

# 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℃，加热平衡时间 30min，取样针温度 100℃，阀箱温度：110℃，传输线温度 150℃。

### 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℃

#### 5.2.3 检测器温度：230℃

#### 5.2.4 进样口温度：250℃

#### 5.2.5 载气流量 (N<sub>2</sub>)：

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

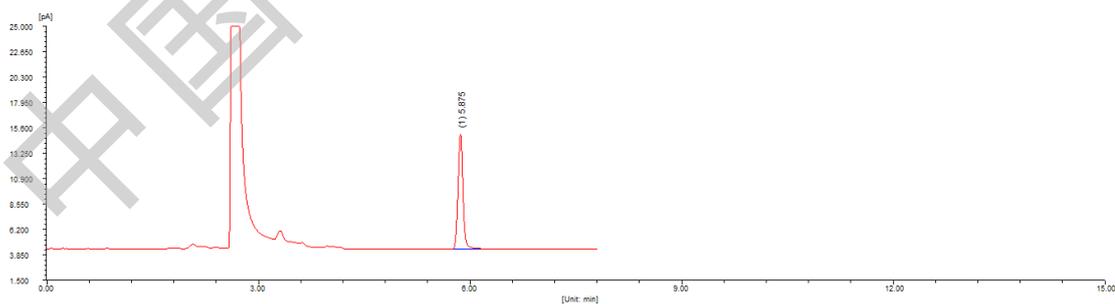


图 1 吡啶 (5.0mg/L) 标准溶液

验证柱：HP-624/30m\*0.32mm\*1.8um

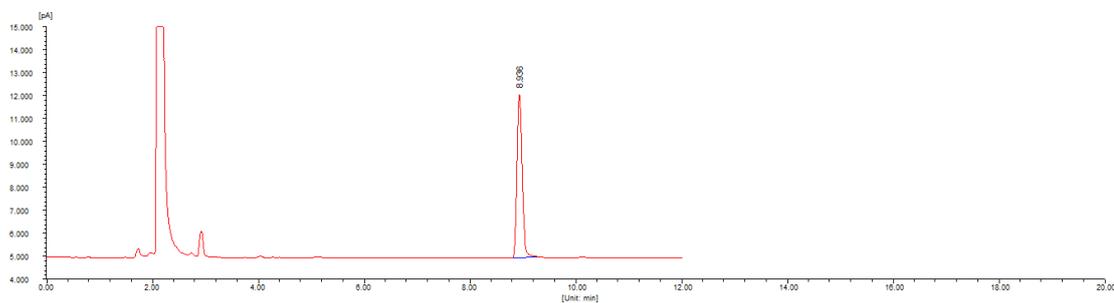
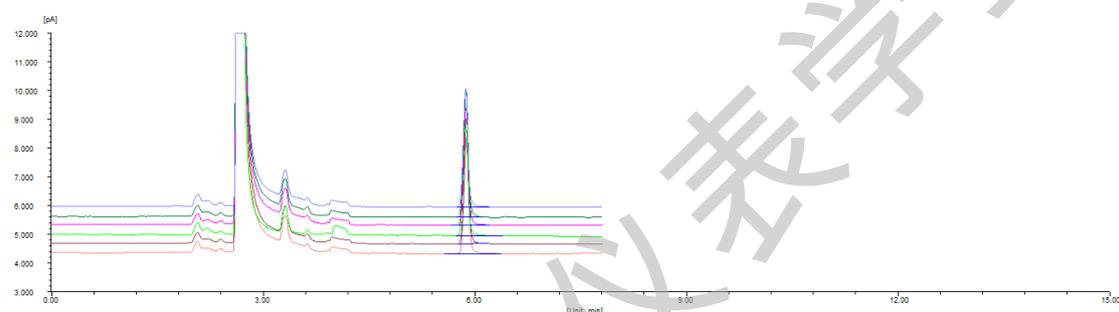


图 2 吡啶 (5.0mg/L) 标准溶液

### 5.4 重复性实验

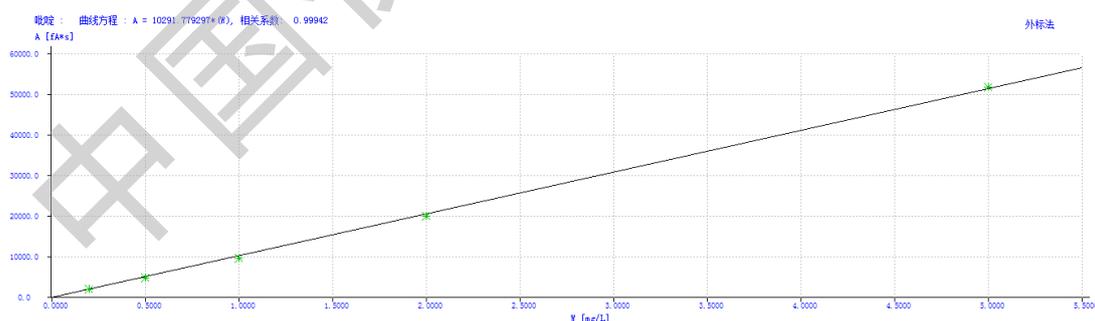


| 序号 | 组分名 | 平均时间  | 时间RSD% | 平均面积    | 面积RSD% | 平均峰高   | 峰高RSD% | 平均含量     | 含量RSD% | 谱图数 |
|----|-----|-------|--------|---------|--------|--------|--------|----------|--------|-----|
| 1  | 吡啶  | 5.887 | 0.097  | 20084.2 | 2.9835 | 4178.8 | 4.1432 | 100.0000 | 0.0000 | 6   |

图 3 吡啶 (2.0mg/L) 标准溶液

### 5.5 校正曲线及相关系数

吡啶： $A=12091.779297 \cdot (W)$ ，相关系数：0.99942



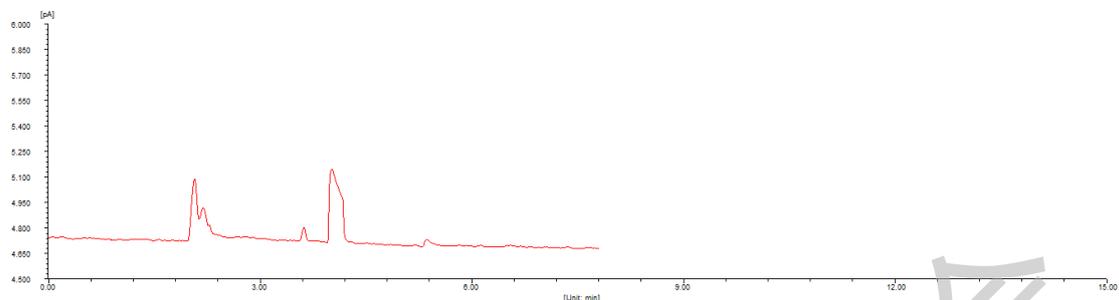
### 5.6 检出限

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<br>[mg/L] | 检出限<br>[mg/L] | 定量限<br>[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 |         |