

GC-ECD 法测定生活饮用水中的三氯乙醛含量

GC-172

摘要： 本文使用气相色谱法 ECD 检测器建立了生活饮用水中三氯乙醛的分析方法。三氯乙醛标准品在 1-50 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数在 0.999 以上。2.0 $\mu\text{g/L}$ 浓度标准溶液连续进 6 次平行样，峰面积 RSD 为 1.2%，精密度良好。在添加水平为 1.0 和 10 $\mu\text{g/L}$ 的条件下，三氯乙醛的平均加标回收率分别为 82 和 85%。该方法前处理操作简单，灵敏度高、重复性好，适合于生活饮用水中三氯乙醛的定量分析。

关键词： 气相色谱仪 电子捕获检测器 生活饮用水 三氯乙醛

三氯乙醛是某些农药、药物和有机合成产品的生产原料，也是消毒剂和水源前体物的反应所生成的消毒副产物之一。国际上多国饮用水水质标准和指南中，均纳入了三氯乙醛，例如我国现行《生活饮用水卫生标准》（GB5749-2006）规定饮用水中的三氯乙醛限制为 10 $\mu\text{g/L}$ 。三氯乙醛的常规测定方法包含了吡啶啉光度法、顶空气相色谱法等。但光度法的检出限较

高，无法满足水质标准分析要求，而顶空法不但耗时，且采用测定碱性条件下有三氯甲醛生成的氯仿增量间接计算原有的三氯乙醛含量，但饮用水中的多种消毒副产物均可在该条件下生成氯仿，易造成假阳性。

本研究参考 EPA 551.1 方法，采用液液萃取 - 气相色谱法（电子捕获检测器），直接测定饮用水中的三氯乙醛含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

Nexis GC-2030 气相色谱仪

1.2 分析条件

GC 条件：

色谱柱：Rtx-1 (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm)
柱温程序：40 $^{\circ}\text{C}$ (7 min) _ 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _ 220 $^{\circ}\text{C}$ _ (2 min)
流速控制方式：恒线速度方式
线速：25.6 cm/s
进样方式：不分流进样
进样时间：1 min

进样口温度：200 $^{\circ}\text{C}$
检测器：ECD
检测器温度：300 $^{\circ}\text{C}$
检测器电流：1.0 nA
ECD 尾吹气类型：N₂
尾吹气流量：15 mL/min

■ 样品前处理

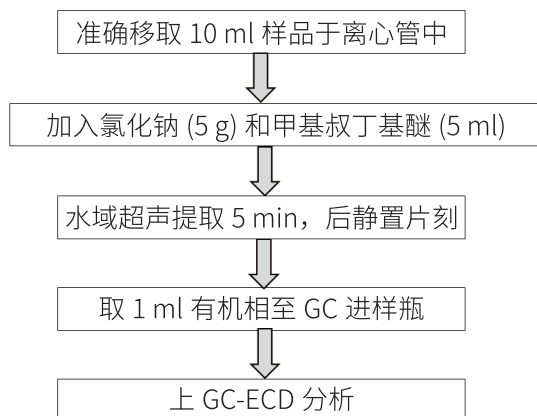


图1 样品前处理步骤

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液谱图

以甲基叔丁基醚 (MTBE) 为溶剂，配制浓度为 10 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶剂，色谱图见图 2，相关化合物信息见表 1。

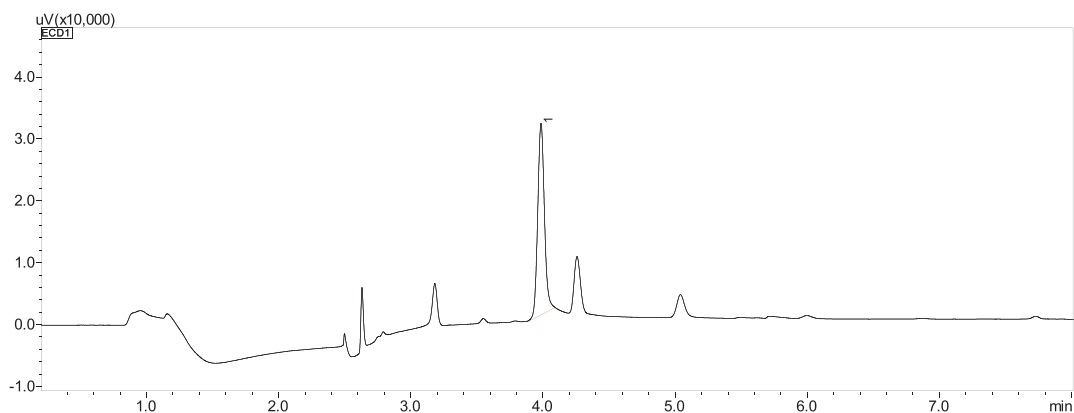


图2 三氯乙醛色谱图

表1 化合物信息

中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
三氯乙醛	trichloro-aldehyde	75-87-6	4.00

3.2 标准曲线和检出限

以 MTBE 为溶剂配制 1.0、2.0、5.0、10、20、50 $\mu\text{g/L}$ 的三氯乙醛系列标准品溶液，上机分析。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线，如图 3 所示。根据浓度为 1.0 $\mu\text{g/L}$ 标准品数据，以 3 倍信噪比计算待测物检出限，结果如表 2 所示。

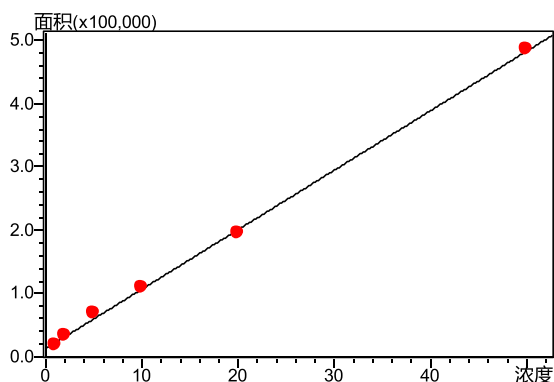


图3 标准曲线

表2 相关系数及检出限

组分名称	线性方程	相关系数 (R)	检出限 (μg/L)
三氯乙醛	$Y = 9400.93X + 12757.2$	0.9995	0.02

3.3 重复性实验

取 2.0 μg/L 标准品溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，测定结果见表 3。

表3 标样重复性结果

组分名称	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%
三氯乙醛	36465	35978	37120	36447	36272	35942	1.2

3.4 加标回收率

取 10 mL 饮用水作为空白样进行加标实验，加标浓度为 1.0 和 10 μg/L，同样方法制备 3 个平行样，考察加标回收率和 RSD，测定结果见表 4。

表4 加标回收率结果

组分名称	加标量 μg/L	结果 1 (%)	结果 2 (%)	结果 3 (%)	平均回收率 %	RSD%
三氯乙醛	1.0	84	82	79	82	3.3
	10	81	86	86	85	3.3

3.5 饮用水样品测试

取 2 份饮用水样品，按图 1 步骤进行前处理，GC 上机分析。样品谱图如图 4 所示，实际样品测试结果显示，样品中均未检出三氯乙醛。

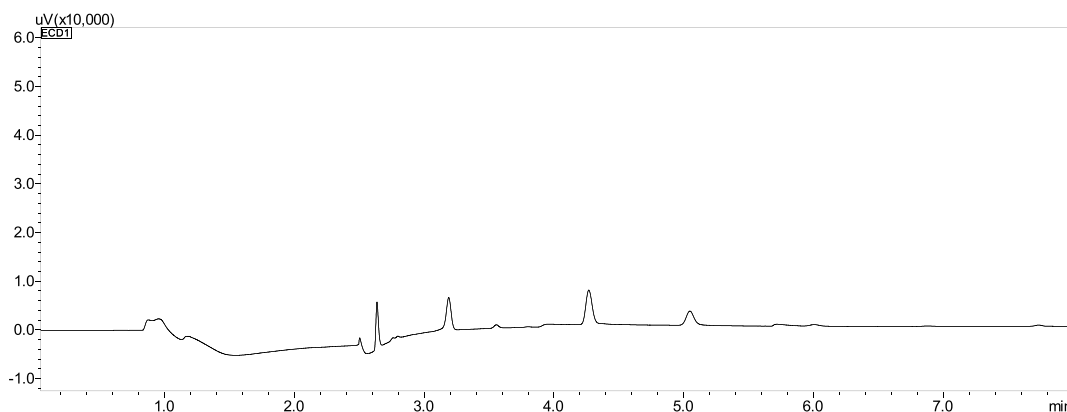


图 4 饮用水样品色谱图

■ 结论

本课题使用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪，建立了饮用水中三氯乙醛的测定方法，三氯乙醛标准品在 1-50 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数在 0.999 以上。标准品溶液（2 $\mu\text{g/L}$ ）连续进 6 次平行样，峰面积 RSD 1.2%，精密度良好。在添加水平为 1.0 和 10 $\mu\text{g/L}$ 的条件下，平均加标回收率分别为 82 和 85%。综上，该方法前处理操作简单，灵敏度高、重复性好，适用于生活饮用水中三氯乙醛的定量分析。

岛津应用云

