

气相色谱法测定生活饮用水中二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷、三溴甲烷含量

GC-314

摘要： 本文使用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪，建立了生活饮用水中二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷、三溴甲烷 3 种挥发性有机物含量的检测方法。在 0.5 ~ 20 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，3 种化合物标准曲线线性良好，线性相关系数均在 0.998 以上；取浓度为 0.5 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准溶液连续 6 次进样，各组分峰面积相对标准偏差均小于 7%，重复性良好；加标实验中，3 种化合物回收率在 89.8%~104.4% 之间。该方法简单快速，可为饮用水中二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷、三溴甲烷含量测定提供参考。

关键词： 气相色谱法 饮用水 三卤甲烷

技术特点：

- ❖ 样品前处理快速、简便，可操作性强。
- ❖ 通过优化分析条件，3 种化合物分离效果良好，灵敏度高，达到标准的要求。

三卤甲烷 (THM, Total Trihalomethanes) 是一类由氯或溴与天然有机物在水处理过程中反应生成的消毒副产物，主要包括三氯甲烷 (CHCl_3)、三溴甲烷 (CHBr_3)、二氯一溴甲烷 (CHCl_2Br) 和一氯二溴甲烷 (CHClBr_2)。这类物质在饮用水中普遍存在，尤其在采用氯化消毒的水处理系统中更为显著。由于三卤甲烷具有潜在的致癌性、致畸性和致突变性，长期摄入可能增加人类患膀胱癌、结肠癌等疾病的风险，因此其检测与控制已成为全球饮用水安全监管的核心

内容之一。我国《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2022) 明确规定，三卤甲烷的总浓度限值为 0.1 mg/L (即 100 $\mu\text{g/L}$)，对确保公众健康具有重要意义。

本文参考国家标准 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》，使用岛津气相色谱仪 GC-2030，建立了生活饮用水中二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷、三溴甲烷含量的检测方法。该方法前处理操作简便，定量准确，可为饮用水的检测提供参考。

实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱仪：Nexis GC-2030
三位一体自动进样器：AOC-6000

1.2 分析条件

1.2.1 AOC-6000 条件：

加热平衡温度：70 $^{\circ}\text{C}$	进样针温度：80 $^{\circ}\text{C}$
平衡时间：20 min	进样量：500 μL

1.2.2 GC 条件：

色谱柱：SH-Rtx-5, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm
柱温程序：40 $^{\circ}\text{C}$ (5.5 min)_10 $^{\circ}\text{C}$ /min_110 $^{\circ}\text{C}$ _45 $^{\circ}\text{C}$ /min_230 $^{\circ}\text{C}$ (3 min)
载气：氮气

载气控制模式：恒线速度
线速度：36.6 cm/sec
进样口温度：250°C
分流比：20:1

检测器：ECD 检测器
检测器温度：300°C
ECD 电流：2 nA
ECD 尾吹流量：15 mL/min

■ 样品前处理

20 mL 顶空瓶中加入 2 g 氯化钠，准确移入 10 mL 水样，立即密封顶空瓶，轻轻摇匀。

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

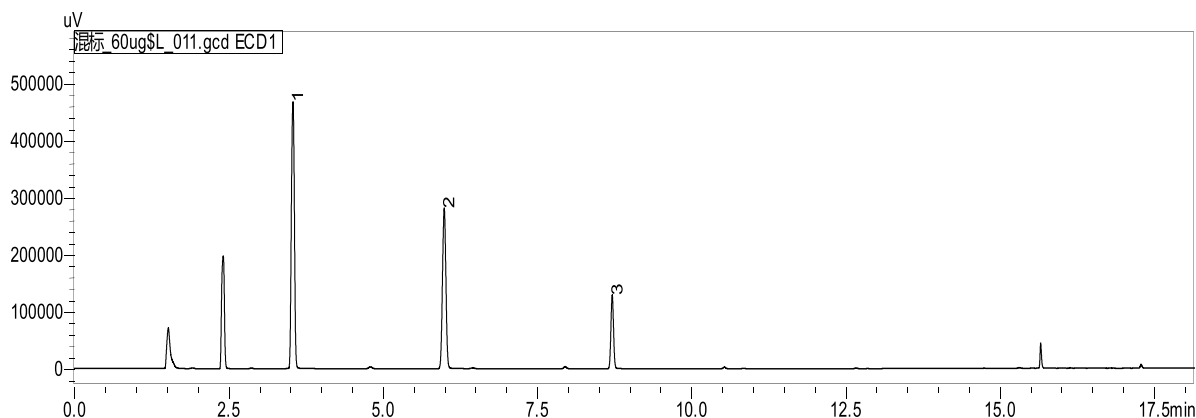


图 1 二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷、三溴甲烷标准溶液色谱图

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	二氯一溴甲烷	Bromodichloromethane	75-27-4	3.548
2	一氯二溴甲烷	Chlorodibromomethane	124-48-1	5.998
3	三溴甲烷	Tribromomethane	75-25-2	8.721

3.2 标准曲线与检出限

精密吸取适量浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷和三溴甲烷混合标准溶液于 10.0 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，混匀配制成中间液。再取适量中间液用溶剂水（已去除挥发性有机物）配制成浓度为 0.5、1.0、5.0、10 和 20 $\mu\text{g/L}$ 的标准系列溶液，上机测试后，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，以外标法建立标准曲线，3 种化合物标准曲线如图 2 所示。根据 0.5 $\mu\text{g/L}$ 标样数据，以 3 倍信噪比计算 3 种化合物的检出限，具体结果如表 2 所示。

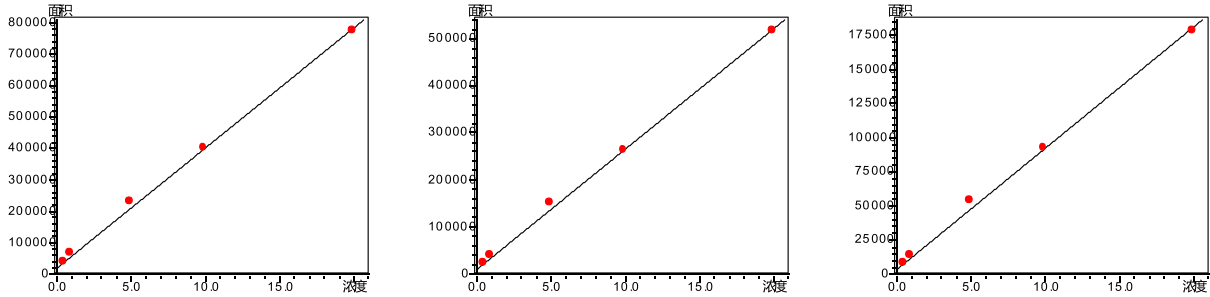


图 2 3 种化合物标准曲线

表 2 3 种化合物线性相关系数、重复性、检出限结果

No.	化合物	线性范围 ($\mu\text{g/L}$)	相关系数 (R)	峰面积 RSD (%)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)
1	二氯一溴甲烷	0.5 ~ 20	0.9988	6.6	0.005
2	一氯二溴甲烷	0.5 ~ 20	0.9991	5.9	0.008
3	三溴甲烷	0.5 ~ 20	0.9987	4.8	0.019

3.3 重复性测试

取浓度为 $0.5 \mu\text{g/L}$ 的标准溶液连续测定 6 次，3 种化合物峰面积相对标准偏差小于 7%，仪器精密度良好，具体结果如表 2 所示。

3.4 加标回收实验

取某地区饮用水经检测，未检测出上述 3 种化合物，以该饮用水作为空白样品，平行取 6 份，往每 3 份空白样品中添加相同浓度的标准样品，添加浓度分别 $3.0 \mu\text{g/L}$ 和 $15 \mu\text{g/L}$ ，按上述前处理步骤进行处理，取 $500 \mu\text{L}$ 进样，考察方法的回收率，测定结果如表 3 所示。

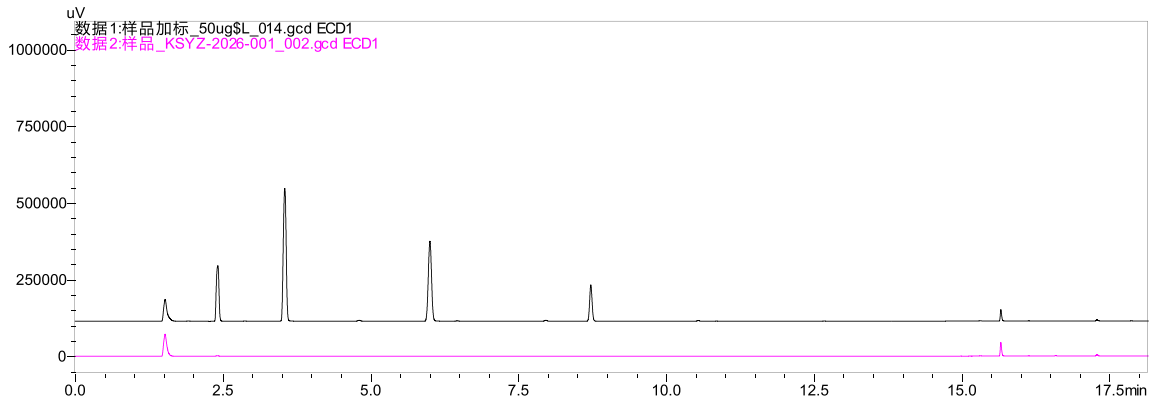


图 3 空白样品与空白样品加标色谱图

表 3 各化合物加标回收率结果 (n=3)

No.	化合物名称	样品含量 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 (3.0 $\mu\text{g/L}$)	加标量 (15 $\mu\text{g/L}$)
			加标平均回收率 (%)	加标平均回收率 (%)
1	二氯一溴甲烷	N.D.	100.5	89.8
2	一氯二溴甲烷	N.D.	101.9	91.0
3	三溴甲烷	N.D.	104.4	93.2

注: N.D. 表示未检出。

■ 结论

本文利用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪, 建立了生活饮用水中二氯一溴甲烷、一氯二溴甲烷、三溴甲烷含量的检测方法, 在 0.5~20 $\mu\text{g/L}$ 范围内, 3 种化合物标准曲线线性良好, 相关系数均在 0.997 以上; 取 0.5 $\mu\text{g/L}$ 的 3 种化合物混合标准溶液连续进样 6 次, 各组分峰面积相对标准偏差均小于 7%, 重复性良好; 加标实验中 3 种化合物回收率在 89.8~104.4% 之间。该方法操作简单, 快速、准确, 可有效地检测饮用水中 3 种挥发性有机物含量。

岛津应用云

