

顶空 - 气相色谱法测定生活饮用水中 1,2-二氯乙烷的含量

GC-244

摘要： 本文利用岛津公司 GC-2014C 气相色谱仪，结合顶空进样器，建立了一种生活饮用水中 1,2- 二氯乙烷的检测方法。本方法参照《生活饮用水检验方法 第 8 部分：有机物指标（报批稿）》（GB/T 5750.8-XXXX 21.2 顶空毛细管柱气相色谱法）进行分析，采用外标法定量，在 10.0~200 µg/L 浓度范围内，标准曲线相关系数 R 在 0.999 以上，检出限为 2.37 µg/L，操作简单，灵敏度高，分析时间短，满足相关标准的要求，可用于生活饮用水中 1,2-二氯乙烷的检测。

关键词： 气相色谱法 顶空进样 生活饮用水 1,2- 二氯乙烷

1,2- 二氯乙烷，化学式 $C_2H_4Cl_2$ ，无色透明油状液体，味甜，易挥发，质重，能与乙醇、氯仿和乙醚混溶，溶于约 120 份水，密度 1.256 g/cm^3 ，熔点 -35°C ，沸点 83.5°C ，主要用于制造氯乙烯、乙二酸和乙二胺，还可作溶剂、谷物熏蒸剂、洗涤剂、萃取剂、金属脱油剂等。

1,2- 二氯乙烷对眼睛及呼吸道有刺激作用，吸入高浓度的蒸气能刺激粘膜，抑制中枢神经系统，引起眩晕、恶心、呕吐、精神错乱，有的可致肺水肿。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，1,2- 二氯乙烷在 2B

类致癌物清单中。我国在《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）中规定 1,2- 二氯乙烷浓度的限值为 0.03 mg/L。

本文按照参照《生活饮用水检验方法 第 8 部分：有机物指标（报批稿）》（GB/T 5750.8-XXXX 21.2 顶空毛细管柱气相色谱法）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《生活饮用水卫生标准》（GB 5749-2022）中对于 1,2- 二氯乙烷的限量要求，可用于生活饮用水中 1,2- 二氯乙烷含量的测定。

■ 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： 60°C

六通阀温度： 110°C

传输线温度： 120°C

加压时间：12 s

取样时间：12 s

GC-2014C 条件：

色谱柱：AT-624, (30 m×0.25 mm×1.40 µm)

柱箱温度： 80°C (8 min)

进样口温度： 220°C

载气控制方式：恒线速度

恒温时间：15 min

定量环平衡时间：60 s

进样时间：60 s

反吹时间：5 min

分流比：20:1

检测器：FID

检测器温度： 250°C

氢气流量：40 mL/min

线速度：30.0 cm/sec

空气流量：400 mL/min

进样方式：分流进样

尾吹气流量：30 mL/min

■ 样品前处理

准确吸取 10 mL 水样于顶空瓶中，加入 3.7 g 氯化钠，立即密封顶空瓶，轻轻摇匀，待测。

■ 结果讨论

3.1 标准色谱图

1,2- 二氯乙烷的标准溶液色谱图见图 1，化合物信息见表 1。

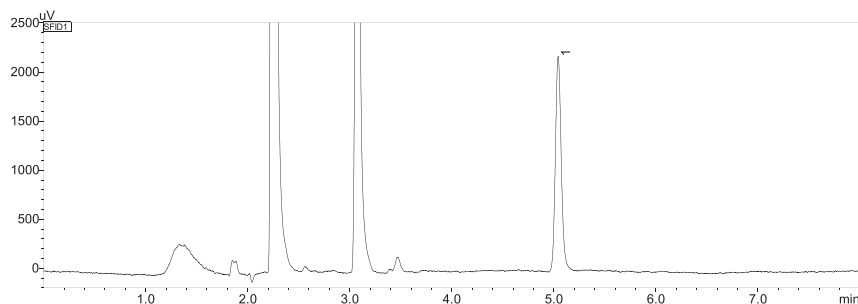


图 1 标准溶液色谱图

表 1 1,2- 二氯乙烷化合物信息

No.	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	1,2- 二氯乙烷	1,2-dichloroethane	107-06-2	5.044

3.2 标准曲线和仪器检出限

按照标准方法配制 1,2- 二氯乙烷标准溶液系列，浓度分别为 10.0、20.0、40.0、100 和 200 $\mu\text{g/L}$ ，取 10 mL 加入 20 mL 顶空瓶中（顶空瓶事先加入 3.7 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 1,2- 二氯乙烷浓度 ($\mu\text{g/L}$) 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 10.0 $\mu\text{g/L}$ 标准溶液计算 1,2- 二氯乙烷的检出限，按照 3.3 倍噪声计算，1,2- 二氯乙烷仪器检出限为 2.37 $\mu\text{g/L}$ ，结果见表 2。

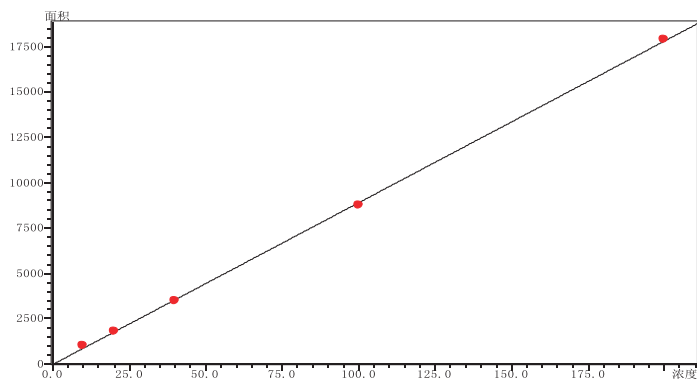


图 2 1,2- 二氯乙烷标准曲线

表 2 标准曲线相关系数及仪器检出限

化合物名称	相关系数 r	检出限 (µg/L)
1,2- 二氯乙烷	0.9998	2.37

3.3 重复性实验

取水中 1,2- 二氯乙烷浓度 20.0 µg/L 的加标样品平行测定 6 次，考察方法的精密度。结果表明 1,2- 二氯乙烷的保留时间 RSD 为 0.021%，峰面积 RSD 为 2.031%。结果如下表 3 所示。

表 3 重复性实验结果 (n=6)

No.	保留时间 (min)	峰面积
1	5.043	1961
2	5.044	1908
3	5.044	2009
4	5.044	1908
5	5.046	1976
6	5.046	1950
平均值	5.045	1952
RSD (%)	0.021	2.031

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，对某实验室自来水水样进行分析。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，添加浓度为 20.0 µg/L，考察加标回收情况。实验结果表明 1,2- 二氯乙烷的平均加标回收率为 110%，回收率良好，结果如表 4 所示。

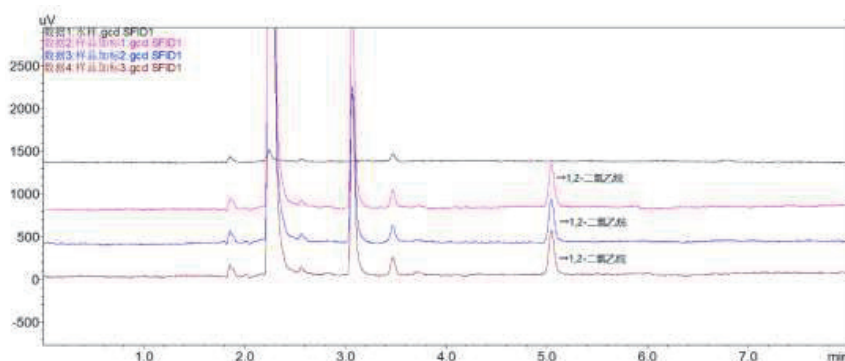


图 4 水样及样品加标中 1,2- 二氯乙烷的色谱图

表 4 加标回收测试结果

组分名称	水样检测结果	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
		样品加标 1	样品加标 2	样品加标 3		
1,2- 二氯乙烷	N.D.	109	107	113	110	2.8

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，建立了一种生活饮用水中 1,2- 二氯乙烷的检测方法。本方法参照《生活饮用水检验方法 第 8 部分：有机物指标（报批稿）》（GB/T 5750.8-XXXX 21.2 顶空毛细管柱气相色谱法）进行分析，采用外标法定量，在 10.0~200 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，标准曲线相关系数 R 在 0.999 以上，检出限为 2.37 $\mu\text{g/L}$ ，对加标样品进行 6 次平行测定，保留时间 RSD 为 0.021%，峰面积 RSD 为 2.031%，对实际样品进行加标实验，加标回收率平均值为 110%。本方法操作简单，灵敏度高，分析时间短，满足相关标准的要求，可用于生活饮用水中 1,2- 二氯乙烷的检测。

岛津应用云

