

# 气相色谱法测定生活饮用水中三卤甲烷的残留量

GC-265

**摘要：** 本文参照 GB/T 5750.10-2023《生活饮用水标准检验方法》，利用岛津 GC 系统测定了生活饮用水中三卤甲烷的残留量。取次高浓度点混合标准品溶液平行测定 6 次，三卤甲烷峰面积 RSD 值均小于 5%，仪器精密度良好。采用外标法定量的方式建立校准曲线，各个组分线性相关系数均在 0.999 以上。加标样品的平均回收率在 97.87~107.81% 之间。本方法可以用于测定生活饮用水中的三卤甲烷的残留量。

**关键词：** 气相色谱仪 生活饮用水 三卤甲烷

## 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 ECD 电子捕获检测器进行检测，对于三卤甲烷灵敏度高。

水是万物的生命之源，人类的生活和生产都离不开水，生活饮用水质量的好坏将直接影响到我们的健康状况。

在生活饮用水的生产处理过程中，通常会加氯用来去除臭味与消毒。然而，水中的有机物会与氯发生反应，生成三卤甲烷类（三氯甲烷、二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷、三溴甲烷）消毒副产物。此类化合物

具有致癌、致畸性和产生神经毒性作用的不良风险。因此需要对生活饮用水中的三卤甲烷类化合物的残留量进行精准监控。

本文参照 GB/T5750.10-2023《生活饮用水标准检验方法》，利用岛津 GC-2030 系统测定了生活饮用水中的三卤甲烷残留量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2030 (ECD)

### 1.2 分析条件

HS-10 条件：

恒温炉温度：80℃

恒温时间：15 min

气相色谱条件：

色谱柱：SH-Rtx-5 MS, (30 m×0.25 mm×0.25 μm)

柱温程序：40℃ (6 min)\_8℃ /min\_80℃\_25℃ /min\_250℃ (7 min)

进样方式：分流进样（分流比为 5:1） ECD 温度：250℃

进样口温度：250℃ ECD 电流：2 nA

恒线速度控制：33.7 cm/s ECD 气流量：15 ml/min

### 1.3 样品前处理

参照 GB/T 5750.10-2023《生活饮用水标准检验方法》，量取生活饮用水样品 10 mL（精确至 0.1 mL）于顶空进样瓶中。并向水样中加入氯化钠固体试剂 1 g（精确到 0.01 g），用手轻微摇匀后密封待测。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准谱图

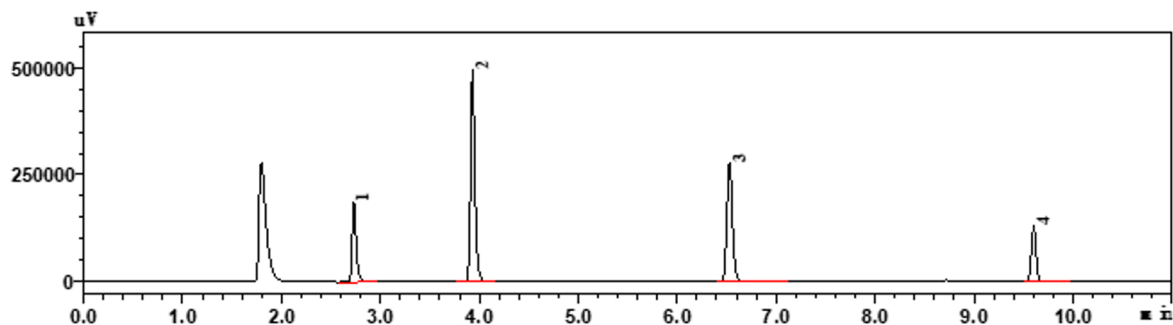


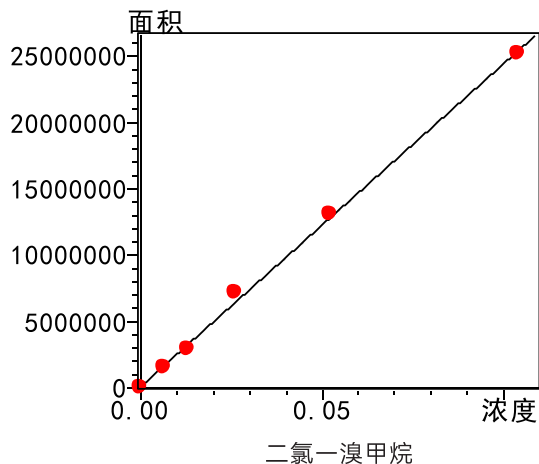
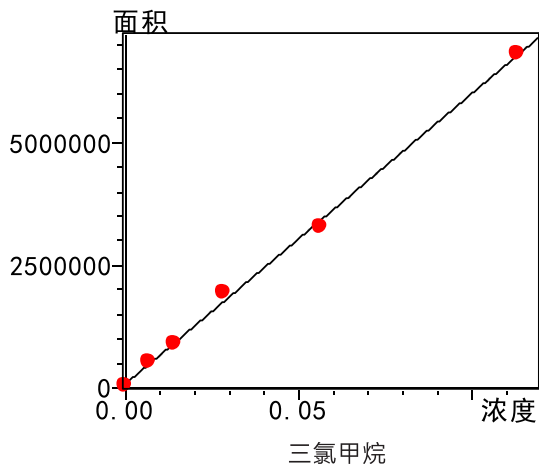
图 1 三卤甲烷标准溶液谱图

表 1 三卤甲烷标准溶液谱图信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间
1	三氯甲烷	Trichloromethane	67-66-3	2.732
2	二氯一溴甲烷	Bromodichloromethane	75-27-4	3.932
3	一氯二溴甲烷	Chlorodibromomethane	124-48-1	6.530
4	三溴甲烷	Tribromomethane	75-25-2	9.604

### 2.2 校准曲线和检出限

以超纯水为溶剂，分别配制 6.5、13、26、52 和 104  $\mu\text{g/L}$  三卤甲烷标准溶液，加入 1 g 氯化钠，拧紧瓶盖，摇匀后上机检测。采用外标法的定量方式建立校准曲线，根据 6.5  $\mu\text{g/L}$  标样数据，以 3 倍信噪比计算各化合物检出限，检出限和线性相关系数如表 2 所示。



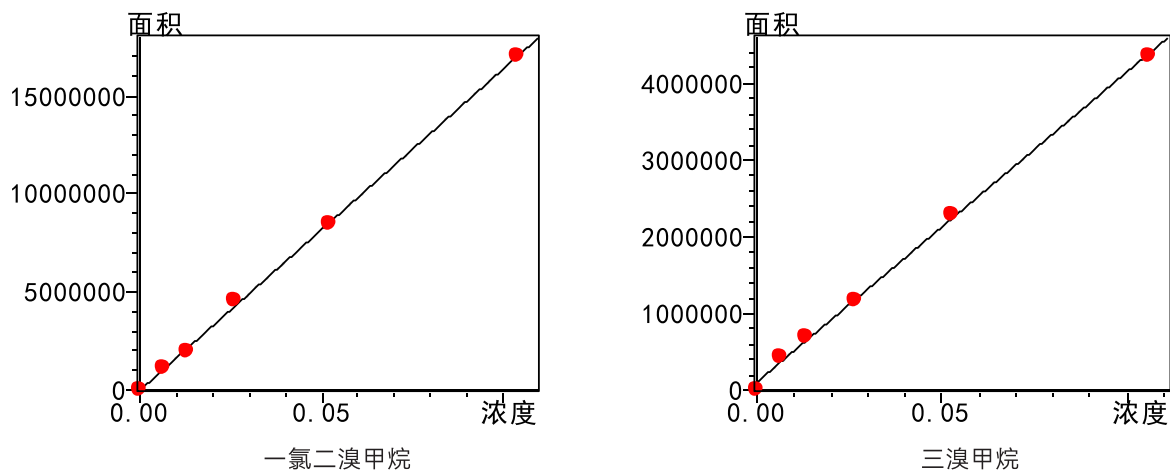


图 2 三卤甲烷校准曲线

表 2 各组分线性相关系数和化合物检出限

No.	化合物	相关系数 (r)	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )
1	三氯甲烷	0.999	0.0068
2	二氯一溴甲烷	0.999	0.0020
3	一氯二溴甲烷	0.999	0.0042
4	三溴甲烷	0.999	0.0095

### 2.3 重复性实验

取次高浓度点标准品溶液, 连续进样 6 次, 考察仪器的重复性, 测定结果显示化合物峰面积的 RSD% 均小于 5%, 表明系统精密度良好。

表 3 重复性测试结果

No.	化合物	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	三氯甲烷	4299842	4432055	4235761	4172109	3962951	4204310	3.60
2	二氯一溴甲烷	17802651	17794432	16548764	16417376	17112960	17241199	3.45
3	一氯二溴甲烷	11720634	11709376	10959334	10530342	10995737	11436266	4.24
4	三溴甲烷	3033683	3037461	2921463	2742841	3014660	2856917	4.03

### 2.4 加标回收率

取三份生活饮用水样品进行加标, 加标浓度如表 4 所示, 按照上述前处理方法处理后上机测试, 具体结果显示: 平均加标回收率分别为 97.87%、106.60%、107.81%、97.16%。

表 4 加标回收率

No.	化合物	空白样品浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标样品检测浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率 (%)
1	三氯甲烷	1.30	a. 58.60	101.41
			b. 56.50	97.70
			c. 54.70	94.51

2	二氯一溴甲烷	0.30	a. 56.60	108.26
			b. 56.20	102.31
			c. 57.10	109.23
3	一氯二溴甲烷	0.20	a. 56.30	107.88
			b. 55.30	105.96
			c. 57.20	109.61
4	三溴甲烷	3.70	a. 55.00	96.79
			b. 53.30	93.58
			c. 57.30	101.13

## ■ 结论

本文参照 GB/T5750.10-2023《生活饮用水标准检验方法》，建立了 GC-2030 对生活饮用水中三卤甲烷残留量测定方法。结果显示在 6.5~104  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内校准曲线线性良好，相关系数均大于 0.999，仪器检出限均小于 0.01  $\mu\text{g/L}$ 。次高浓度点标准溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD 均小于 5%，精密度良好。三份加标样品进行回收率测试，平均回收率分别为 97.87%、106.60%、107.81% 和 97.16%。该方法灵敏度高，准确性好，适合生活饮用水中三卤甲烷的残留量测定。

岛津应用云

