

# 气相色谱法测定水中三氯甲烷

张峰, 赵雅芳, 李冠华

(江苏康达检测技术有限公司 215001)

**摘要:** 建立吹扫捕集处理水样, 气相色谱法测定水中三氯甲烷的方法, 并对吹扫捕集测试条件进行优化。本方法不需使用有机试剂, 具有灵敏度高、检出限低、操作简便等优点。当进样量为 5mL 时, 该方法三氯甲烷检出限为 0.20 $\mu$ g/L, 加标回收率为 93.9%~104.8%。

**关键词:** 吹扫捕集; 气相色谱法; 三氯甲烷

## Determination of chloroform in water by gas chromatography

Zhang Feng, Zhao Yafang, Li Guanhua

(Jiangsu Kangda detection technology Limited 215001)

**Abstract:** The establishment of purge and trap water treatment method for the determination of trichloromethane, gas chromatography, and the purge and trap test conditions were optimized. This method does not require the use of organic reagents, has the advantages of high sensitivity, low detection limit, has the advantages of simple operation. When the sample size is 5mL, the method of trichloromethane detection limit was 0.20 g/L, the recovery is 93.9% ~ 104.8%.

**Keywords:** Purge and trap; gas chromatography; chloroform

三氯甲烷为无色易挥发有特殊气味液体, 是一种重要的有机合成原料, 也用作抗生素、香料、油脂、橡胶的溶剂和萃取剂。三氯甲烷为有毒物质, 主要作用于中枢神经系统, 对心、肝、肾有损害。《地表水环境质量标准》(GB3838-2002) 将其列入污染物监测范围。地表水体中有机物质含量较低, 水中有机物的检测前处理方法一般为溶剂萃取, 而萃取过程繁琐, 所用有机溶剂又会对环境造成污染和对操作人员的伤害<sup>[1]</sup>。吹扫捕集法对样品的富集无需使用有机溶剂, 不对环境造成二次污染, 且具有富集效率高、取样量少、操作简便快捷等优点。本文采用吹扫捕集对水样进行前处理, 毛细管柱分离, 电子捕获检测器测定水样中的三氯甲烷, 方法分离效果好, 灵敏度高, 测定结果准确。

### 1 实验部分

#### 1.1 主要试验仪器和试剂

安捷伦 7890A 气相色谱仪, 带电子捕获检测器 (ECD); TEKMAR3100 吹扫捕集仪; Tenax 捕集管; 三氯甲烷标准溶液: 10mg/L (环境保护部标准样品研究所); 抗坏血酸 (分析纯); 实验用水均为超纯水。

#### 1.2 测定条件

吹扫捕集条件：吹扫气为氮气，吹扫温度为50℃，气体流量为45ml/min，吹扫时间9min；解吸温度210℃，解吸时间2min；烘烤温度250℃；烘烤时间5min。

色谱条件：Rtx-5 毛细管色谱柱（30m×0.25mm×0.25μm）：进样口温度200℃；柱温70℃；检测器温度250℃；载气为>99.999%高纯氮，柱流量4.0ml/min；尾吹气流量30.0ml/min；分流比为10:1。

### 1.3 标准曲线的配制

用10μL微量注射器吸取三氯甲烷标准溶液1.00、3.00、5.00、8.0、10.0、到装有超纯水5mL吹扫管中，配制三氯甲烷浓度分别为2.00、6.00、10.0、16.0、20.0μg/L标准溶液系列，进行吹扫捕集进样，气相色谱分析。

### 1.4 样品测定

采样前先加0.3g抗坏血酸于玻璃瓶中，采样时将水样沿瓶壁缓缓倒入玻璃瓶中，瓶内液面不留空间，塞紧瓶口，尽快分析。样品分析时，先取实验用水5ml作空白试验，检查仪器是否受到污染，然后移取5ml水样至吹扫捕集仪的吹扫管中，ECD检测器测定，以保留时间定性，峰面积定量，用外标法计算各样品中被测物浓度。

## 2. 结果与讨论

### 2.1 吹扫温度的选择

在室温下吹扫样品时，只要吹扫时间足够长，就能满足分析的要求。为了缩短吹扫时间，可对样品进行加热，一般提高吹扫温度，样品中有机物分子的挥发扩散速率会加快，有利于被测物的吹脱从而提高吹扫捕集效率，但温度升高的同时也增加了水的挥发，不利于捕集阱的吸附且过多的水蒸气会对色谱检测器产生影响，因此吹扫温度不宜过高，本文采用吹扫温度为50℃。

### 2.2 吹扫时间的选择

在吹扫捕集法中，吹扫时间是最重要的参数，它关系到吹扫的效率，从而影响方法的检出限与灵敏度。由实验得知，在吹扫流量恒定条件下，吹扫时间小于8min时，被测样品的回收率随吹扫时间增加而增大，在8-9min内回收率变化不明显。吹扫时间越长，吹扫出的水分会越多，对捕集系统不利；吹扫时间太短，样品吹扫不彻底，因此选择吹扫时间为9min。

### 2.3 标准曲线和检出限

取标准溶液 5mL 进行吹扫和分离, 以浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标进行线性回归, 三氯甲烷在 2.00-20.0 $\mu$  g/L 质量浓度范围内线性关系良好, 线性方程为  $Y=2531.83X+128.46$ , 线性相关系数  $r=0.9995$ 。

按照样品分析的全部步骤, 连续分析 7 个低浓度样品, 计算三氯甲烷测定结果的标准偏差  $S$  分别为 0.0638 $\mu$  g/L, 检出限  $MDL=S \cdot t_{(n-1, 0.99)}$ , 式中  $t_{(n-1, 0.99)}$  为置信度 99%、自由度为  $n-1$  时的  $t$  值 ( $t_{(6, 0.99)}=3.143$ ),  $S$  表示  $n$  次平行测定的标准偏差<sup>[2]</sup>, 结果表明, 三氯甲烷的检出限为 0.20 $\mu$  g/L, 本方法的最低检出浓度低于 GB3838-2002 中推荐使用的分析方法的检出限 0.0003mg/L。

#### 2.4 方法精密度

用 10 $\mu$  L 微量注射器吸取三氯甲烷标准溶液 2.00 $\mu$  L 到装有超纯水 5mL 吹扫管中, 三氯甲烷质量浓度为 4.00 $\mu$  g/L, 进行吹扫捕集进样, 气相色谱分析 7 次进行精密度的测定, 测定结果的相对标准偏差为 1.99%。

表 1: 精密度试验

项目	三氯甲烷 ( $\mu$ g/L)
测定值	3.83、3.94、3.72、3.81、3.89、3.90、3.78
平均值	3.84
RSD	1.99%

#### 2.5 加标回收率试验

在 4 组 5mL 地表水样品管中加入 2.00、3.00、4.00、500 $\mu$  L 三氯甲烷标准溶液, 对原水样和加标水样进行分析, 计算加标回收率为 93.9%~104.8%, 见表 2。

表 2: 加标回收率试验

样品	本底值 ( $\mu$ g/L)	加入量 ( $\mu$ g/L)	测定值 ( $\mu$ g/L)	回收率 (%)
1	4.53	4.00	8.72	104.8
2	4.11	6.00	10.0	98.2
3	2.89	8.00	10.5	95.1
4	3.71	10.0	13.1	93.9

### 3. 结论

采用吹扫捕集—气相色谱法测定水中三氯甲烷操作简单快速、分离效果好、灵敏度高和检出限低, 实验过程中不需使用有机溶剂, 避免了对环境及水造成二次污染。本方法适用于水中三氯甲烷的监测, 可满足水质卫生标准的要求。

#### 参考文献:

[1]国家环境保护总局：《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M] .第 4 版. 北京：中国环境科学出版社.

[2]中华人民共和国环境保护部. HJ168-2010 环境监测分析方法标准制修订技术导则[S].

张峰，1973年4月，男，江苏泰兴，汉，江苏康达检测技术有限公司，硕士，高级工程师

，从事实验室管理及分析，联系方式：15190607230，联系地址：江苏省苏州市姑苏区盘胥路 859 号 69 创意园 A1 楼康达检测技术有限公司。