

GC Smart 结合 HS-10 顶空进样器测定生活饮用水中氯仿、四氯化碳

GC-094

摘要：本文利用岛津公司最新推出的顶空自动进样器 HS-10，结合 GC Smart 气相色谱 ECD 检测器，建立了生活饮用水中氯仿、四氯化碳的测定方法。在标准曲线浓度范围内各组分线性关系良好，相关系数 r 均为 0.9999；连续 8 针峰面积重复性良好，RSD 小于 5.00%。该方法可用于生活饮用水中氯仿、四氯化碳快速定性定量测定。

关键词：顶空自动进样器 气相色谱仪 生活饮用水 氯仿 四氯化碳

酒随着社会的发展，人们对生活饮用水的质量要求也在不断提高，不仅仅是需要清洁、卫生，更需要“安全”。国家从 2007 年 7 月 1 日全面实施《GB 5749-2006 生活饮用水卫生标准》，总共规定了 106 项水质指标，分为微生物指标、毒理指标、化学指标和放射性指标。其中毒理指标涉及氯仿和四氯化碳。通过监测生活饮用水中氯仿、四氯化碳的浓度可以指导生产中的加氯量，避免加氯量过大对人体健康造成危害或加氯量过小导致微生物指标不达标。

现行国标《GB/T 5750.8-2006 生活饮用水标准检验方法 有机物指标》中规定了顶空法结合气相色谱 ECD

检测器测定生活饮用水中氯仿、四氯化碳。顶空法采用气体进样，不需要进行有机溶剂萃取等前处理，操作简单。ECD 检测器是一种高灵敏度、高选择性检测器，对电负性物质具有极高的灵敏度。

岛津 GC Smart(GC-2018) 搭载了 AFM(Advanced Flow Monitoring) 技术，自动计算流量比和分流比。手动调节机型也可以精确设定测量条件，获取精准的测量结果。本文参照国标《GB/T 5750.8-2006》，建立了顶空进样结合气相色谱 ECD 检测器测定生活饮用水中氯仿、四氯化碳含量的方法。该方法操作简单、灵敏度高、检出限低。

实验部分

1.1 仪器

HS-10 顶空自动进样器

GC Smart 气相色谱仪

1.2 分析条件

HS-10 条件：

顶空瓶平衡温度：80℃

定量环温度：110℃

传输线温度：120℃

平衡时间：30 min

进样时间：1 min

GC 条件：

色谱柱：Rtx-624，60 m×0.32 mm×1.8 μm

柱温程序：50℃ (1 min)_5℃ /min_75℃ (0 min)
_10℃ /min_190℃ (5 min)

进样方式：分流，分流比：24:1

载气：氦气

载气控制方式：恒压，100 kPa

ECD 检测器温度：310℃

1.3 样品前处理

精密称取 10 mL 水样，加入 1 g 氯化钠后密封，待测。

结果讨论

2.1 标准谱图

氯仿、四氯化碳混标色谱图如图 1 所示。

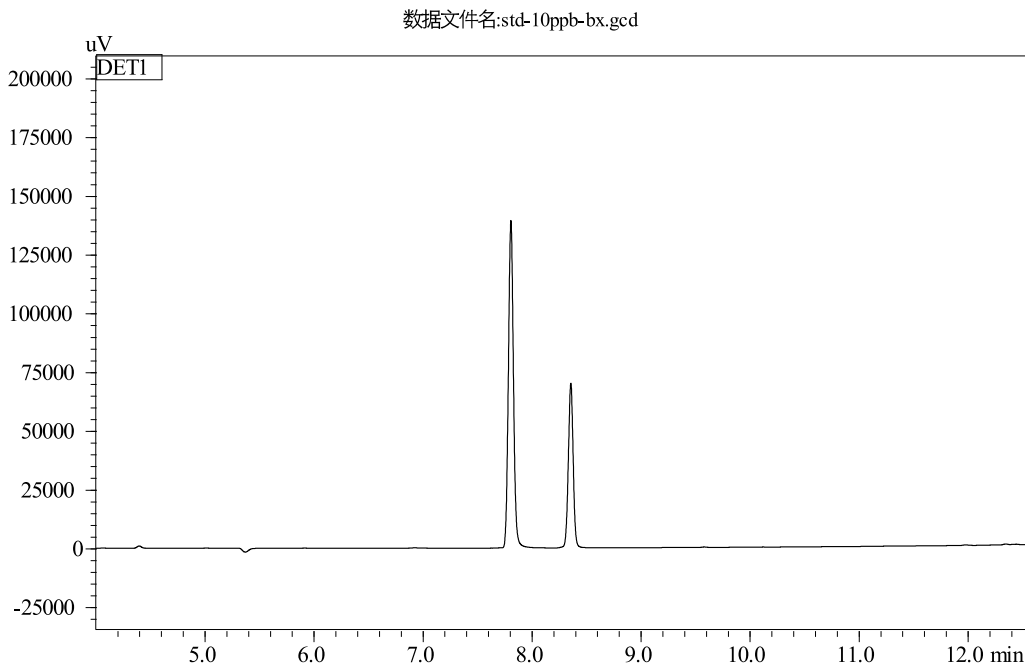


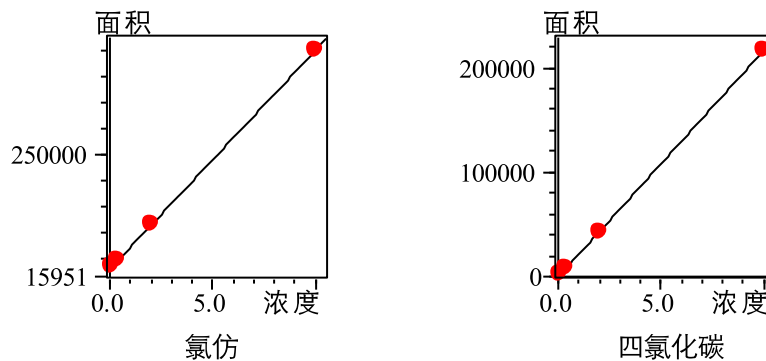
图1 标准溶液色谱图(10 μ L)

表1 组分中英文名称、CAS号和保留时间

No.	名称	英文名称	CAS#	保留时间 (min)
1	氯仿	Trichloromethane	67-66-3	7.811
2	四氯化碳	Tetrachloromethane	56-23-5	8.361

2.2 标准曲线

使用纯水配制挥发性有机物混合标准系列,浓度分别为0.1、0.4、2.0、10.0 μ g/L,以浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,制作标准曲线,如下所示。各组分标准曲线相关系数如表 2 所示。



2.3 检出限及重复性

根据 0.1 µg/L 标准溶液数据, 计算方法检出限 (3 倍信噪比计算)。各组分检出限见表 2。1.0 µg/L 标准溶液连续进样 8 针, 计算峰面积 RSD% 以考察仪器重复性, 结果如表 2 所示。

表2 各组分检出限及峰面积重复性(n=8)

No.	化合物	相关系数	检出限 (µg/L)	RSD%
1	氯仿	0.9999	0.01	3.05
2	四氯化碳	0.9999	0.03	2.81

2.4 回收率

将氯仿、四氯化碳混标溶液添加到生活饮用水样品中, 按照样品前处理方法制备, 样品中加标浓度分别为 1.0 µg/L。水样空白和加标样品回收率结果见表 3。

表3 样品测试结果及加标回收率(%)

No.	化合物名称	检测结果 (µg/L)	回收率1	回收率2	回收率3	平均回收率	RSD%(n=3)
1	氯仿	N.D.	100.3	94.2	101.5	99.3	4.49
2	四氯化碳	N.D.	95.8	98.7	100.7	98.4	2.50

N.D. 表示未检出

结论

岛津公司 HS-10 顶空自动进样器延续了 HS-20 系列的良好重复性, GC Smart 气相色谱仪采用载气手动控制模式并结合了 APC 高精度控制技术, 两者通过工作站 LabSolutions LE 实现分析的全自动化。本方法操作简单、检出限低, 样品中氯仿、四氯化碳加标回收率分别为 99.3% 和 98.4%, 方法准确可靠, 对于生活饮用水中氯仿、四氯化碳含量控制具有现实意义。