

顶空气相色谱法测定水中丙烯腈、苯乙烯

宋国良

(浙江省疾病预防控制中心,浙江 杭州 310009)

摘 要:本文应用顶空气相色谱法测定水中微量丙烯腈、苯乙烯,样品在顶空瓶中 90℃ 温度中气液平衡 20 min 后,吸取顶空气体 1 mL 进行色谱测定,丙烯腈、苯乙烯最低检出浓度分别为 0.01 mg/L、0.002 mg/L 变异系数(CV)分别为 4.4 %、5.7 % 该方法操作简便、分析速度快、且不受多种挥发性有机物干扰。

关键词:顶空气相色谱法;丙烯腈;苯乙烯

中图分类号:O658

文献标识号:A

文章编号:1671-8798(2003)S0-0019-02

近年来应用丙烯腈—丁二烯—苯乙烯共聚物(ABS)材料,在自来水管、水表等涉水产品中广泛采用,引用生活饮用水检验方法,苯乙烯最低检出浓度,难以达到涉水产品浸泡水中(增加量 ≤ 0.002 mg/L)的限量值,丙烯腈、苯乙烯分别采用直接进样,萃取法及不同的分析条件工作量大,本方法能一次同时分析丙烯腈、苯乙烯,经对样品测定该方法,完全能达到涉水产品浸泡水中丙烯腈、苯乙烯限量指标值。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

安捷伦 6890N 气相色谱仪,配 HP-INNOWAX(30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μ m),FID 检测器,安捷伦 7694E 顶空自动进样装置,安捷伦化学工作站。20 mL 顶空瓶、顶空瓶瓶口密封器。

丙烯腈、苯乙烯为色谱纯,其他常用化学试剂为分析纯。

1.2 样品测定

1.2.1 丙烯腈、苯乙烯标准贮备液:分别称取丙烯腈 0.200 g 于 100 mL 容量瓶中用水定容(2.0 mg/mL)、苯乙烯 0.800 g 于 100 mL 容量瓶中用甲醇定容(8.0 mg/L)、贮于冰箱中。临用时取适量用水稀释配制混合标准使用液丙烯腈、苯乙烯浓度分别为 2.0 mg/L、0.08 mg/L。

1.2.2 样品分析:分别取待测样品(浸泡水),对照样品 10 mL 于顶空瓶中,加盖密闭,置于顶空自动进样装置内于 90℃ 温度中平衡 20 min,进样管温度 110℃,取 1 mL 液上气体进样。

1.3 气相色谱条件

初始温度 50℃,恒温保持 5 min,再以 1.5℃/min 升温至 65℃;进样口温度 180℃;检测器温度 180℃;载气(N_2) 2 mL/min;氢气 40 mL/min;空气 450 mL/min;尾吹 30 mL/min;分流比 1:1。

1.4 标准系列浓度配制

分别吸取(1.2.1)混合标准使用液 1.0、2.0、5.0、10 mL 于各顶空瓶中,加水至 10 mL。丙烯腈浓度分别为 0.2、0.4、1.0、2.0 mg/L,苯乙烯浓度分别为 0.008、0.016、0.04、0.08 mg/L。加盖密闭于顶空自动进样装置内于 90℃ 温度中平衡 20 min,进样管温度 110℃,取 1 mL 液上气体进样,分别测得峰面积,以含量为横坐标,

收稿日期:2003-10-10

作者简介:宋国良(1953—),浙江宁波人,工程师,主要从事食品卫生检测工作。

峰面积为纵坐标绘制标准曲线,根据样品峰面积定量。

2 结果与讨论

2.1 色谱条件选择

考察了应用 DB-1、DB-5、DB-1701 等毛细管色谱柱及色谱条件对常用挥发性(溶剂)物质分离度的选择,认为本测定条件能同时对常用挥发性(溶剂)苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯,邻二甲苯、异丙苯、氯乙烯、环氧氯丙烷。及甲醇、异丁醇,异戊醇等物质色谱峰都能很好的分离,互不干扰,丙烯腈、苯乙烯色谱峰的保留时间分别为 4.3 min、13 min。

2.2 测定条件的选择

本方法对样品气液平衡温度、平衡时间、样品量等不同条件实验参数对丙烯腈、苯乙烯响应值影响进行选择,认为该条件最佳。

2.3 方法精密度实验

应用本方法取(1.2.1)混合标准使用液 10 mL,加水定容至 100 mL,丙烯腈,苯乙烯浓度分别为 0.2 mg/L、0.008 mg/L,取其中 10 mL 于平衡瓶中测定结果见表 1 丙烯腈、苯乙烯变异系数(CV)分别为 4.4%和5.7%。

表 1 方法的精密度

测定次数 / n 测定值 / PA× S							平均值	标准偏差 PA × S	变异系数 %
	1	2	3	4	5	6			
丙烯腈	9.09	8.98	9.16	10.0	9.80	9.25	9.38	0.417	4.4
苯乙烯	2.21	1.93	2.10	2.20	2.21	2.00	2.11	0.121	5.7

2.4 方法最低检出浓度

方法最低检出浓度以噪声的 2 倍计丙烯腈,苯乙烯最低检出浓度分别为 0.01 mg/L 和 0.002 mg/L。

参考文献:

[1] 食品包装用苯乙烯-丙烯腈共聚物和橡胶改性的丙烯腈-丁二苯乙烯树酯及其成型品中残留丙烯腈单体的测定(GB/T 17338-1998)[S].

[2] 卫生部 生活饮用水卫生规范(2001)[S].

The Determination of Acrylonitrile and Styrene in Water with Head - Space Chromatography

SONG Guo-liang

(Zhejiang Center for Disease prevention and control, Hangzhou, 310009, China)

Abstract:The trace acrylonitrile and styrene in water were determined with head - space chromatography. After been balance for 20 min at 90℃, the head space gas(1 mL) was injected in a gas chromatograph. The minimum detectable quantity for acrylonitrile and styrene were 0.01 mg/L and 0.002 mg/L, the RSD were 4.4 % and 5.7 %, respectively. The present method was simple, rapid and accurate, many kinds of organic compounds did nor .interfere the detection.

Key words: Head - Space Chromatography; Acrylonitrile; Styrene