

ECD-EXCEED 结合 HSS-10A 顶空进样器 测定生活饮用水中三氯甲烷、四氯化碳

GC-098

摘要：本文利用北京博赛德科技有限公司最新推出的顶空自动进样器 HSS-10A，结合气相色谱 ECD-EXCEED 检测器，建立了生活饮用水中三氯甲烷、四氯化碳的测定方法。在标准曲线浓度范围内各组分线性关系良好，相关系数 r 大于 0.999；连续 6 针峰面积重复性良好，RSD 小于 5.00%。该方法可用于生活饮用水中三氯甲烷、四氯化碳快速定性定量测定。

关键词：顶空自动进样器 气相色谱仪 生活饮用水 三氯甲烷 四氯化碳

三氯甲烷和四氯化碳对人体存在一定的危害，如果长期饮用含有三氯甲烷和四氯化碳的水，严重时会导致肝中毒甚至癌变。我国生活饮用水卫生标准 (GB 5750-2006) 和瓶 (桶) 装饮用纯净水卫生标准 (GB17324-2003) 都将三氯甲烷、四氯化碳列入污染物监测范围。

测定水中三氯甲烷、四氯化碳有顶空法、液液萃取、吹扫捕集、固相萃取、气质联用等技术。液液萃取分析

时间长，灵敏度低，且采用有机溶剂，对环境造成二次污染。顶空气相色谱法设备简单，操作方便，基体干扰少，常被用于水中挥发性卤代烃的测定。

本文参照国标《GB/T 5750.8-2006》，建立了顶空进样结合气相色谱 ECD-EXCEED 检测器测定生活饮用水中三氯甲烷、四氯化碳含量的方法。该方法操作简单、灵敏度高、检出限低。

实验部分

1.1 仪器

GC-2010 Plus 气相色谱仪
HSS-10A 顶空自动进样器

1.2 分析条件

HSS-10A 条件：
加热炉温度：80℃
复合区温度：85℃
传输管温度：110℃
间隔时间：9 min
平衡时间：10 min
加压时间：0.2 min

填充时间：0.2 min

进样时间：0.2 min

反吹时间：0.6 min

GC 条件：

色谱柱：Rtx-5，30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

柱温程序：50℃ (1 min)_10℃ /min_180℃ (1 min)

进样方式：分流，分流比：30:1

载气：氮气

载气控制方式：恒压，100 kPa

ECD 检测器温度：300℃

1.3 样品前处理

精密称取 10 mL 水样，加入 1 g 氯化钠后密封，待测。

结果讨论

2.1 标准谱图

三氯甲烷、四氯化碳混标色谱图如图 1 所示。

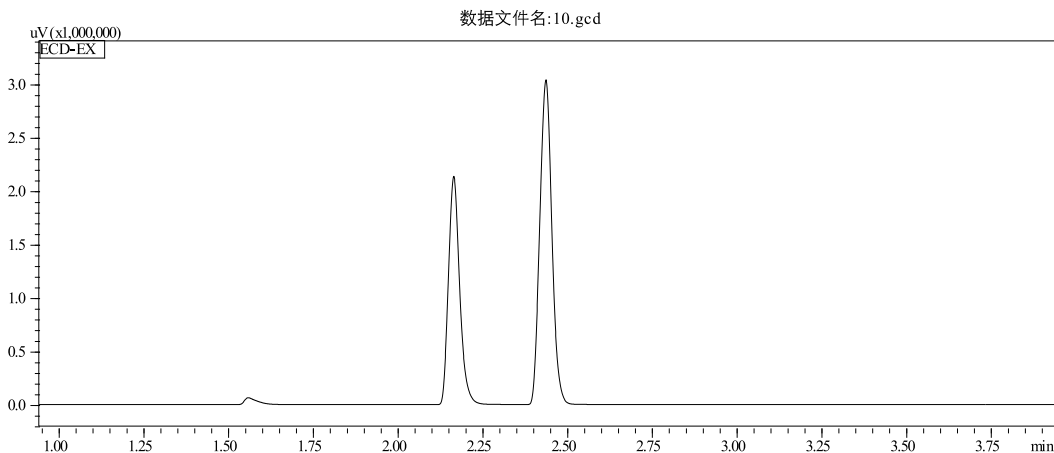


图1 标准溶液色谱图(10 $\mu\text{g/L}$)

表1 组分中英文名称、CAS号和保留时间

No.	名称	英文名称	CAS#	保留时间(min)
1	三氯甲烷	Trichloromethane	67-66-3	2.161
2	四氯化碳	Tetrachloromethane	56-23-5	2.431

2.2 标准曲线

使用纯水配制挥发性有机物混合标准系列,浓度分别为 0.1、0.5、2.0、10.0 $\mu\text{g/L}$,以浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,制作标准曲线,如下所示。各组分标准曲线相关系数如表 2 所示。

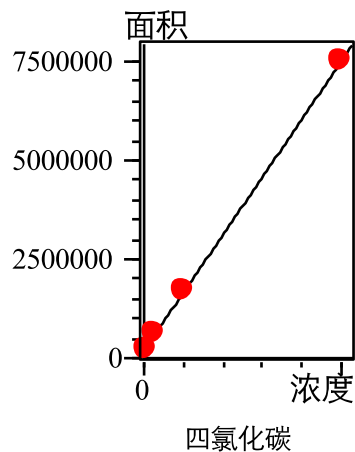
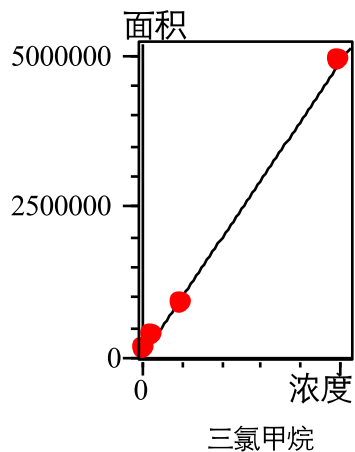


表2 各组分检出限及峰面积重复性(n=6)

No.	化合物	相关系数	检出限 (µg/L)	RSD %
1	三氯甲烷	0.9994	0.03	4.21
2	四氯化碳	0.9999	0.01	3.78

2.4 回收率

将三氯甲烷、四氯化碳混标溶液添加到生活饮用水样品中，按照样品前处理方法制备，样品中加标浓度分别为 1.0 µg/L。水样空白和加标样品回收率结果见表 3。

表3 样品测试结果及加标回收率(%)

No.	化合物名称	检测结果(µg/L)	回收率1	回收率2	回收率3	平均回收率
1	三氯甲烷	N.D.	100.1	97.5	107.1	101.6
2	四氯化碳	N.D.	98.6	105.6	92.4	98.9

N.D.表示未检出

结论

本文利用北京博赛德科技有限公司新推出的全面板触控 HSS-10A 顶空自动进样器，结合 GC-2010 Plus ECD-EXCEED 检测器，检测生活饮用水中三氯甲烷、四氯化碳，本方法操作简单、检出限低，样品中三氯甲烷、四氯化碳加标回收率分别为 101.6% 和 98.9%，方法准确可靠，对于生活饮用水中三氯甲烷、四氯化碳含量控制具有现实意义。