

团 体 标 准

T/JPMA XXXX—XXXX

生活饮用水中六种卤乙腈的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法

Determination of six halogenated acetonitriles in drinking water
Purge and trap/gas chromatography-mass spectrometry

（报批稿）

（本草案完成时间：2026.4）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 方法原理 1

4 试剂和材料 1

5 仪器和设备 1

6 样品 2

7 试验步骤 2

8 结果计算与表示 3

9 准确度和精密度 3

10 质量控制 3

附录 A（资料性） 4

附录 B（资料性） 5

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由昆山市疾病预防控制中心(市卫生监督所)提出。

本文件由江苏省预防医学会归口。

本文件起草单位：昆山市疾病预防控制中心(市卫生监督所)、中国疾病预防控制中心辐射防护与核安全医学所，江苏理工学院、昆山市供排水水质检测中心有限公司、苏州大学、泰州市疾病预防控制中心(市卫生监督所)、宿迁市疾病预防控制中心(市卫生监督所)。

本文件主要起草人：王媛、梁晓军、程士、戴鸣、李加付、钱国华、沈欢喜、姚庆完、刘波、雍宗锋、陈鹏。

生活饮用水中六种卤乙腈的测定

吹扫捕集/气相色谱-质谱法

1 范围

本文件规定了生活饮用水中氯乙腈、二氯乙腈、溴乙腈、溴氯乙腈、碘乙腈、二溴乙腈的吹扫捕集/气相色谱-质谱测定方法。

本文件适用于生活饮用水中氯乙腈、二氯乙腈、溴乙腈、溴氯乙腈、碘乙腈、二溴乙腈的测定。

取样量为 25 mL 时，本方法最低检测质量浓度分别为：氯乙腈 0.14 µg/L，二氯乙腈 0.17 µg/L，溴乙腈 0.45 µg/L，溴氯乙腈 0.38 µg/L，碘乙腈 0.76 µg/L，二溴乙腈 0.47 µg/L。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 5750.2 生活饮用水标准检验方法 第2部分：水样的采集与保存

GB/T 5750.3 生活饮用水标准检验方法 第3部分：水质分析质量控制

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和实验方法

3 方法原理

水样中的卤乙腈经氦气吹扫后吸附于捕集管中，将捕集管瞬间加热并以氦气反吹、解吸后，经气相色谱分离，质谱检测器检测。通过目标组分保留时间和碎片离子质荷比进行定性，外标法定量。

4 试剂和材料

本方法实验用水为GB/T 6682-2008规定的一级水。

4.1 乙腈（C₂H₅N）：色谱纯。

4.2 标准物质：氯乙腈（CAS: 107-14-2），纯度 ≥99%；二氯乙腈（CAS: 3018-12-0），纯度 ≥97%；溴乙腈（CAS: 590-17-0），纯度 ≥99%；溴氯乙腈（CAS: 83463-62-1），纯度 ≥96%；碘乙腈（CAS: 624-75-9），纯度 ≥98%；二溴乙腈（CAS: 3252-43-5），纯度 ≥99%；或使用有证标准物质。

4.3 标准储备溶液：分别准确称取 0.0100 g 六种卤乙腈标准物质至 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，配制成质量浓度为 1000 mg/L 标准储备溶液。此溶液于-20℃保存，有效期为 1 个月。

4.4 混合标准中间溶液：分别准确吸取氯乙腈、二氯乙腈标准储备溶液 0.10 mL，溴乙腈、溴氯乙腈、二溴乙腈标准储备溶液 0.5 mL，碘乙腈标准储备溶液 1.0 mL 至 5 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，此溶液于-20℃保存，有效期为 10 天。

4.5 混合标准使用溶液：准确吸取卤乙腈混合标准中间溶液 1.0 mL 至 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，临用现配。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪：配有电子电离源（EI）。

- 5.2 吹扫捕集仪：配有 25 mL 吹扫管、25 mL 定量环及单 Tenax 材质捕集阱。
- 5.3 色谱柱：石英毛细管柱（60 m×0.25 mm×1.4 μm，固定相为 6%氰丙基/苯基、94%聚二甲基硅氧烷），或其他等效色谱柱。
- 5.4 微量注射器：10 μL、50 μL、100 μL。
- 5.5 样品瓶 40 mL，棕色玻璃瓶附螺旋盖及聚四氟乙烯垫片。
- 5.6 棕色磨口硬质玻璃瓶：1 L。
- 5.7 天平：感量 0.01 mg。

6 样品

6.1 样品的采集与保存

用棕色磨口硬质玻璃瓶采集水样，采样前打开水龙头，放水数分钟，排除沉积物，特殊情况可适当延长放水时间。样品采集时应尽可能充满采样瓶并加盖密封。样品采集后，置于 0℃~4℃、冷藏保存。

6.2 样品的预处理

将待测水样倒入样品瓶中，尽量充满样品瓶，加盖密封后不留空气，12 h内测定。

7 试验步骤

7.1 仪器参考条件

- 7.1.1 吹扫捕集参考条件：吹扫气体：氦气；吹脱温度：室温；吹脱时间：13 min；解吸温度：180℃，解吸时间：1 min；烘烤温度：200℃；烘烤时间：15 min；水管理器：吹扫温度：120℃；解吸温度：60℃；烘烤温度：240℃。
- 7.1.2 气相色谱参考条件：进样口温度 220℃，分流比 5：1；柱流量 1.0 mL/min；程序升温：柱温箱起始温度 40℃，保持 2 min，以 5℃/min 升温至 120℃，再以 10℃/min 升温至 200℃。
- 7.1.3 质谱参考条件：电子电离源（EI）温度 250℃；离子化能量 70 eV；传输线温度：250℃；扫描方式：选择离子模式（SIM），检测参数见附录 A 表 A.1。

7.2 仪器校准

GC-MS性能试验：将1 μL 25 μg/mL的 4-溴氟苯（BFB）加入到 25 mL水中进行吹扫捕集，得到的 BFB质谱在扣除背景后，其质荷比（*m/z*）应满足表1的要求，否则要重新调谐质谱仪直至符合要求。

表1 4-溴氟苯（BFB）离子丰度指标

质荷比（ <i>m/z</i> ）	相对丰度指标
50	质量数为95的离子丰度的15%~40%
75	质量数为95的离子丰度的30%~80%
95	基峰，相对丰度为100%
96	质量数为95的离子丰度的5%~9%
173	大于质量数为174的离子丰度的2%
174	小于质量数为95的离子丰度的50%
175	质量数为174的离子丰度的5%~9%
176	质量数为174的离子丰度的95%~101%
177	质量数为176的离子丰度的5%~9%

7.3 标准曲线和参考谱图

标准曲线的绘制：取 6 个 100 mL 容量瓶，先加入适量的水，用微量注射器分别吸取卤乙腈混合标准使用溶液 0 μ L、10 μ L、20 μ L、40 μ L、80 μ L、100 μ L 于容量瓶中，用水定容至刻度。混合标准系列质量浓度见附录 B 表 B.1。将标准系列溶液倒入样品瓶，按照样品处理相同步骤进行吹扫捕集和色谱质谱分析。以定量离子的峰面积为纵坐标，质量浓度为横坐标，绘制标准曲线。在本文件推荐的测量条件下，六种卤乙腈的标准参考色谱图见附录 B 图 B.1。

8 结果计算与表示

8.1 定性分析

根据标准物质特征离子和保留时间定性。对于 SIM 方式，目标化合物的确认离子应在样品中存在。对于落在保留时间窗口的每一个化合物，样品中确认离子相对于定量离子的相对丰度与通过最近校准标准获得的相对丰度的绝对值偏差应小于 20%。

8.2 定量结果

从标准曲线查得水中待测组分质量浓度，以微克每升 (μ g/L) 表示。

9 准确度和精密度

4 个实验室在 0.20 μ g/L~20.0 μ g/L 质量浓度范围内，选择低、中、高(0.20 μ g/L~16.0 μ g/L)3 个不同质量浓度对生活饮用水进行加标回收试验，按照所建立的方法进行样品处理及测定，每个质量浓度重复 6 份平行样品，计算六种卤乙腈的平均加标回收率及相对标准偏差 (RSD)。六种卤乙腈平均加标回收率范围分别为：氯乙腈 90.0%~106%，二氯乙腈 86.6%~105%，溴乙腈 89.4%~107%，溴氯乙腈 88.0%~106%，碘乙腈 92.3%~107%，二溴乙腈 87.5%~109%。六种卤乙腈平均相对标准偏差范围分别为：氯乙腈 0.9%~9.3%，二氯乙腈 1.0%~4.0%，溴乙腈 0.5%~3.5%，溴氯乙腈 0.6%~4.8%，碘乙腈 0.7%~5.0%，二溴乙腈 1.0%~7.4%。

10 质量控制

10.1 每批样品随机抽取 10%~20% 的样品进行平行双样测定。若样品数量较少，应增加平行双样测定比例。平行样分析时目标化合物的相对偏差应小于 20%。

10.2 每批样品应随机抽取 10%~20% 进行加标回收分析，加标回收率应控制在 75%~125% 之间。

附 录 A
(资料性)

六种卤乙腈的组分信息及检测离子参数见表 A. 1。

表A. 1 目标化合物的组分信息及检测离子参数

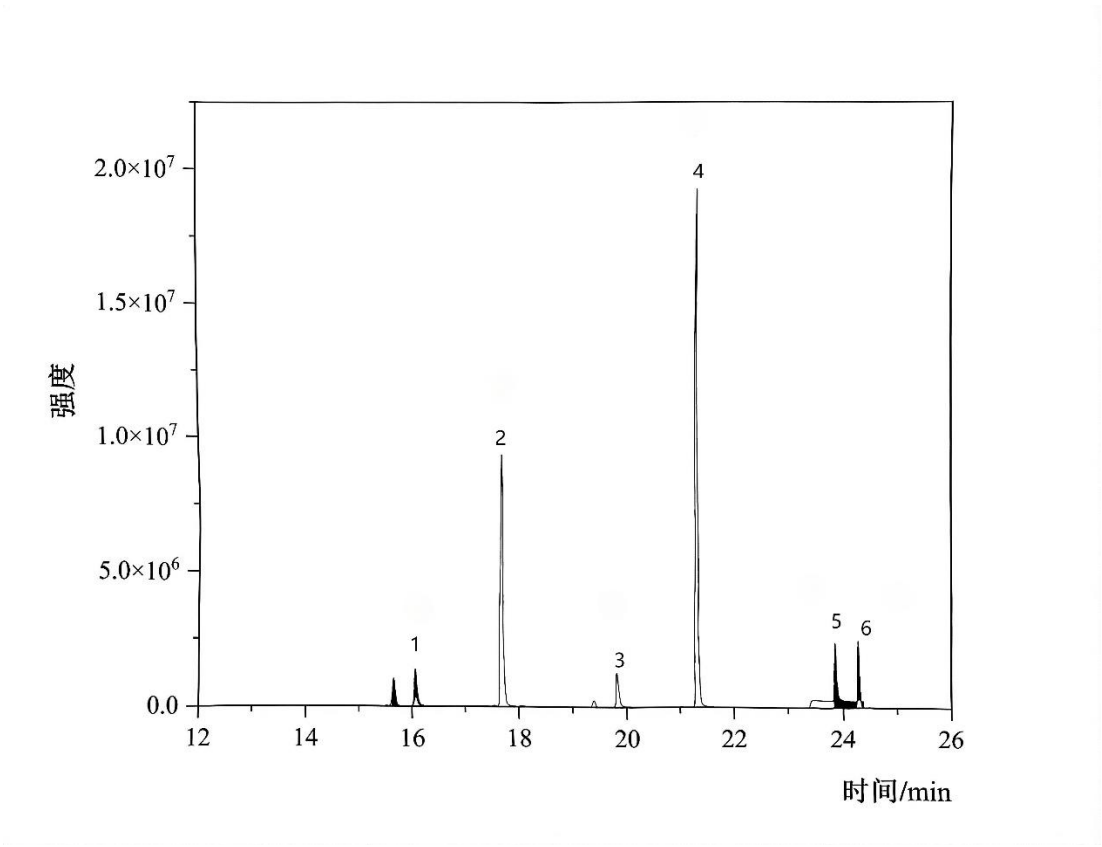
序号	组分	英文名称	分子式	相对分子质量	定量离子 (<i>m/z</i>)	定性离子 1 (<i>m/z</i>)	定性离子 2 (<i>m/z</i>)
1	氯乙腈	Chloroacetonitrile	C ₂ H ₂ ClN	75.50	75	48	77
2	二氯乙腈	Dichloroacetonitrile	C ₂ HCl ₂ N	109.94	82	74	76
3	溴乙腈	Bromoacetonitrile	C ₂ H ₂ BrN	119.95	121	79	119
4	溴氯乙腈	Bromochloroacetonitrile	C ₂ HBrClN	154.39	74	76	155
5	碘乙腈	Iodoacetonitrile	C ₂ H ₂ IN	166.95	167	127	40
6	二溴乙腈	Dibromoacetonitrile	C ₂ HBr ₂ N	198.84	199	118	120

附 录 B
(资料性)

六种卤乙腈混合标准系列溶液质量浓度见表B.1，目标化合物的总离子流色谱图见图B.1。

表B.1 混合标准系列溶液质量浓度 (μg/L)

序号	组分	混合标准系列溶液质量浓度					
		1	2	3	4	5	6
1	氯乙腈	0	0.20	0.40	0.80	1.60	2.00
2	二氯乙腈	0	0.20	0.40	0.80	1.60	2.00
3	溴乙腈	0	1.00	2.00	4.00	8.00	10.0
4	溴氯乙腈	0	1.00	2.00	4.00	8.00	10.0
5	碘乙腈	0	2.00	4.00	8.00	16.0	20.0
6	二溴乙腈	0	1.00	2.00	4.00	8.00	10.0



1——氯乙腈，16.1；2——二氯乙腈，17.7；3——溴乙腈，19.9；4——溴氯乙腈，21.4；5——碘乙腈，23.9；
6——二溴乙腈，24.3。

图B.1 目标化合物的总离子流色谱图