

气相色谱法测定水质中的吡啶

金 迁

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 在一定的温度下, 顶空瓶内水样中的吡啶向液上空间挥发, 在气液两相达到热力学动态平衡。气相中的吡啶经气相色谱分离, 用氢火焰检测器检测, 以保留时间定性, 外标法定量, 吡啶的线性相关系数为 0.99942。

关键词: 气相色谱仪; 水质; 吡啶

1 参考标准

《HJ 1072-2019 水质 吡啶的测定 顶空-气相色谱法》

2 试剂及标准品

2.1 试剂

2.1.1 甲醇, 色谱纯。

2.1.2 吡啶, 分析纯。

2.1.3 氯化钠, 优级纯。在 400°C 下烘烤 4h 后冷却至室温。

2.2 标准品

2.2.1 准确称取吡啶 (3.1.2) 0.2504g 至 50ml 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 加盖摇匀, 此浓度为 5008ug/ml。

3 标准溶液配制

取 5 支顶空瓶, 依次加入 3g 氯化钠, 纯水 10mL, 再用 10uL 微量注射器准确吸取 0.4uL、1uL、2uL、4uL、5uL (2.1.2) 至各项空瓶中, 加盖密封, 待测。

4 使用仪器设备

4.1 福立 GC9720 气相色谱仪, 附氢火焰检测器 (FID)

4.2 HS-930 全自动顶空

4.3 CAM/30m*0.32mm*0.25um(碱改性的 PEG-20M)

4.4 HP-624/30m*0.32mm*1.8um

4.5 微量注射器: 10 和 25uL

4.6 一般实验室常用仪器和设备。

5 测定

5.1 顶空条件

加热平衡温度 70°C，加热平衡时间 30min，取样针温度 100°C，阀箱温度：110°C，传输线温度 150°C。

5.2 色谱条件

5.2.1 色谱柱：

CAM 石英毛细管柱，柱长 30m，内径 0.32mm，膜厚 0.5um

HP-624 石英毛细管柱，柱长 30m，内径 0.32mm，膜厚 1.8um

5.2.2 柱温：70°C

5.2.3 检测器温度：230°C

5.2.4 进样口温度：250°C

5.2.5 载气流量 (N₂)：

分析柱：1.5mL/min

验证柱：2.0ml/min

5.2.6 进样量：1.0 mL

5.2.7 分流比：5:1

5.3 典型谱图

分析柱：CAM/30m*0.32mm*0.25um

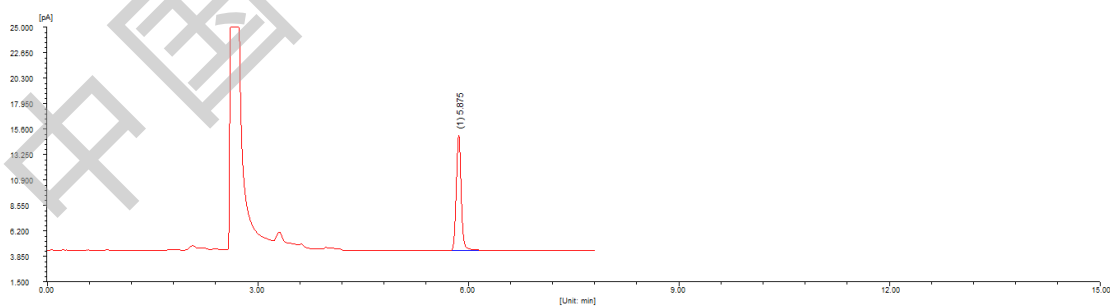


图 1 吡啶 (5.0mg/L) 标准溶液

验证柱：HP-624/30m*0.32mm*1.8um

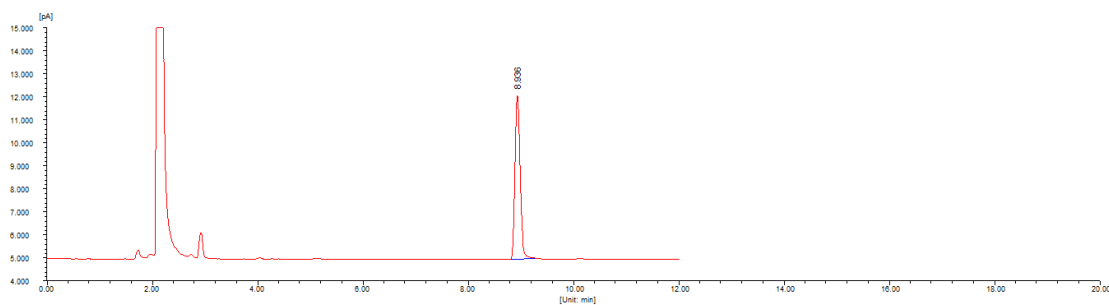
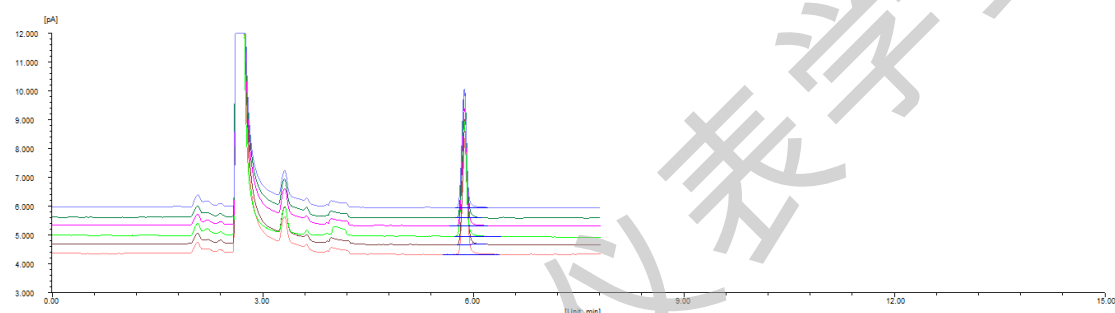


图 2 吡啶 (5.0mg/L) 标准溶液

5.4 重复性实验

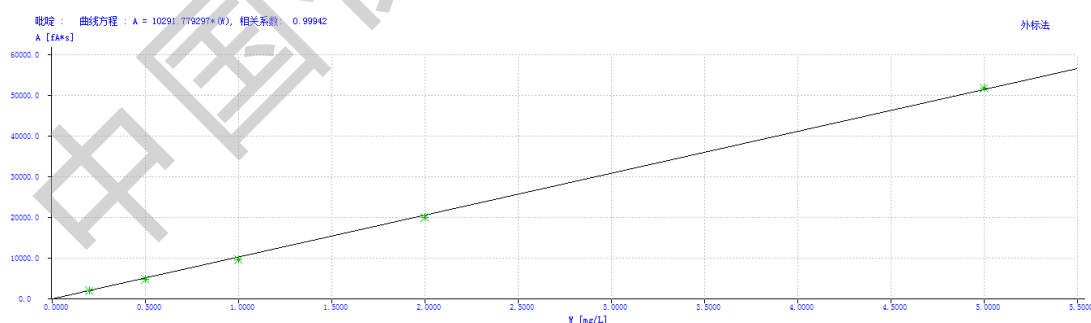


序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	谱图数
1	吡啶	5.887	0.097	20084.2	2.9835	4178.8	4.1432	100.0000	0.0000	6

图 3 吡啶 (2.0mg/L) 标准溶液

5.5 校正曲线及相关系数

吡啶：A=12091.779297* (W) ， 相关系数： 0.99942



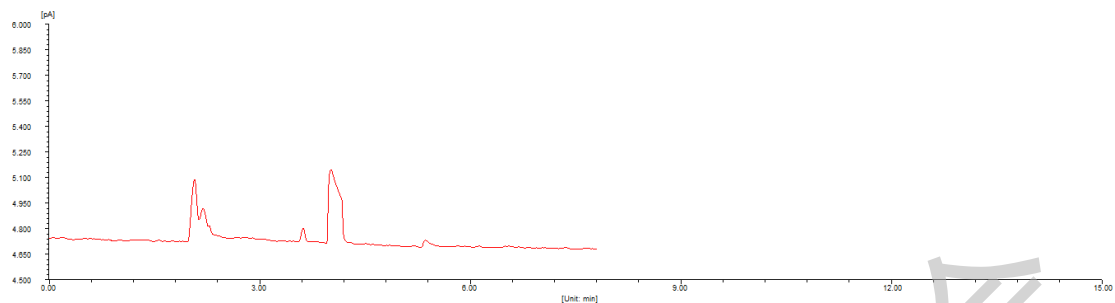
5.6 检出限

当取样体积为 10ml 时，方法检出限为 0.026mg/L，定量限为 0.104mg/L。

含量 [mg/L]	含量 [mg/L]	含量 [mg/L]	含量 [mg/L]	含量 [mg/L]	含量 [mg/L]	含量 [mg/L]	检出限 [mg/L]	定量限 [mg/L]
0.1975	0.1892	0.2123	0.197	0.1944	0.1996	0.2101	0.026	0.104

5.7 地表水样品

取一定的地表水，用氢氧化钠将 pH 调至 6-8。取一只顶空瓶，加入 3g 氯化钠，再移入 10ml 上述地表水，加盖密封，待测。



结果：未检出。

5.8 加标回收率

取 6 只顶空瓶，加入 3g 氯化钠，移 10ml 上述地表水，再用 10ul 微量注射器取 1.2ul (3.1.2)，加盖密封，待测。

地表水	吡啶加标量[mg/L]	吡啶测定值[mg/L]	加标回收率%	相对标准偏差%
未检出	0.6	0.5956	99.2669	2.5289
		0.5748	95.794	
		0.6124	102.0702	
		0.5822	97.0268	
		0.6047	100.7905	
		0.6082	101.3674	