

毛细管柱气相色谱法测定环境空气中 1, 2- 二氯乙烷

魏恩棋, 王艳丽, 杨华, 时庭锐, 李利荣, 吴宇峰*

(天津市环境监测中心, 天津 300191)

摘要: 采用毛细管柱气相色谱法测定环境空气中的 1, 2- 二氯乙烷, 用活性炭吸附, 二硫化碳解析, FID 检测器分析。方法在 0 mg/L ~ 311 mg/L 范围内线性良好, 当采样体积为 20 L 时, 最低检出质量浓度为 0.006 mg/m³, 标准溶液平行测定的 RSD ≤ 2.2%, 加标回收率为 98.4% ~ 101%。

关键词: 1, 2- 二氯乙烷; 毛细管柱; 气相色谱法; 环境空气

中图分类号: O657.7⁺ 1 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2011)02-0048-03

Detem ination of 1, 2-dichloroethane in Ambient Air by Capillary Gas Chromatography

WEI En-qi, WANG Yan-li, YANG Hua, SHI Ting-wei, LI Li-rong, WU Yu-feng*

(Tianjin Environment Monitoring Center, Tianjin 300191, China)

Abstract The 1, 2-dichloroethane in ambient air was determined by capillary gas chromatography. The compound in the air was absorbed by activated carbon, desorbed by carbon disulfide, and tested by flame ionization detector. The result showed that good linearity was obtained in range from 0 mg/L to 311 mg/L, minimum detection concentration 0.006 mg/m³ at sampling 20 liters air. RSDs of parallel standard solution within 2.2% and the recoveries from 98.4% to 101%.

Key words 1, 2-dichloroethane; Capillary tube; Gas chromatography; Ambient air

1, 2- 二氯乙烷又称二氯化乙烯, 无色或浅黄色的透明中性液体, 易挥发, 剧毒, 对人的眼及呼吸道有刺激作用, 其蒸气可使动物角膜混浊, 吸入可引起肺水肿^[1]。1, 2- 二氯乙烷主要用作脂肪、蜡、橡胶等的溶剂, 大量用于制造氯乙烯, 并用作谷物、谷仓和葡萄园土壤的气体消毒杀虫剂, 广泛应用于生产生活中^[2]。1, 2- 二氯乙烷属于卤代烃类化合物, 环境空气中卤代烃的采样主要用固体吸附剂吸附, 热脱附或溶剂解析, ECD 或 FID 分离^[3]。ECD 检测器对卤素灵敏度极高, 一般不需富集, 可直接进样分析^[4], 但不宜测定高浓度样品, 且稳定性较差。目前有较多报道采用热脱附法^[5-6]测定环境空气中的 1, 2- 二氯乙烷, 方法检出限较低, 但对仪器设备要求较高, 且从解析到进样需要的时间较长。今用活性炭吸附、二硫化碳解析, 采用气相色谱 FID 检测器测定环境空气中的 1, 2- 二氯乙烷, 获得了满意结果。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

Agilent 6890N 型气相色谱仪 (带 FID 检测器), 美国 Agilent 仪器公司; DB-FFAP 毛细管色谱柱 (30 m × 0.25 mm × 0.5 μm); 活性炭管 (内装 100 mg 活性炭), 北京市劳保所科技发展有限责任公司; TWA-300H+ 型低流量个体采样器, 盐城市科博电子仪器有限公司。

1, 2- 二氯乙烷标准品 (色谱纯), 天津化学试剂一厂; 6.22 g/L 1, 2- 二氯乙烷标准储备液: 准确称取 62.2 mg 1, 2- 二氯乙烷标准品于 10 mL 容量瓶中, 用二硫化碳定容至刻度; 二硫化碳 (色谱纯), 美国 TEDA 公司。

收稿日期: 2010-10-01; 修订日期: 2010-12-16

作者简介: 魏恩棋 (1970-), 男, 天津人, 高级工程师, 硕士, 主要从事环境监测及科研工作。

* 通讯作者: 吴宇峰

1.2 试验方法

1.2.1 样品采集

用橡胶管将活性炭采样管与采样器连接, 采样时采样管垂直向上, 采样流量为 0.5 L/min, 采样时间为 40 min, 采样结束, 将采样管两端封闭, 于 4 °C 冷藏保存。

对照试验: 将活性炭管带到现场, 不抽空气, 作空白样品分析。

1.2.2 样品前处理

将采过样的活性炭倒入 10 mL 比色管中, 加入 1.0 mL 二硫化碳, 封闭后解析 20 min, 摇匀, 解析液供色谱测定用。

1.2.3 色谱条件

初始柱温 40 °C, 保持 1 min, 然后以 10 °C/min 升至 100 °C; 柱流量 1.0 mL/min, 分流进样, 分流比 20:1; 进样口温度 200 °C; FID 检测器温度 250 °C; 进样体积 1 μL。

1.3 定性与定量分析

采用保留时间定性, 峰面积外标曲线法定量。

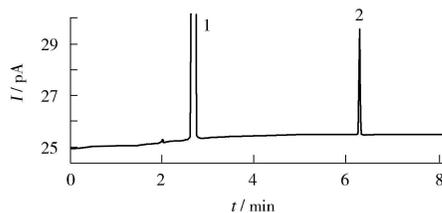
2 结果与讨论

2.1 标准气相色谱峰

在上述色谱条件下测定 12.4 mg/L 1, 2- 二氯乙烷标准溶液, 气相色谱峰见图 1。由图 1 可见, 1, 2- 二氯乙烷与二硫化碳分离与响应良好。

2.2 标准曲线与方法检出限

用二硫化碳将 1, 2- 二氯乙烷标准储备液逐



1—二硫化碳 (2.603 min); 2—1,2-二氯乙烷 (6.267 min)。

图 1 标准气相色谱峰

Fig 1 GC chromatogram of standard materials

级稀释配制成 0 mg/L、6.22 mg/L、12.4 mg/L、24.9 mg/L、49.8 mg/L、124 mg/L、311 mg/L 标准溶液系列, 取 1.0 μL 在上述色谱条件下测定, 以峰面积为纵坐标、质量浓度为横坐标绘制标准曲线, 回归方程为 $Y = 0.634 + 0.247X$, 相关系数 $r = 0.9996$ 。

用该方法对 0.622 mg/L 1, 2- 二氯乙烷标准溶液作 7 次平行测定, 按 $MDL = t_{(n-1, 0.99)} \times s^{[7]}$ 计算方法检出限, 式中: n 为重复样品数; $t_{(n-1, 0.99)}$ 为置信度 99%、自由度 $(n-1)$ 时的 t 值, 当 $n = 7$ 时, t 值取 3.143; s 为标准偏差。根据上式计算该方法检出限为 0.12 mg/L, 当采样体积为 20 L 时, 最低检出质量浓度为 0.006 mg/m³。

2.3 精密度与加标回收试验

配制两个质量浓度水平的 1, 2- 二氯乙烷标准溶液, 用该方法平行测定 6 次, 重现性较好, 结果见表 1。

表 1 精密度试验结果

Table 1 Test results of precision

空白值 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$	测定值 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$						测定均值 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$	RSD %
	1	2	3	4	5	6		
—	23.1	23.0	22.1	21.6	22.1	22.6	22.4	2.2
—	323	311	308	309	315	325	315	1.9

在活性炭管中加入不同质量的 1, 2- 二氯乙烷标准, 放置至平衡, 用该方法测定, 结果见表 2。

表 2 加标回收试验结果

Table 2 Test results of spiked recoveries

加标值 $m \mu g$	0	0.124	1.24	2.49
测得值 $m \mu g$	0	0.125	1.22	2.47
回收率 %		101	98.4	99.2

2.4 实际样品测定

采集某辖区内某化工厂的空气与车间废气样品, 用该方法测定, 结果见表 3。

表 3 实际样品测定结果

Table 3 Test results of samples

样品	采样体积 V/L	测定值 $\rho/(mg \cdot m^{-3})$
空气	19.7	0.007
废气	19.7	0.026

3 结语

采用活性炭管采集工作场所空气和废气中的 1, 2-二氯乙烷, 用二硫化碳解吸, 气相色谱法测定, 操作简单方便, 分析速度快, 回收率高, 精密度高, 对仪器设备要求较低, 应用证明方法能满足环境空气的监测要求。

[参考文献]

- [1] 许佳章, 陈卫, 陈湘莹. 工作场所空气中的 1, 2-二氯乙烷的热解吸气相色谱法测定方法 [J]. 中国工业医学杂志, 2002, 15(6): 378-380
- [2] 王箴. 化工辞典 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2002
- [3] 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]. 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2004

- [4] 缪建洋, 曾建, 马军. 气相色谱法直接进样测定环境空气中的卤代烃 [J]. 环境监测管理与技术, 2003, 15(2): 29-30
- [5] 李英堂, 李伟, 赖荣晖. 热脱附-气相色谱法测定环境空气中芳烃和卤代烃 [J]. 环境监测管理与技术, 2004, 16(1): 29-31.
- [6] 徐峰, 钱晓曙, 孙志刚. 便携式 GC/MS 热脱附法直接测定环境空气中挥发性有机物 [J]. 环境监测管理与技术, 2010, 22(2): 48-50, 54.
- [7] 中华人民共和国环境保护部. HJ 168-2010 环境监测分析方法标准制订技术导则 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2010

(上接第 35 页)

(6)健全管理机制。饮用水水源水质安全缺乏保障固然有水环境状况总体恶化的因素, 更主要的还是现有饮用水水源地管理效率低下所造成的, 导致乡镇集中式饮用水水源地管理效率低下, 影响乡镇居民的饮水安全。

[参考文献]

- [1] 郭梅, 周丽旋. 乡镇集中式饮用水水源地环境安全分析及保障对策 [J]. 水资源保护, 2010, 22(4): 76-79
- [2] 陈谊. 南水北调东线水源区的生态监测 [J]. 环境监测管理与技术, 2003, 15(5): 22-24
- [3] 郝达平, 刘红侠. 淮安市区饮用水水源地环境现状调查 [J]. 环境监测管理与技术, 2003, 15(5): 18-20.
- [4] 王颖. 福建沿海地区农村饮用水安全的评价研究 [D]. 福

建: 厦门大学, 2008.

- [5] 李丽, 张震宇, 杨金田, 等. 南通饮用水水质现状分析及保护对策建议 [J]. 科学技术与工程, 2007, 7(9): 1985-1987.
- [6] 邓淑珍. 2 423 万农村人口何以告别饮水困难 [J]. 中国水利, 2003(1): 27
- [7] 汪恕诚. 保障饮水安全维护生命健康 - 在第十八届“中国水周”的讲话摘要 [J]. 南水北调与水利科技, 2006(5): 1-3
- [8] 花慧, 桑军阳, 陈晓东, 等. 南通市农村饮水卫生与水性疾病的调查研究 [J]. 职业与健康, 2005, 21(4): 484-487.
- [9] 赵冰, 周贤波, 李莉, 等. 重庆市乡镇饮用水源环境污染现状及其防治对策 [J]. 贵州农业科学, 2010, 38(5): 233-235.
- [10] 徐明, 杨坚波, 林玉娣, 等. 饮用水微囊藻毒素与消化道恶性肿瘤死亡率关系的流行病学研究 [J]. 中国慢性病预防与控制, 2003, 11(3): 112-113

本栏目责任编辑 李文峻 薛光璞

• 简讯 •

海洋受到磷及白色塑料污染

人民网消息 联合国环境规划署近日发布 2011 年年鉴, 年鉴中指出, 因农业效率低下以及污水的循环利用失败, 造成大量的磷流失在海洋中。

年鉴中提出的海洋白色塑料污染成为新的令人瞩目的焦点。研究表明, 海水中的微小塑料碎片和工业排放的塑料碎片会吸附大量的有毒化学品。年鉴指出: “包括多氯联苯在内的众多污染物, 导致许多慢性疾病的发生, 例如内分泌干扰、突变乃至致癌等。”联合国环境规划署 2011 年年鉴在联合国全球部长级环境论坛开幕前夕发布。

年鉴中专家指出, 磷排放和塑料污染问题表明, 我们需要对全世界废物管理进行改善, 对消费和生产模式进行改善。联合国环境规划署署长阿西姆·斯坦纳 (Achim Steiner) 说: “磷和海洋塑料污染问题让我们深刻领悟, 为了实现可持续发展、解决贫困问题, 我们迫切需要跨越科学界限, 推进全球向资源节约的绿色经济迈进。”斯坦纳接着说道: “不管是磷、塑料, 或是当今世界面临的任何挑战之一, 我们都有无限的机遇来创造新的就业机会和新的产业。”

摘自 www. jshb.gov.cn 2011-03-10