

顶空气相色谱法测定地表水中的乙醛

缪建洋, 李 丽, 陆海滨, 吴 鹏

(南通市环境监测中心站, 江苏 南通 226006)

摘 要:建立了顶空气相色谱法测定地表水中乙醛的方法,并对顶空进样条件进行了优化。方法精密度的 5%~8%, 加标回收率为 93%~102%, 检测限为 0.03 mg/L。方法简便、可靠,适用于地表水中乙醛的测定。

关键词:顶空气相色谱法;乙醛;地表水;测定

中图分类号: O657.7⁺1

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2005)03-0032-02

To Detect Acetaldehyde in Surface Water with Head-space GC

MIAO Jian-yang, LI Li, LU Hai-bin, WU Peng

(Nantong Environmental Monitoring Station, Nantong, Jiangsu 226006, China)

Abstract: To detect acetaldehyde in surface water with head-space GC. The head-space sample condition was improved. Ten accuracy rate was 5%~8%, sample recovery rate was 93%~102%, detection limit was 0.03 mg/L. It is simple.

Key words: Head-space GC; Acetaldehyde; Surface water; Determination

乙醛为易燃有毒的易挥发性液体^[1],是集中式生活饮用水地表水源地特定监测项目之一。GB 3838-2002《地表水环境质量标准》推荐的分析方法引自《生活饮用水卫生规范》(中华人民共和国卫生部,2001年),该方法检测限为 0.24 mg/L,不能满足集中式生活饮用水地表水源地乙醛标准限值 0.05 mg/L 的监测要求,需对水样进行浓缩,费事费时。今采用顶空进样,毛细管柱分离,火焰离子化检测器测定,检测限达到 0.03 mg/L,完全可以满足地表水中乙醛的测定。

1 实验

1.1 主要仪器与试剂

HP 6890 气相色谱仪,带 FD 检测器;顶空瓶,20 mL;乙醛 90% 以上,需重蒸后标定。

1.2 分析条件

色谱分析条件:色谱柱 HP-1199WAX 毛细管柱,30 m × 0.32 mm × 0.5 μm;柱温 60 °C;检测器温度 250 °C;进样口温度 200 °C;载气(高纯 N₂),柱流量 1.4 mL/min;分流比 10:1(分流进样);氢气 45 mL/min;空气 400 mL/min;补充气(高纯

N₂) 45 mL/min。

顶空进样条件:平衡温度 60 °C,平衡时间 30 min,气液体积比 1:1,进样量(液上气体)1.00 mL。

1.3 测定方法

1.3.1 乙醛标准溶液的配制

乙醛贮备液:吸取重蒸乙醛 5 mL 放入已加有 400 mL 水的 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。用水稀释 10 倍后用羟胺法^[2]标定其浓度。

乙醛标准溶液:将乙醛贮备液用水稀释 20 倍,此为乙醛标准中间液,再将乙醛标准中间液用水稀释 20 倍。

1.3.2 校准曲线的绘制

在 7 只 100 mL 容量瓶内加适量水后分别移入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 和 40.00 mL 乙醛标准溶液,用水定容到刻度,摇匀。

移取上述标准溶液系列 10 mL 至 20 mL 顶空

收稿日期:2004-01-29;修订日期:2005-02-05

作者简介:缪建洋(1976—),男,江苏如东人,工程师,学士,从事环境监测工作。

瓶中,加入硫酸钠 4 g,加盖密封,加热将硫酸钠溶解,放入 60 ℃ 恒温水浴中平衡 30 min 后,立即抽取液上气体 1.00 mL 注入色谱仪分析。乙醛色谱峰见图 1。

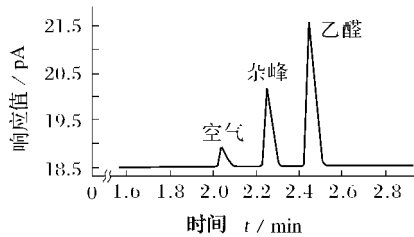


图 1 乙醛色谱峰

1.3.3 样品的测定

用磨口玻璃瓶采集水样,装满,尽快分析。

移取 10 mL 采集的水样至 20 mL 顶空瓶中,加硫酸钠 4 g 按校准曲线绘制法步骤测定。保留时间定性,外标法定量。

2 结果与讨论

2.1 测试条件的优化

2.1.1 盐及加入量的选择

分别用氯化钠、碳酸钠、硫酸钠和氯化铵在同一分析条件下进行顶空进样试验,发现氯化铵对测定乙醛的灵敏度影响不大,氯化钠和碳酸钠有一定幅度提高,硫酸钠增幅明显。因此,选用硫酸钠以提高乙醛的灵敏度。

硫酸钠加入量对乙醛的灵敏度影响较大,加入量与灵敏度成正比。考虑到 10 mL 水样在 60 ℃ 水浴中加入 4 g 硫酸钠近于饱和,故选择加入 4 g。

2.1.2 平衡温度的选择

在 40 ℃、50 ℃ 和 60 ℃ 3 个水浴温度条件进行试验,乙醛的灵敏度随水浴温度的增高而增高。水浴温度过高会造成顶空瓶内压力增大,易导致漏气,以选用 60 ℃ 较宜。

2.1.3 平衡时间的选择

在 10 min、20 min、30 min 3 个平衡时间进行试验,发现平衡 30 min,乙醛灵敏度已趋最大,故选 30 min。

2.2 干扰排除

在该色谱条件下,甲醛、甲醇、乙醇、丙稀醛、丙酮、醋酸、乙醚等常见共存物均能与乙醛分离,不干扰乙醛的测定,故可同时测定这些物质。

2.3 校准曲线和检测限

乙醛在 0.16 mg/L ~ 6.40 mg/L 质量浓度范围内线性关系良好。线性回归方程: $y = -0.254 + 12.3x$, $r = 0.999$ 。该方法检测限为 0.03 mg/L,低于水源水标准限值。

2.4 精密度和加标回收率

对 1 个低浓度点和 1 个高浓度点连续测定 5 次,其相对标准差分别为 8% 和 5%。取某自来水厂取水口水样进行监测,结果未检出。对该水样进行加标试验,加标回收率为 93%; 又对一模拟水样作加标试验,加标回收率为 102%。该方法精密度和加标回收率均较好。

2.5 注意事项

(1) 盐酸溶液标定时加入溴甲酚绿-甲基红指示剂后,需等 1 min ~ 2 min 再标定;

(2) 贮备液乙醛浓度较高,需适当稀释后标定;

(3) 顶空瓶中加入硫酸钠盖上盖密封后,需将硫酸钠加热溶解才可放入水浴中平衡。

该方法操作简单,检测限低,准确可靠,可用于集中式生活饮用水地表水源地乙醛特定项目的测定。

[参考文献]

- [1] 罗明泉,俞平. 常见有毒和危险化学品手册 [M]. 北京:中国轻工业出版社,1992. 33.
- [2] 国家环境保护总局《空气和废气监测分析方法》编委会. 空气和废气监测分析方法 [M]. 第二版,北京:中国环境科学出版社,2003. 690.

· 简讯 ·

成都市环境监测中心站在城区全面展开机动车尾气污染监测工作

近日,成都市环境监测中心站为进一步摸清成都市区机动车尾气对大气环境的污染程度,按照《成都市区机动车尾气污染现状调查实施方案》,于 2005 年 4 月 14 日全面开展了机动车尾气污染监测工作。此次监测共布设点位 11 个,出动专业技术人员 40 余人,整个监测工作于 4 月 17 日圆满结束。

摘自中国环境监测总站《环境监测信息简报》2005 年第 4 期