

# 顶空 - 气相色谱法测定地表水中吡啶的含量

## GC-217

**摘要：**本文利用岛津公司 GC-2014C 气相色谱仪，结合顶空进样器，建立了一种地表水中吡啶的检测方法。采用外标法定量，在 0.2~5.0 mg/L 浓度范围内，标准曲线相关系数 R 在 0.999 以上，线性关系良好，吡啶的检出限为 0.03 mg/L。对加标样品进行 6 次平行测定，峰面积 RSD 为 4.9%，保留时间 RSD 为 0.02%。对实际样品进行加标实验，分别添加低中高三个浓度，加标回收率在 84.0%~98.2% 之间。本方法参照《水质 吡啶的测定 顶空 / 气相色谱法》（HJ1072-2019）进行分析，操作简单，灵敏度高，分析时间短，满足相关标准的要求，可用于环境水质中吡啶的检测。

**关键词：**气相色谱法 顶空进样 地表水 吡啶

吡啶，分子式  $C_5H_5N$ ，含有一个氮杂原子的六元杂环化合物。即苯分子中的一个  $-CH=$  被氮取代而生成的化合物，故又称氮苯。吡啶及其同系物存在于骨焦油、煤焦油、煤气、石油中。熔点  $-42^{\circ}C$ ，沸点  $115.5^{\circ}C$ ，密度  $0.9819\text{ g/mL}$  ( $20^{\circ}C$ )，溶于水、乙醇、乙醚、丙酮和苯等。

吡啶常温下为无色液体，有特殊臭味，易燃，其蒸汽与空气能形成爆炸性混合物，毒性较大。2017 年 10 月 27 日，世界卫生组织国际癌症研究机构公

布的致癌物清单初步整理参考，吡啶在 2B 类致癌物清单中。我国在《地表水环境质量标准》（GB 3838-2002）规定吡啶的标准限值为  $0.2\text{ mg/L}$ 。

本文按照《水质 吡啶的测定 顶空 / 气相色谱法》（HJ1072-2019）进行方法开发，采用岛津 GC-2014C 气相色谱仪，结合顶空进样器进行分析，该方法操作简单，灵敏度高，分析时间短，满足 GB 3838-2002 中对于吡啶的限量要求，可用于水中吡啶含量的测定。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2014C

顶空进样器：Acrichi 全自动顶空进样器

### 1.2 分析条件

顶空条件：

恒温炉温度： $80^{\circ}C$

恒温时间：30 min

六通阀温度： $110^{\circ}C$

传输线温度： $110^{\circ}C$

加压时间：40 s

GC-2014C 条件：

载气：高纯氮气

进样口温度： $200^{\circ}C$

色谱柱：KB-FFAP( $30\text{ m}\times 0.32\text{ mm}\times 0.50\text{ }\mu\text{m}$ )

柱箱温度： $80^{\circ}C$  (8 min)

控制方式：恒线速度

线速度： $35.0\text{ cm/sec}$

取样时间：12 s

定量环平衡时间：60 s

进样时间：40 s

反吹时间：5 min

进样方式：分流进样

分流比：5:1

检测器温度： $230^{\circ}C$

氢气流量： $40\text{ mL/min}$

空气流量： $400\text{ mL/min}$

尾吹气流量： $30\text{ mL/min}$

## ■ 样品前处理

向 20 mL 顶空瓶中加入 3 g 氯化钠，取 10 mL 水样缓慢加入顶空瓶中，立即加盖密封，摇匀待测。

## ■ 结果讨论

### 3.1 标准色谱图

吡啶的标准溶液色谱图见图 1，化合物信息表见表 1。

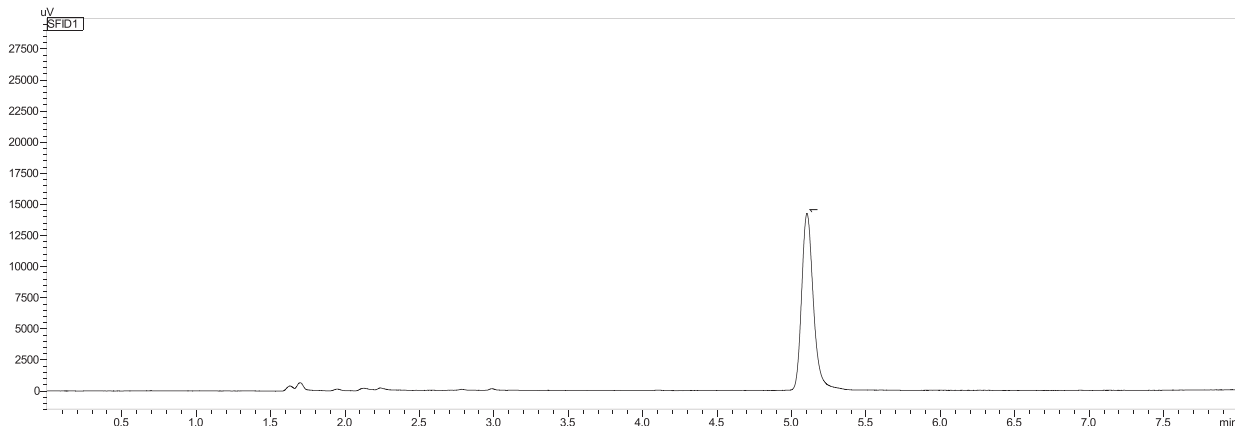


图 1 标准溶液色谱图

表 1 吡啶化合物信息

No.	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	吡啶	Pyridine	110-86-1	5.106

### 3.2 标准曲线和检出限

按照标准方法配制吡啶标准溶液系列，浓度分别为 0.2、0.5、1.0、2.0 和 5.0 mg/L，取 10 mL 加入 20 mL 顶空瓶中（顶空瓶事先加入 3 g 氯化钠），加盖密封，混匀。从低浓度到高浓度依次上机分析。以吡啶浓度 (mg/L) 为横坐标，以其对应的响应值为纵坐标，建立标准曲线。标准曲线相关系数如表 2 所示，标准曲线如图 2 所示。以 0.20 mg/L 标样计算吡啶的检出限，按照 3.3 倍噪声计算，吡啶仪器检出限为 0.03 mg/L，结果见表 2。

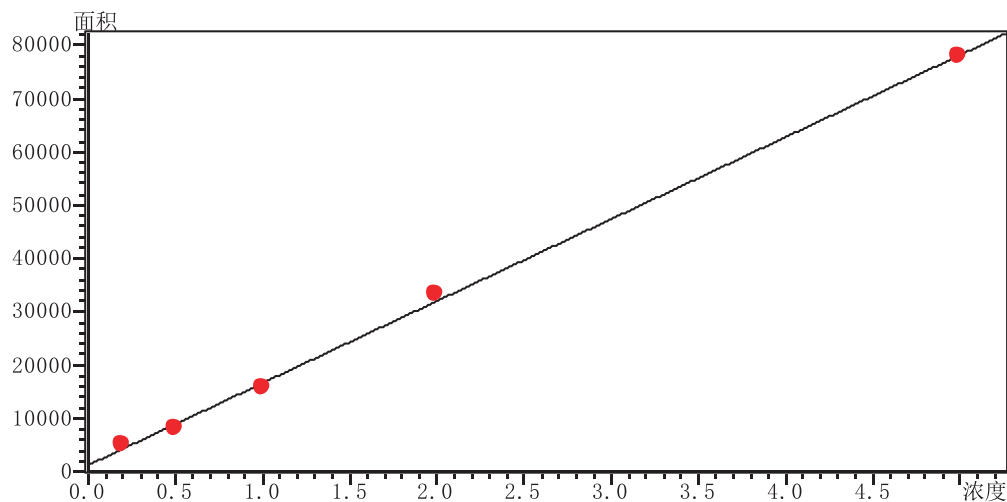


图 2 吡啶标准曲线

表 2 线性范围、相关系数及仪器检出限

化合物名称	线性方程	相关系数 r	检出限 (mg/L)
吡啶	$Y=15389.5X+1220.13$	0.9995	0.03

### 3.3 重复性实验

取水中吡啶浓度 0.50 mg/L 的加标样品平行测定 6 次，考察方法的精密度。结果表明吡啶的峰面积 RSD 为 4.9%，保留时间 RSD 为 0.02%。结果如下表 3 所示。

表 3 重复性实验结果 (n=6)

No.	峰面积	保留时间 (min)
1	8165	5.112
2	9176	5.113
3	8695	5.112
4	8277	5.111
5	8712	5.112
6	8096	5.112
平均值	8520	5.112
RSD (%)	4.9	0.02

### 3.4 实际样品检测与加标回收率考察

利用建立的分析方法，对某地表水水样进行分析。测定谱图及结果如下图 4 和表 4 所示。对实际样品进行加标实验，分别添加三个浓度，考察加标回收情况。实验结果表明吡啶的加标回收率在 84.0%~98.2% 之间，回收率良好，结果如表 4 所示。

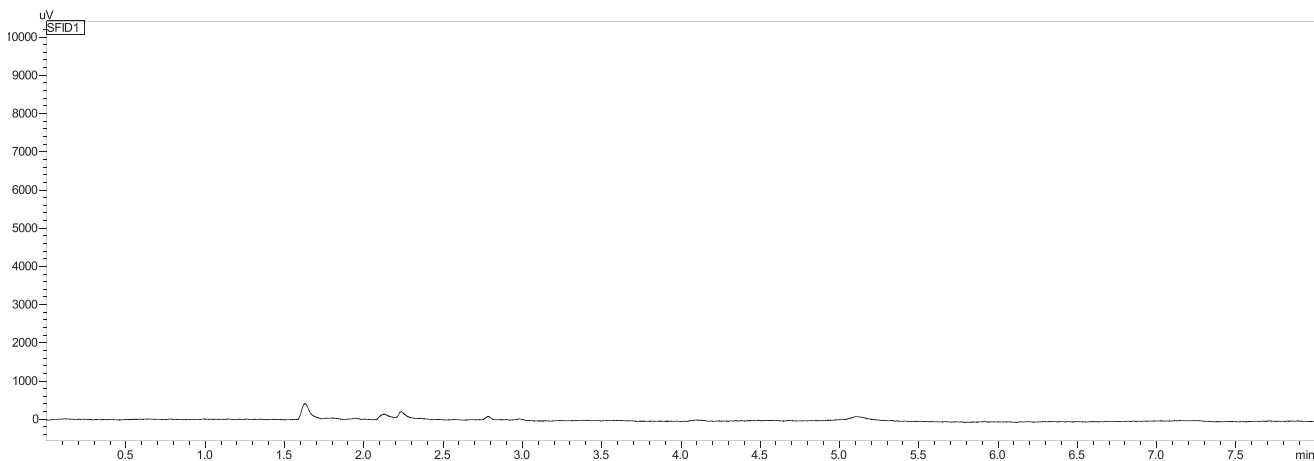


图 4 实际水样中吡啶的色谱图

表 4 实际水样及三个加标浓度样品回收率测定结果

组分名称	水样检测结果	0.15 mg/L 回收率	2.5 mg/L 回收率	4.5 mg/L 回收率
吡啶	N.D	84.0%	95.6%	98.2%

注：N.D 表示未检出。

## ■ 结论

本文利用岛津公司 GC-2014C 气相色谱仪，结合顶空进样器，建立了一种地表水中吡啶的检测方法。采用外标法定量，在 0.2 ~5.0 mg/L 浓度范围内，标准曲线相关系数在 0.999 以上，线性关系良好，吡啶的检出限为 0.03 mg/L。对加标样品进行 6 次平行测定，峰面积 RSD 为 4.9%，保留时间 RSD 为 0.02%。对实际样品进行加标实验，分别添加三个浓度，加标回收率在 84.0%~98.2% 之间。该方法操作简单，灵敏度高，分析时间短，可用于环境水质中吡啶的检测。

岛津应用云

