

# 顶空 – 气相色谱法测定水质中吡啶

GC-034

**摘要：**建立了顶空 – 气相色谱法检测水中吡啶的分析方法。方法操作简便快速，定量准确，加标回收率在 93%~104% 之间，定量限为 0.08 mg/L，完全满足环境水质中吡啶测定的要求。

**关键词：**顶空 – 气相色谱法 吡啶

## 前言

津吡啶是一种重要的化工原料，可用作生产农药，如除草剂、杀菌剂、消炎剂、驱虫剂等，吡啶与水互溶，在环境中不易被生物降解，为有毒化学品，长期摄入出现头痛、失眠及消化道功能紊乱，并可发生肝肾损害。我国地表水环境质量标准中已把吡啶纳入饮用水源地特定的监测项目，标准中规定了吡啶的限量值为 0.2 mg/L。目前对吡啶检测推荐的方法有巴比妥酸分光光度法和顶空 – 气相色谱法，巴比妥酸分光光度法操作繁琐，灵敏度低，而顶空 – 气相色谱法主要适用于废水的分析。

本文采用顶空配合岛津公司 GC-2010 Plus 气相色谱仪，通过优化分析条件，对环境水样中的吡啶进行了分析。方法操作简便快速，结果稳定可靠。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 GC-2010 Plus 气相色谱仪 (配 FID 检测器)  
顶空进样器 (DANI HSS-86.50)

### 1.2 分析条件

#### 1.2.1 色谱条件

进样口温度：230 °C  
色谱柱：Rtx-WAX 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm  
柱温程序：50°C (1 min)30°C / min200°C (5 min)  
载气：高纯氮气  
控制方式：线速度  
恒线速度：35 cm/sec  
进样方式：分流  
分流比：15:1  
FID 检测器温度：250°C  
氢气流量：40 mL/min  
空气流量：400 mL/min  
尾吹气流量：30 mL/min

#### 1.2.2 顶空条件

平衡温度：70°C  
平衡时间：30 min  
样品环温度：100°C  
传输线温度：110°C  
进样量：1 mL

## 结果与讨论

### 3.1 吡啶标准品的色谱图

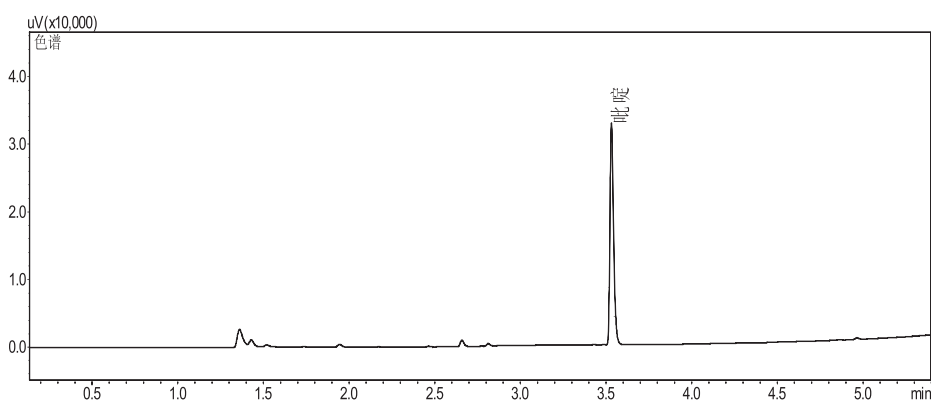


图 1 吡啶标品的色谱图

## 2.2 线性范围、检出限及定量限

准确称取 100 mg 吡啶，用纯水配制成浓度为 1000 mg/L 的标准储备液。依此标准储备液配制出系列浓度为 0.20、0.50、1.00、2.00、5.00 mg/L 的标准使用液，分析取上述标准使用液各 10 mL 置于 20 mL 的顶空瓶中，并分别加入 3 g 氯化钠，密封后按 1.2 中的分析条件进行分析。得到吡啶标准曲线如图 2 所示，线性关系为 0.999947。以三倍噪声计算检出限为 0.02 mg/L，以十倍噪声计算定量限为 0.08 mg/L。

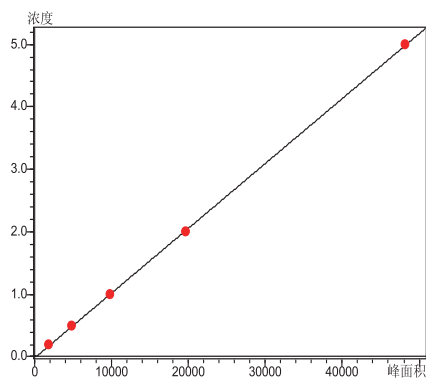


图 2 吡啶标准曲线图

## 2.3 仪器精密度测定

取 0.50 mg/L 的标样溶液连续测定 5 次，考察仪器精密度。峰面积的 RSD 为 0.75%，保留时间的 RSD 为 0.01%。结果见表 1。

表 1 吡啶检测重复性数据

No.	峰面积保留时间(min)
1	55263.533
2	55323.533
3	54943.535
4	55773.534
5	54673.535
平均值	55193.534
RSD (%)	0.750.01

## 2.4 回收率测试

分别取自来水、地表水 1 和地表水 2，将吡啶标准溶液添加于三种水样中，添加浓度为 0.50 mg/L，按上述方法进行分析，考察方法回收率。三种水样均未检测出吡啶，回收率测定结果见表 2。加标水样中吡啶的回收率均在 90% 以上，完全满足检测的要求。

表 2 回收率测定结果

	空白值 (mg/L)	测定值 (mg/L)	回收率 (%)
自来水	-	0.521	104.2
地表水1	-	0.468	93.6
地表水2	-	0.487	97.4

## ■ 结论

采用顶空配合岛津公司 GC-2010 Plus 气相色谱仪，通过优化分析条件，对水中吡啶进行了分析。方法操作简便快速，结果稳定可靠。加标回收率在 93%~104% 之间，定量限为 0.08 mg/L，完全满足环境水质中吡啶测定的要求。