

气相色谱法测定空气中三氯乙烯和四氯乙烯

杜宏, 孔玉梅, 王平, 杜广玉

(大连市环境监测中心, 辽宁 大连 116023)

摘要: 应用气相色谱法以 5% PEG-6000 为固定液、6201 为担体填充柱分离, 电子捕获检测器检测, 直接进样测定环境空气中三氯乙烯和四氯乙烯。对 0.029 mg/m³ 三氯乙烯和 0.056 mg/m³ 四氯乙烯标准样作重复 5 次测定, 其相对标准差分别为 5.7% 和 1.5%, 并在实际样品中进行加标回收试验, 回收率三氯乙烯在 90%~110%、四氯乙烯在 94%~108% 之间。检测限分别为 0.006 mg/m³ 和 0.0005 mg/m³, 完全能满足环境空气监测的需要。

关键词: 气相色谱; 空气; 三氯乙烯; 四氯乙烯

中图分类号: O 657.7⁺1

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2000)06-0033-02

To Determine Trichloroethylene and Tetrachloroethylene in Air by Gas Chromatography

DU Hong, KONG Yumei, WANG Ping, DU Guangyu

(Dalian Municipal Environmental Monitoring Center, Dalian, Liaoning 116023, China)

Abstract: Trichloroethylene and tetrachloroethylene in environmental air were determined directly by gas chromatography, with taking 5% PEG-6000 as fixed liquid and 6201 as carrier, then to isolate by stuffing column and to detect by electron capture detector. The standard samples of 0.029 mg/m³ trichloroethylene and 0.056 mg/m³ tetrachloroethylene were titrated five times repeatedly. Their relative standard deviations were 5.7% and 1.5% respectively. In sampling analysis for the practical samples, the recovery rate of trichloroethylene was 90%~110%, tetrachloroethylene was 94%~108%. Their detection limits were 0.006 mg/m³ and 0.0005 mg/m³, were suitable for the need of environmental air's monitoring.

Key words: Gas chromatography; Air; Trichloroethylene; Tetrachloroethylene

三氯乙烯、四氯乙烯是一种无色液体,有毒,无论是急性接触或是慢性接触,都会产生麻醉作用。在干洗行业中大量使用,污染环境,影响人体健康。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

3700型气相色谱仪, Ni⁶³ 电子捕获检测器; 3390 积分仪; 2 m × 2 mm 金属色谱柱; 1 L 铝铂采气袋; PEG-6000 色谱固定液; 6201 担体。

1.2 样品采集与分析

以 1 L 铝铂袋采集环境空气样品,用 1.0 mL 玻璃注射器吸取样品注入气相色谱仪测定,以保留时间定性,峰面积定量。

1.3 校准曲线

用微量注射器吸取 1.0 mL 的三氯乙烯和四

氯乙烯注入 100 mL 注射器中,在室温下挥发 30 min,注入清洁空气,摇匀。根据化合物各自密度计算其浓度。配制一系列浓度标准气,进行测定。以浓度-峰面积绘制校准曲线,其回归方程三氯乙烯为: $y = 90800 + 85900x$; 四氯乙烯为: $y = 177000 + 143000x$, 相关系数均为 0.999, 具有良好的线性关系。

2 结果与讨论

2.1 检测器的选择

分别采用氢火焰检测器和 Ni⁶³ 电子捕获检测器对三氯乙烯和四氯乙烯进行测定。试验表明三

收稿日期: 1999-10-09; 修订日期: 2000-07-28

第一作者简介: 杜宏(1958-),女,陕西米脂人,工程师,大学本科,曾发表论 2 篇。

氯乙烯和四氯乙烯在氢火焰检测器上响应值低,检测限分别为 0.1 mg/m^3 和 0.06 mg/m^3 。因三氯乙烯的空气质量标准为 0.3 mg/m^3 , 氢火焰检测器显然不能满足环境监测的要求。三氯乙烯、四氯乙烯在 Ni^{63} 电子捕获检测器具有较高的响应值, 检测限分别达 0.006 mg/m^3 和 0.0005 mg/m^3 , 并可直接进样测定, 故采用 Ni^{63} 电子捕获检测器。

2.2 色谱柱的选择

采用长 2 m, 内径 2 mm 的金属柱, 充填弱极性 GDX-502 固定相进行分离, 三氯乙烯与四氯乙烯不能完全分开, 四氯乙烯色谱峰还出现拖尾。使用中等极性 5% PEG-6000 固定液、6201 担体为分离柱, 三氯乙烯和四氯乙烯能得到完全分离, 故采用此柱为分离柱。

2.3 色谱条件选择

对最佳色谱条件进行了选择。试验表明, 在柱温 $80 \text{ }^\circ\text{C}$, 汽化室温度 $120 \text{ }^\circ\text{C}$, 检测器温度 $120 \text{ }^\circ\text{C}$, 载气(N_2) 流量 40 mL/min 时, 三氯乙烯与四氯乙烯得到完全分离。

2.4 方法检测限

$$\text{检测限}(\mu\text{g}): D = M \times 2N/H$$

式中: M —进样量, μg ;

N —噪声, mm ;

H —色谱峰高, mm 。

当进样量为 1 mL 时, 检测限三氯乙烯为 0.006 mg/m^3 , 四氯乙烯为 0.0005 mg/m^3 。

2.5 精密度和加标回收率

配制三氯乙烯浓度为 0.029 mg/m^3 、四氯乙烯浓度为 0.056 mg/m^3 标准气, 分别重复测定 5 次。其平均值为 0.026 mg/m^3 和 0.049 mg/m^3 , 相对标准差为 5.2% 和 1.5%。

用 1L 铝铂袋采集干洗店附近空气样品, 直接测定并做加标回收试验, 结果见表 1。

表 1 实际样品精密度和加标回收率 mg/m^3

	样品值	加标量	回收率/%
三氯乙烯	0.15	0.20	90~110
四氯乙烯	1.24	1.10	94~108

由表 1 可知, 三氯乙烯和四氯乙烯加标回收率分别为 90%~110% 和 94%~108%。

• 简讯 •

全球环境七大发展趋势

1. 现在世界上有 60 亿多人口, 并且仍在增长。按现有的增长速度, 预计 2050 年人口将达到 80 亿~120 亿, 绝大多数的人口增长在发展中国家。

2. 全球的物质生产目前尚能满足人类的需求, 但未来 30 年内, 要想解决另增加的 30 亿人口的吃饭问题, 仍是一个严峻的问题。虽然主要粮食作物的产量在逐渐增长, 然而收割后的浪费却很严重。土壤侵蚀以及不合理的耕作模式导致土壤持续退化、收成下降。一般而言, 如果没有一个使资源更有效利用以及减少农药或化学品使用的耕作方法, 在不增加农业环境负担的情况下, 很难满足未来世界对粮食的需求。

3. 1971 年以来, 全球能源利用量已经增长了大约 70%, 并且预计在未来的 15 年内将以年均 2% 的速率增长, 除非提高能源效率或禁止使用化石燃料, 否则, 冰箱、汽车等高能耗品的大量使用, 将会导致温室气体的排放量比当前的水平增长一倍。化石燃料价格低廉以及它为人们所熟悉的特点, 决定了由化石燃料向可再生能源如风能、太阳能、地热能等转移的困难, 但这些清洁能源不可否认地要被加以推广和在技术上得以进步。

4. 自 1987 年以来, 许多国家已削减了 70% 的消耗臭氧层物质的使用量, 并且各个国家也都在通力合作预防这方面的环境危机。但臭氧层并没因此得以妥善的保护, 因为氟氯化物及其他破坏臭氧层的化学物质还没有完全被禁止, 黑市氟氯化物的交易活动仍很猖獗。

5. 亚洲的酸雨范围在扩大, 频率在增多。如果按当前的趋势发展下去, 2010 年二氧化硫的排放量将是当前的 3 倍。

6. 森林退化也是一个不容忽视的全球性问题, 在 1990 年~1995 年间大多数国家森林在退化, 其中尤其以热带雨林为甚。1997 年印度尼西亚和亚马逊河流域的森林大火已为世界各国敲响了警钟。人类在以往活动中, 由于农场、草地、居住地或商业目的, 致使一半的森林遭受了砍伐和破坏。

7. 全球水的需求量正在迅速增长, 水资源的可获得性可能是 21 世纪最紧迫和最有争议的资源问题。世界上 1/3 的人口面临中等乃至非常严重的用水压力, 如果没有严厉的水保护措施及合理的协调计划, 这一数目将增加一倍。

李刚 李文青 摘自《国际环境参考》