

顶空 - 气相色谱法测定生活饮用水中 4 种卤代甲烷含量

GC-296

摘要： 本文利用岛津 GC-2014 气相色谱仪，建立了生活饮用水中三氯甲烷、二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷和三溴甲烷 4 种卤代甲烷的测定方法。在 1~50 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内各组分线性关系良好，各组分相关系数均达到 0.999 以上，方法检出限在 0.01~0.04 ng/L 。2.5 $\mu\text{g/L}$ 标准品溶液连续进样 7 针，峰面积 RSD 均小于 2.60%。4 $\mu\text{g/L}$ 、10 $\mu\text{g/L}$ 两浓度下的加标回收率为 72.13%~85.92%。该方法简单方便，能够有效的监测饮用水中三氯甲烷、二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷和三溴甲烷的含量。

关键词： GC-2014 生活饮用水 卤代甲烷

技术特点：

- ❖ 采用顶空进样方式，样品无需前处理，操作简单。
- ❖ 使用电子捕获检测器检测卤代甲烷，灵敏度高，检出限低。

水是生命之源，随着生活水平的提高，人们对饮用水安全问题越来越重视。现在大多数水厂采用的消毒方式是氯化消毒，水中的卤代烃主要来自于自来水氯化消毒过程中产生的副产物。卤代甲烷已被证明具有细胞毒性、基因毒性和致突变性，当它们直接与人接触时有患癌症的风险。为了保护公众健康和监测水质，监测饮用水中的卤代甲烷非常重要。

GB 5749-2022《生活饮用水卫生标准》中将一氯二溴甲烷、二氯一溴甲烷、三溴甲烷和三卤甲烷

等非常规指标调整至常规指标。

目前，生活饮用水中三氯甲烷、二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷和三溴甲烷的检测方法目前有顶空 - 气相色谱法、吹扫捕集 - 气相色谱 / 质谱法等。本文参考《GB/T 5750.8-2023》，使用顶空进样方式，建立了一套快速、准确分析生活饮用水中三氯甲烷、二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷和三溴甲烷的气相色谱测定方法，该方法灵敏度高，重现性好，回收率高，适用于生活饮用水日常检测分析。

实验部分

1.1 仪器

岛津 GC-2014 气相色谱仪（搭载 ECD 检测器）

顶空进样器：HS-10

1.2 分析条件

顶空进样器参数

恒温炉温度：70 $^{\circ}\text{C}$

样品流路温度：110 $^{\circ}\text{C}$

传输线温度：120 $^{\circ}\text{C}$

导入时间：0.5 min

加压气压：100 kPa

样品瓶恒温时间：15 min

样品瓶加压时间：1 min

循环时间：32 min

气相色谱仪参数

色谱柱：SH-Rtx-5, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

（岛津（上海）实验器材有限公司，P/N: 221-75701-30）

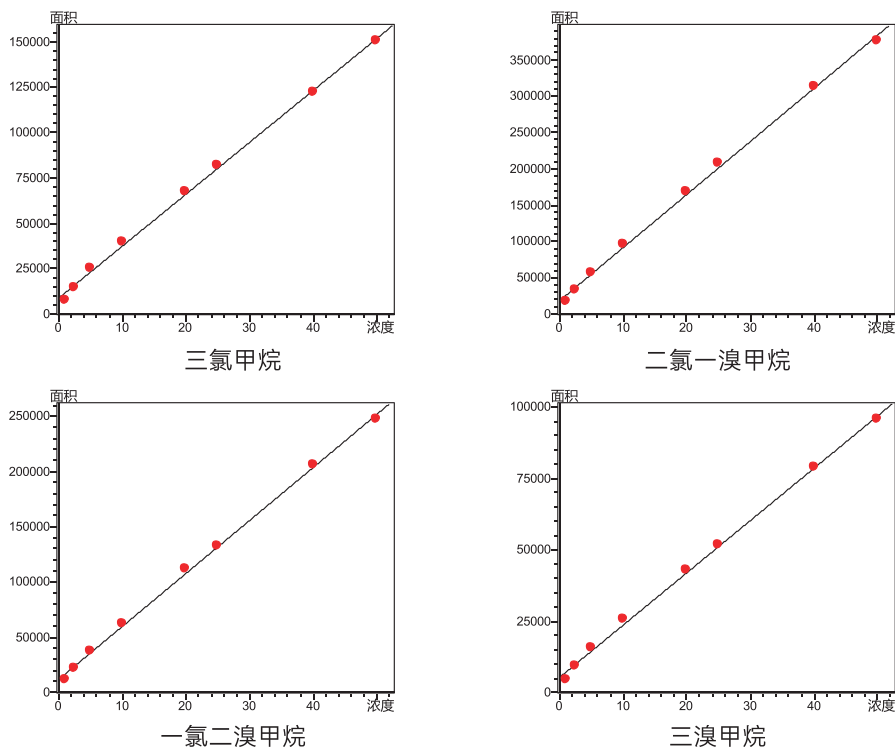


图 2 卤代甲烷的标准曲线

表 2 各组分检出限及线性相关系数

No.	化合物名称	相关系数	检出限 (µg/L)
1	三氯甲烷	0.999	0.03
2	二氯一溴甲烷	0.999	0.01
3	一氯二溴甲烷	0.999	0.01
4	三溴甲烷	0.999	0.04

3.3 重复性实验

2.5 µg/L 的三氯甲烷、二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷和三溴甲烷标准溶液重复进样 7 针，考察仪器重复性，峰面积重复性良好，测定结果见下表。

表 3 卤代甲烷的峰面积重复性

No.	化合物名称	峰面积 RSD(%)
1	三氯甲烷	2.04
2	二氯一溴甲烷	2.60
3	一氯二溴甲烷	2.40
4	三溴甲烷	1.98

3.4 加标回收率

将三氯甲烷、二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷和三溴甲烷混合标准溶液添加到饮用水中，按照样品前处理方法制备，加标样品最终浓度为 4 µg/L、10 µg/L。回收率结果见表 4。

表 4 卤代甲烷加标回收率

No.	化合物名称	平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
		4 µg/L	4 µg/L	10 µg/L	10 µg/L
1	三氯甲烷	79.83	2.17	85.92	1.44
2	二氯一溴甲烷	72.60	3.24	80.28	1.63
3	一氯二溴甲烷	72.13	3.51	78.12	1.27
4	三溴甲烷	84.65	3.39	83.59	1.07

■ 结论

本文使用岛津 GC-2014 气相色谱仪，参考 GB/T 5750.8-2023《生活饮用水标准检验方法 第 8 部分：有机物指标》，建立了饮用水中三氯甲烷、二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷和三溴甲烷同时测定的检测方法。使用标准品考察了线性和重复性，各化合物的线性及重复性良好。对样品进行加标回收率测试，回收率在 72.13%~85.92% 之间。该方法使用 GC 检测，灵敏度和准确度高，满足标准要求，可用于饮用水中卤代甲烷的检测。

岛津应用云

