酸	77	108
二氯醋酸	83	85
三氯丙烷醋酸	117	119
1, 2, 3-三氯丙烷	110	75

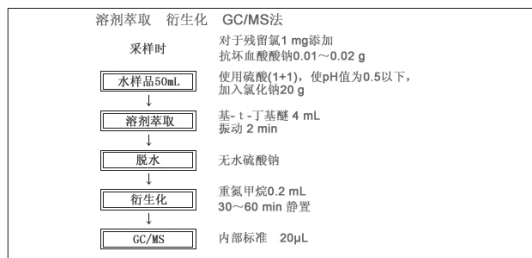


图 1. 21. 1 卤代醋酸分析流程

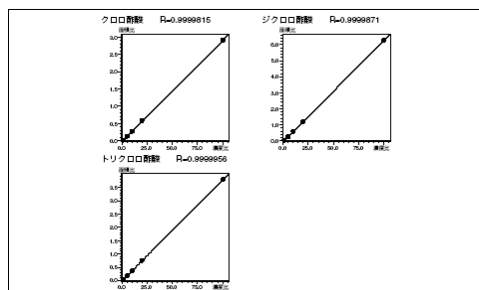


图 1. 21. 3 卤代醋酸的工作曲线 (0.00 -0.1mg/L)

■分析条件

装置 : GCMS-QP2010
-GC-
色谱柱 : Rtx-1 (30 m × 0.25 mm I.D. df=1.0 μm)
色谱柱温度: 35 °C (5 min) -15 °C/min-250 °C (5 min)
载气 : He, 45 cm/sec, 恒线速度方式
进样方法 : 无分流 (1 min)
进样口温度: 200 °C
进样量 : 1 μL
-MS-
I.F. 温度 : 230 °C
离子源温度: 200 °C
离子化法 : EI
扫描范围 : m/z 35-350
扫描间隔 : 0.5 sec
-SIM-
监测离子 : 参照表1. 21. 1
采样间隔 : 0.2 sec

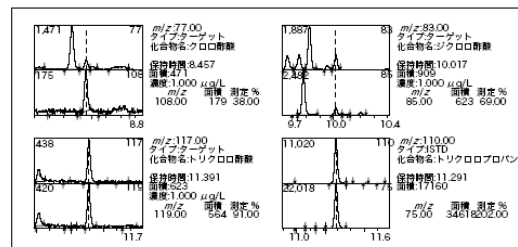


图 1. 21. 2 相当于水中浓度0.001mg/L的标准样品的SIM 色谱图

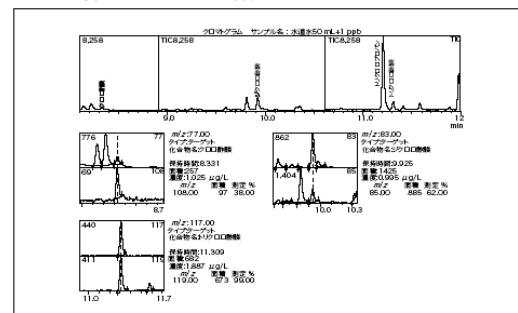


图 1. 21. 4 标准添加0.001mg/L的自来水SIM 色谱图