

# 顶空 - 气相色谱法测定地表水中甲醇和丙酮含量

GC-242

**摘要：**本文利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪结合 HS-10 顶空自动进样器，建立了地表水中甲醇和丙酮的检测方法。采用外标法定量，在 0.75-24 mg/L 浓度范围内甲醇标准曲线线性相关系数 R 为 0.9996，在 0.075-2.4 mg/L 浓度范围内丙酮标准曲线线性相关系数 R 为 0.9997。取适当浓度标液进行 6 次平行测试，甲醇峰面积 RSD% 为 4.88%、丙酮峰面积 RSD% 为 0.99%。在空白地表水样品中添加甲醇和丙酮标准溶液低、中、高三个浓度，甲醇回收率分布在 85.5%~107.4% 之间、丙酮回收率分布在 96%~110.6% 之间。该方法操作简单，灵敏度高，分析时间短，可用于地表水中甲醇和丙酮的检测。

**关键词：**气相色谱法 顶空进样 地表水 甲醇 丙酮

甲醇和丙酮是较常见的有机溶剂，其结构构成较为简单，常温下均表现为无色透明的液体。甲醇有轻微的酒精气味，是基础的有机化工原料和燃料，因其有较强的毒性误饮会发生中毒现象，量大时甚至会导致死亡。丙酮作为易燃品，遇火能引起燃烧爆炸等，还可通过吸入、食用或皮肤接触等危害人体健康。二者被大量生产和使用，可能被非法向水体中排放，其沸点低且易溶于水的特性造成严重的环境污染，使之成为环境监测中的一项

重要指标。因此，参照 HJ 895-2017《水质 甲醇和丙酮的测定 顶空 - 气相色谱法》开展水体中甲醇和丙酮两种污染物含量的检测是一项日益重要的工作。

本文利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪结合 HS-10 顶空自动进样器，参照 HJ 895-2017《水质 甲醇和丙酮的测定 顶空 - 气相色谱法》建立了地表水中甲醇和丙酮的检测方法。本方法具有较高灵敏度，操作简单，分析时间短等特点，可用于地表水中甲醇和丙酮的含量检测。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

仪器：GC-2010 Pro 气相色谱仪

进样器：HS-10 顶空自动进样器

### 1.2 分析条件

#### 1.2.1 HS-10 条件：

恒温炉温度：80°C

样品瓶恒温时间：30 min

样品流路温度：100°C

传输线温度：110°C

进样量：1 mL

顶空瓶加压压力：76 Kpa

#### 1.2.2 GC-2010 Pro 条件：

色谱柱：

SH-Stabilwax (30 m×0.25 mm×0.25 μm)

柱温程序：50°C (1 min)\_10°C /min\_100°C (0.5 min)\_15°C /min\_120°C (1 min)

进样口温度：200°C

载气控制方式：恒压 (83.7 Kpa)

载气：氮气

进样方式：分流进样

分流比：20:1

检测器：FID

检测器温度：220°C

氢气流量：40 mL/min

空气流量：400 mL/min

尾吹气流量：30 mL/min

### 1.3 样品前处理

将采集的地表水样品恢复至室温后，准确移取 10.0 mL 样品于预先加入 3.0 g 氯化钠的顶空瓶中，立即加盖密封，摇匀待测。

## ■ 结果讨论

### 2.1 标准溶液色谱图

甲醇和丙酮的色谱图见图 1，相关信息见表 1。

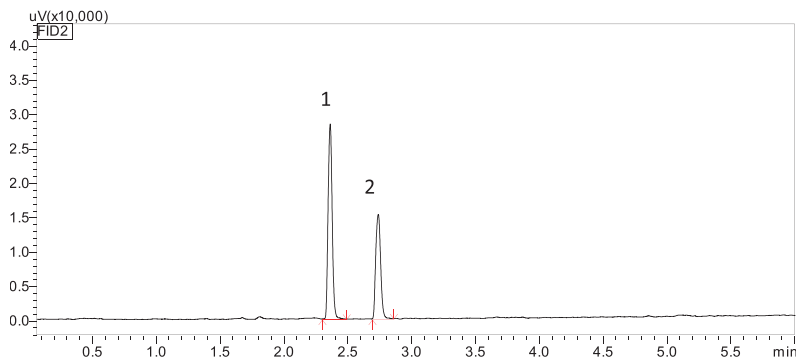


图 1 甲醇 (240  $\mu\text{g}$ ) 和丙酮 (24  $\mu\text{g}$ ) 色谱图

表 1 甲醇和丙酮化合物信息

序号	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	丙酮	Acetone	67-64-1	2.368
2	甲醇	Methanol	67-56-1	2.745

### 2.2 标准曲线和检出限

分别吸取适量甲醇和丙酮混合标准使用液至预先加入 3.0 g 氯化钠的各项空瓶中，加水定容至 10 mL，得到不同浓度的混合标准系列溶液（丙酮浓度分别为 0.075 mg/L、0.15 mg/L、0.3 mg/L、0.6 mg/L、1.2 mg/L、2.4 mg/L，甲醇浓度分别为 0.75 mg/L、1.5 mg/L、3.0 mg/L、6.0 mg/L、12.0 mg/L、24.0 mg/L），并上机分析。以峰面积为纵坐标，浓度 (mg/L) 为横坐标，绘制标准曲线，甲醇和丙酮标准曲线如图 2 所示，以 3 倍信噪比 (ASTM) 计算化合物仪器检出限，两组分标准曲线线性范围、相关系数及检出限如表 2 所示。

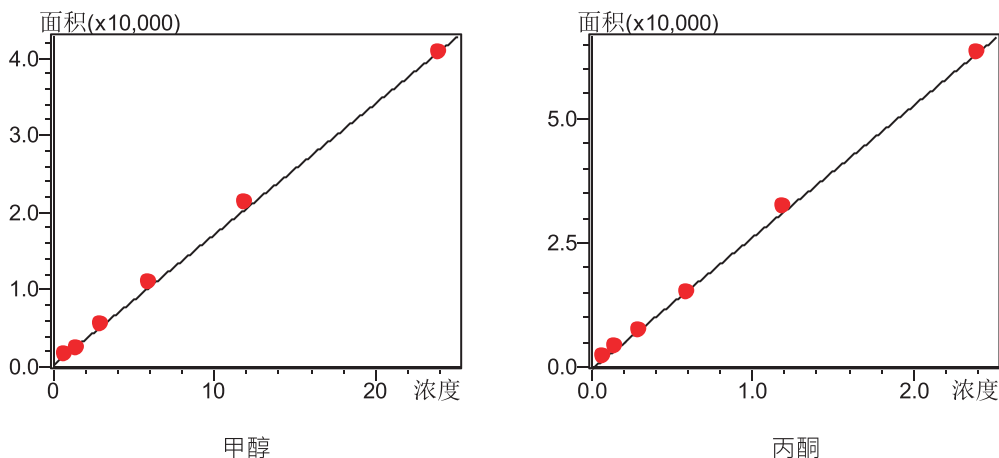


图 2 丙酮和甲醇标准曲线

表 2 两种化合物浓度范围、线性相关系数、检出限

序号	化合物	浓度范围 (mg/L)	线性相关系数 R	检出限 (mg/L)
1	丙酮	0.075-2.4	0.9997	0.04
2	甲醇	0.75-24	0.9996	0.47

### 2.3 样品重复性实验

取 25  $\mu$ L 标准使用液，至预先加入 3.0 g 氯化钠的顶空瓶中，并定容至 10 mL（丙酮浓度为 0.075 mg/L、甲醇浓度为 0.75 mg/L），平行制备 6 份样品，考察重复性，结果表明丙酮峰面积 RSD% 为 0.99%、甲醇峰面积 RSD% 为 4.88%，重复性结果见表 3。

表 3 重复性实验结果 (n=6)

序号	化合物	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	峰面积 5	峰面积 6	RSD (%)
1	丙酮	1882	1847	1845	1858	1876	1889	0.99
2	甲醇	1571	1560	1449	1505	1402	1584	4.88

### 2.4 加标回收实验

向空白地表水样品中分别添加 50  $\mu$ L、200  $\mu$ L 和 800  $\mu$ L 标准使用液，制备加标样品。每个加标浓度分别制备三份平行样品，考察加标回收情况。加标浓度与回收率结果见表 4。

表 4 甲醇和丙酮加标回收率结果

化合物	加标浓度 1 丙酮 0.15 mg/L 甲醇 1.5 mg/L			加标浓度 2 丙酮 0.6 mg/L, 甲醇 6.0 mg/L			加标浓度 3 丙酮 2.4 mg/L, 甲醇 24.0 mg/L		
	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD/% n=3	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD/% n=3	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD/% n=3
丙酮	96.0			103.3			102.2		
	107.3	104.6	7.3	108.5	105.2	2.7	101.3	101.5	0.6
	110.6			104.3			101.1		
甲醇	97.0			102.8			99.6		
	89.1	90.5	6.5	99.7	103.3	3.7	102.1	100.8	1.2
	85.5			107.4			100.6		

### 2.5 实际样品测试

取地表水样品，按前述样品制备过程进行处理，上机检测，地表水样品中未检测出甲醇和丙酮，样品色谱图如图 3 所示。

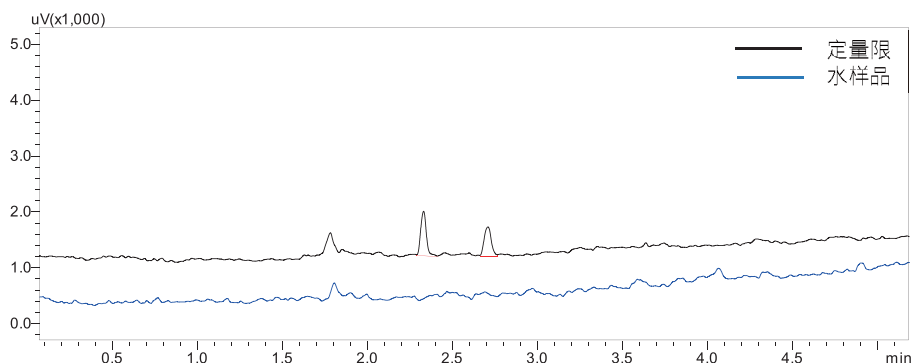


图 3 地表水样品和定量限对比色谱图

## ■ 结论

本文利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪结合 HS-10 顶空自动进样器,建立了地表水中甲醇和丙酮的检测方法。采用外标法定量,在 0.75-24 mg/L 浓度范围内甲醇标准曲线线性相关系数 R 为 0.9996,在 0.075-2.4 mg/L 浓度范围内丙酮标准曲线线性相关系数 R 为 0.9997。对样品进行 6 次平行测试,甲醇峰面积 RSD% 为 4.88%、丙酮峰面积 RSD% 为 0.99%。在低、中、高三个加标水平下,甲醇回收率分布在 85.5%~107.4% 之间,丙酮回收率分布在 96%~110.6% 之间。实验结果表明,该方法操作简单,灵敏度高,分析时间短,能够满足地表水样品中甲醇和丙酮快速定量分析的需求。

岛津应用云

