

顶空-毛细柱气相色谱法测定水中卤代烃

■ 说明

目前饮用水多采用液氯消毒,含有相当数量的卤代烃,本法采用顶空-毛细柱气相色谱法测定了水中氯仿、四氯化碳、三氯乙烯、四氯乙烯、溴仿、氯苯、1,4-二氯苯和1,2-二氯苯8种卤代烃,方法快速、准确,灵敏度高,无需样品前处理,获得了良好的分析结果。

参考标准:GB/T 5750.8-2006

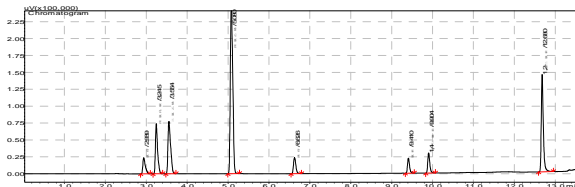
■ 仪器

岛津 GC-2014C 气相色谱仪、电子捕获检测器(ECD)、顶空自动进样器。

■ 试剂

卤代烃(氯仿、四氯化碳、三氯乙烯、四氯乙烯、溴仿、氯苯、1,4-二氯苯、1,2-二氯苯)购于国家环境保护总局标准样品研究所;甲醇(色谱纯);氯化钠(优级纯),550℃烘2~3h;实验用水(超纯水)

■ 标准品色谱图



■ 色谱条件

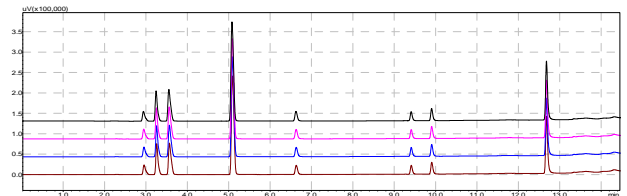
进样量: 1mL
分流比: 1:5
进样口温度: 220℃
色谱柱: Rtx-5sil, 30m × 0.25mm × 0.25μm
柱温程序: 50℃ (1min)-5℃/min-75℃-10℃/min-190℃-20℃/min-230℃ (2.5min)
载气: 氮气,压力 90kPa(恒压)
检测器: ECD
温度: 300℃
电流: 0.5nA
尾吹气: 氮气,30mL/min

■ 顶空条件

平衡温度: 50℃
平衡时间: 25min
六通阀温度: 60℃
传输线温度: 60℃

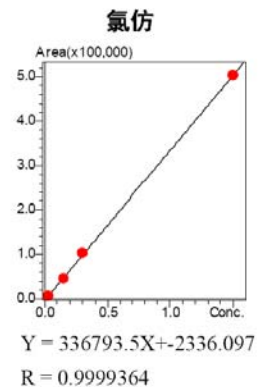
■ 方法的精密度

以 0.5mg/L 的标准为代表进行方法精密度分析, n=4。



■ 方法线性

在 20mL 顶空瓶中加入 1g 氯化钠,加入卤代烃物混标,用纯水定容至 10mL,配制标准溶液:氯仿、三氯乙烯和溴仿为 0.03、0.15、0.3 和 1.5 μg/mL;四氯化碳为 0.007、0.035、0.07 和 0.35 μg/mL;四氯乙烯为 0.015、0.075、0.15 和 0.75 μg/mL;氯苯、1,4-二氯苯、1,2-二氯苯为 0.05、0.25、0.5、2.5 μg/mL。根据标准系列浓度和对应的峰面积绘制工作曲线,获得了较好的线性,各组分相关系数在 0.9992-0.9999 之间。右图是其中一条工作曲线。



■ 峰面积重现性

序号	化合物名称	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	平均峰面积	%RSD
1	氯仿	102002.10	102673.10	101250.10	100433.80	101589.80	0.9502
2	四氯化碳	272898.10	278948.30	278591.10	277379.40	276954.20	1.0060
3	三氯乙烯	351602.60	352729.00	348241.80	345902.30	349618.90	0.8941
4	四氯乙烯	1043393.00	1047435.00	1042930.00	1036749.00	1042627.00	0.4230
5	溴仿	95091.80	93108.91	91744.28	90146.88	92522.97	2.2667
6	氯苯	75977.53	75895.05	74430.68	74770.13	75268.35	1.0421
7	1,4-二氯苯	102162.80	102032.20	100474.00	100487.10	101289.00	0.9232
8	1,2-二氯苯	498310.60	489202.10	488522.20	486587.60	490655.60	1.0643

■ 保留时间重现性

序号	化合物名称	保留时间 1	保留时间 2	保留时间 3	保留时间 4	平均保留时间	%RSD
1	氯仿	2.9389	2.9477	2.9520	2.9544	2.9483	0.2325
2	四氯化碳	3.2452	3.2535	3.2578	3.2601	3.2541	0.2018
3	三氯乙烯	3.5539	3.5616	3.5659	3.5678	3.5623	0.1734
4	四氯乙烯	5.0801	5.0863	5.0890	5.0909	5.0866	0.0925
5	溴仿	6.6259	6.6293	6.6318	6.6327	6.6299	0.0460
6	氯苯	9.4095	9.4114	9.4121	9.4126	9.4114	0.0143
7	1,4-二氯苯	9.9043	9.9057	9.9068	9.9072	9.9060	0.0133
8	1,2-二氯苯	12.6799	12.6809	12.6815	12.6812	12.6809	0.0055