

# 气相色谱法测定水中痕量乙酸乙酯和乙酸乙烯酯

姚朝英, 杨丽莉

(南京市环境监测中心站, 江苏 南京 210013)

**摘要:** 建立了二氯甲烷萃取、大口径毛细管柱分离、气相色谱-氢火焰离子化检测器测定水中痕量乙酸乙酯和乙酸乙烯酯的方法。水样质量浓度为 0 mg/L~20 mg/L, 方法线性良好, 乙酸乙酯和乙酸乙烯酯的检出限均为 0.02 mg/L, RSD  $\leq$  7.2%, 平均加标回收率 > 93.0%。

**关键词:** 乙酸乙酯; 乙酸乙烯酯; 气相色谱法; 水质

中图分类号: O657.7<sup>+</sup>1 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2007)01-0031-02

乙酸乙酯和乙酸乙烯酯是常用的有机溶剂, 在印刷、胶粘剂等企业和实验室广泛使用。其挥发性强, 对眼睛、皮肤、粘膜和上呼吸道有刺激性, 长时间接触对人体有麻醉作用, 可致头晕和头痛。国内对环境中乙酸乙酯<sup>[1-3]</sup>和乙酸乙烯酯测定的报道不多, 目前还没有对水中乙酸乙酯和乙酸乙烯酯的评价标准和标准测定方法<sup>[4]</sup>。今选择二氯甲烷作为萃取溶剂<sup>[5]</sup>, 大口径毛细管柱分离, 氢火焰离子化检测器检测, 样品前处理简单方便, 分析测定快速准确, 灵敏度高, 完全满足对水中乙酸乙酯和乙酸乙烯酯的监测要求。

## 1 试验

### 1.1 主要仪器与试剂

GC-2010型气相色谱仪, 氢火焰离子化检测器(FID), AOC-20i自动进样器, GC-Solution色谱工作站, 日本岛津公司。

乙酸乙酯和乙酸乙烯酯标准储备液: 1.00 g/L, 用甲醇配制, 于 4℃冰箱避光保存; 乙酸乙酯、乙酸乙烯酯、甲醇、二氯甲烷均为色谱纯试剂。

### 1.2 色谱条件

色谱柱: HP-1 弹性毛细管柱 (60 m  $\times$  0.53 mm  $\times$  5.0  $\mu$ m); 温度: 进样口 230℃, 检测器 240℃, 柱温 60℃ (2.0 min) 以 5℃/min 升至 80℃ (3.0 min); 载气: 高纯氮气 (99.999%); 柱流量: 采用电子流量 (EPC) 恒定流量控制为 6.0 mL/min; 分流进样, 分流比 5:1; H<sub>2</sub> 流量 35 mL/min; Air 流量 300 mL/min。

### 1.3 样品处理

取 50 mL 水样于分液漏斗中, 加入 5 mL 二氯甲烷, 充分振荡, 静置, 分离出有机相, 定容至 5 mL。取有机萃取液 2.0  $\mu$ L 注入气相色谱仪分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 水样萃取溶剂的选择

选择合适的有机溶剂将水中的乙酸乙酯和乙酸乙烯酯萃取出来, 再用色谱检测, 可以起到富集浓缩的作用, 提高检测灵敏度。在水中添加相同量的标准溶液, 配制浓度相同的模拟样品, 用二氯甲烷、二硫化碳、正己烷、氯仿分别萃取, 结果表明二氯甲烷的萃取效率最高, 平均萃取回收率 > 93.0%, 操作也方便。因此, 该试验选择二氯甲烷作为提取溶剂。

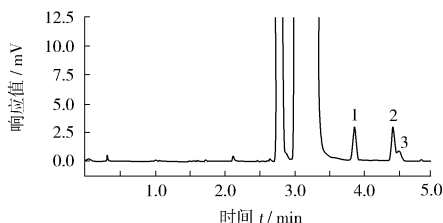
### 2.2 分析条件的选择

二氯甲烷对水中乙酸乙酯和乙酸乙烯酯的萃取效率最高, 但即使是色谱纯的二氯甲烷也含有极少量的氯仿, 而氯仿和乙酸乙酯在色谱柱上的流出时间非常接近, 用一般的毛细管柱无法将其分开。HP-1 (30 m  $\times$  0.32 mm  $\times$  1.0  $\mu$ m) 和 HP-5 (30 m  $\times$  0.53 mm  $\times$  2.65  $\mu$ m) 色谱柱的分离效果分别见图 1 和图 2。从图中可见, 微量的氯仿都会对测定产生干扰, 影响水中痕量乙酸乙酯的定量。该试验选择柱长较长、液膜较厚的大口径毛细管柱 HP-1 (60 m  $\times$  0.53 mm  $\times$  5.0  $\mu$ m), 能将目标化合物与干扰物质氯仿完全分开 (见图 3), 使得定性、定量更

收稿日期: 2006-09-28 修订日期: 2006-11-02

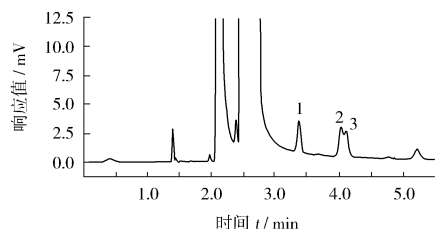
作者简介: 姚朝英 (1973-), 女, 安徽青阳人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。

加准确可靠。



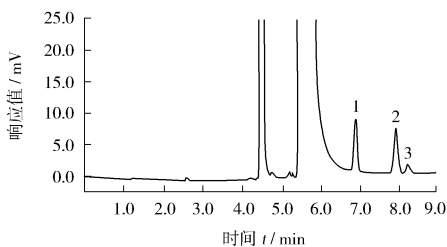
1——乙酸乙酯( 3.853 min); 2——乙酸乙酯( 4.403 min);  
3——氯仿( 4.488 min)

图 1 色谱柱 HP-1( 30 m × 0.32 mm × 1.0 μm) 的分离效果



1——乙酸乙酯( 3.371 min); 2——乙酸乙酯( 4.032 min);  
3——氯仿( 4.109 min)

图 2 色谱柱 HP-5( 30 m × 0.53 mm × 2.65 μm) 的分离效果



1——乙酸乙酯( 6.879 min); 2——乙酸乙酯( 7.898 min);  
3——氯仿( 8.208 min)

图 3 色谱柱 HP-1( 60 m × 0.53 mm × 5.0 μm) 的分离效果

### 2.3 标准曲线与方法检出限

将 1.00 g/L 乙酸乙酯和乙酸乙烯酯标准储备液用二氯甲烷分别稀释成 0 mg/L、0.25 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L 混合标准溶液系列, 在上述色谱条件下测定。以标准溶液质量浓度  $x$  为横坐标, 响应峰面积  $y$  为纵坐标绘制标准曲线, 线性良好。在空白水样中添加低浓度标准, 按照样品处理方法分析, 以信噪比为 2~3 的实际样品浓度确定方法检出限。标准曲线与方法检出限见表 1。

表 1 标准曲线与方法检出限

化合物	回归方程	相关系数 $r$	检出限 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$
乙酸乙酯	$y = 1.9272x + 559.9$	0.9993	0.02
乙酸乙烯酯	$y = 1.9218x + 262.1$	0.9997	0.02

我国对水中乙酸乙酯和乙酸乙烯酯还没有评价标准, 参照前苏联对水体中有害物质最高允许浓度, 乙酸乙烯酯为 0.2 mg/L, 应用该方法, 灵敏度完全能满足监测要求。

### 2.4 精密度与加标回收试验

该方法已成功应用于环境影响评价中特征污染因子的分析, 效果良好, 水样中均未检出乙酸乙酯和乙酸乙烯酯。分别添加 2.0 μL、5.0 μL、10.0 μL 标准储备液于 20 mL 空白水样中, 按样品操作方法测定, 乙酸乙酯和乙酸乙烯酯的平均回收率均 > 93.0%, 3 种浓度的添加回收稳定性较好, 表明该方法稳定, 准确度高, 能满足测定需要。精密度与加标回收试验结果见表 2。

表 2 精密度与加标回收试验结果 ( $n = 5$ )

化合物	加入量 $m/\mu g$	测得量 $m/\mu g$	平均回收率 %	RSD %
乙酸乙酯	2.0 5.0 10.0	1.93 4.89 9.65	96.3 97.8 96.5	7.2 7.1 7.0
乙酸乙烯酯	2.0 5.0 10.0	1.94 4.65 9.69	96.8 98.1 96.9	6.0 5.9 6.9

### 3 结论

采用二氯甲烷萃取、毛细管气相色谱法同时测定水中乙酸乙酯和乙酸乙烯酯, 分离效果和线性响应好, 灵敏度高, 操作简单、快速、准确, 适合环境水体中乙酸乙酯和乙酸乙烯酯的同时监测。

### [参考文献]

[1] 高岩, 姜汉硕, 王丹. 热解吸气相色谱法测定工作场所空气中乙酸甲酯和乙酸乙酯 [J]. 中国卫生检验杂志, 2006(2): 17-18.

[2] 徐国锋. 气相色谱法测定空气中乙酸乙酯 [J]. 中国卫生检验杂志, 2004(4): 36-37.

[3] 龚珊, 郑利. 顶空气相色谱法测定水中的乙酸酯类化合物 [J]. 食品研究与开发, 2004(4): 46-48.

[4] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002.

[5] 王梅, 张莘民. 我国环境中有机污染物分析方法及痕量富集技术的进展 [J]. 环境监测管理与技术, 2004 16(1): 13-16.