

GC-BID 测定生活饮用水中微量甲醛含量

摘要：本文建立了使用岛津 GC-2010 Plus+BID 检测器（Tracera 系统）测定生活饮用水中微量甲醛的方法。在标准曲线浓度范围内线性关系良好，相关系数 r 大于 0.999；峰面积重复性良好，RSD%小于 5%。该方法可用于生活饮用水中微量甲醛的快速定量测定。

关键词：BID（介质阻挡放电等离子体检测器） 甲醛 生活饮用水

甲醛具有刺激性，主要用于酚类、三聚氰胺等有机物的生产，生活饮用水中本身不含甲醛，其主要来自工业排放物和二氧化氯、臭氧消毒而氯化氧化的副产物；水中有机物通过一定的热解也可产生一定的甲醛。

近年来，人们对甲醛的污染及其对人体的伤害越来越重视；研究发现，人体皮肤接触甲醛气体会导致皮肤受刺激和过敏性皮炎；长期呼吸过量的甲醛会导致人体中枢神经系统功能丧失，严重的会致癌，《生活饮用水卫生标准》中自来水甲醛含量不得超过每升0.9毫克，因此为了保证生活饮用水的安全，需要进行甲醛的检测和控制。

测定甲醛含量较多采用分光光度法，但灵敏度低，难以适应水样中低浓度甲醛的测定。岛津公司最新推出的BID检测器，即介质阻挡放电氦等离子体检测器（Barrier Discharge Ionization Detector）。利用高纯He气在绝缘介质上产生氦等离子体，放出高能光子能量(17.7eV)，可以检测除Ne和载气He以外的所有化合物，具有比FID更高的灵敏度。

本文利用岛津 BID 检测器，建立了一种直接进样测定生活饮用水中微量甲醛含量的方法，该方法操作简单，灵敏度高，检出限低，适用性强。

1 实验部分

1.1 仪器

GC-2010 Plus+BID检测器

载气：氦气

检测器温度：280 °C

1.2 分析条件

放电气流量：100mL/min

GC条件：

吹扫流量：10mL/min

色谱柱：InertCap WAX, 30m×0.25mm×0.25μm

1.3 样品前处理

柱温程序：50°C（5min）_10°C/min_ 150°C（2min）

样品无需进行处理，直接吸取 0.5μL 进样分析即可。

进样口温度：250°C

载气控制方式：恒线速度（40 cm/sec）

进样方式：分流

分流比：10

进样量：0.5μL

2 结果讨论

2.1 标准谱图

甲醛标准溶液色谱图。

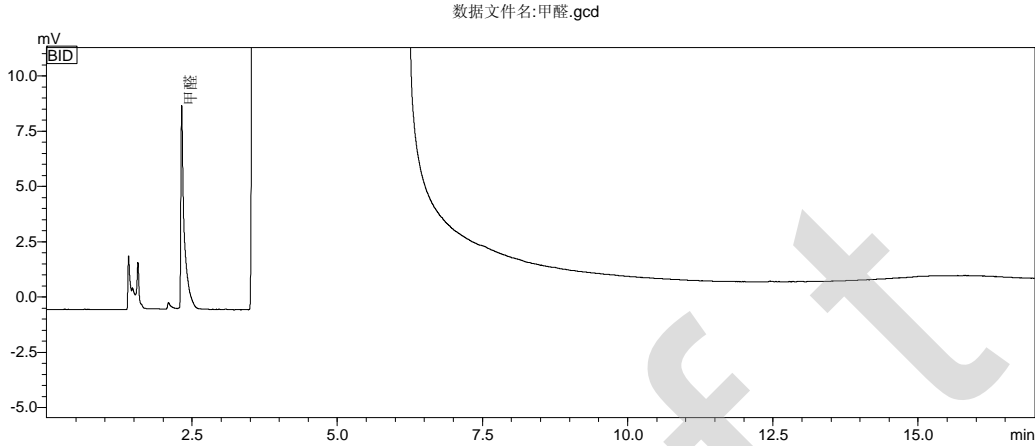


图 1 甲醛标液色谱图 (10 μ g/mL)

表 1 甲醛组分信息及保留时间

No.	名称	英文名称	CAS#	保留时间 (min)
1	甲醛	formaldehyde	50-00-0	2.351

2.2 标准曲线及相关系数

使用超纯水配制甲醛标准溶液，浓度分别为 0.1、1、5、10、50 μ g/mL，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，制作标准曲线，见图 2。以 0.1 μ g/mL 标准溶液响应值计算仪器检出限（3 倍信噪比），结果如表 2 所示。

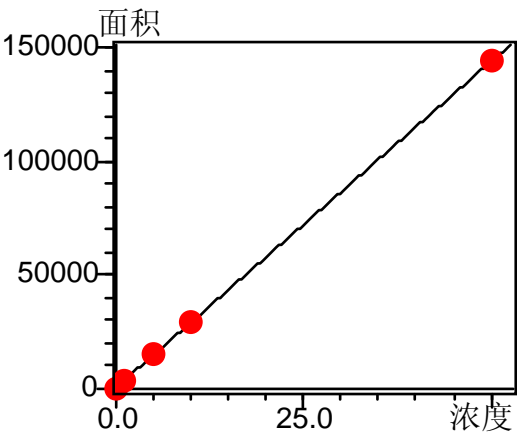


图 2 甲醛标准曲线

表 2 相关系数及检出限

No.	组分名称	相关系数	检出限 (μ g/mL)
1	甲醛	0.9999	0.045

2.3 重复性

用浓度为 $1\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液，重复进样 6 次，面积重复性良好，RSD%为 3.83%。详细结果见表 3。

表 3. 甲醛面积重复性结果 (n=6)

No	组分名	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%
1	甲醛	2197	2161	2143	2158	2316	2336	2218.5	3.83

2.4 样品测定结果

取适量自来水，吸取 $0.5\mu\text{L}$ 直接进样分析，定量结果如下表 4 所示。

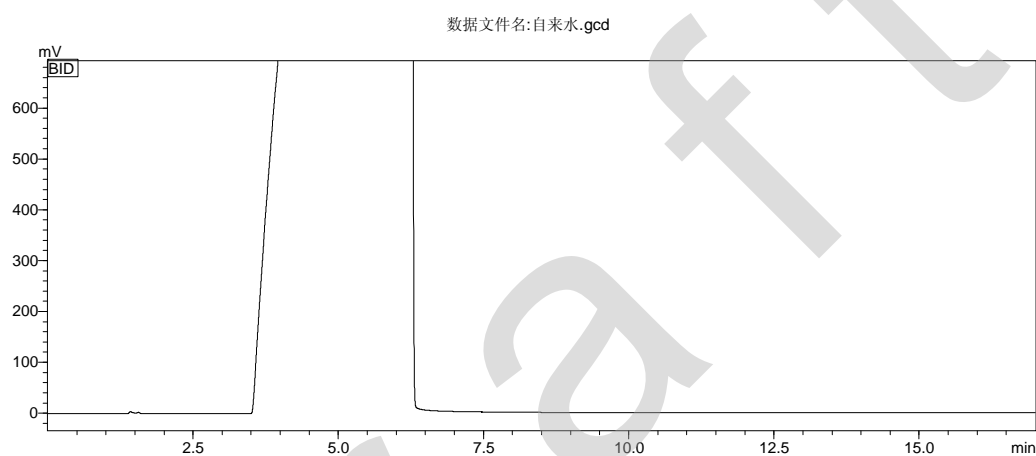


图 3 实际样品测试谱图

表 4 实际样品定量结果

No.	组分名称	定量结果 ($\mu\text{g/mL}$)
1	甲醛	未检出

3 结论

采用岛津 GC-2010 Plus+PID 检测器测定生活饮用水中微量甲醛含量，方法操作简单，无需进行前处理，方法检测灵敏度高，在 $0.1\sim 50\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内标准曲线线性良好，重复性好，完全满足日常的甲醛分析检测要求。