

气相色谱法测定地表水中丙烯醛、丙烯腈和乙醛含量

GC-297

摘要： 本文使用岛津 GC-2014 气相色谱仪，建立了地表水中丙烯醛、丙烯腈和乙醛的测定方法。在 10~500 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内各组线性关系良好，相关系数均达到 0.999 以上，方法检出限在 1.49~3.89 ng/L 。20 $\mu\text{g/L}$ 标准品溶液连续进样 7 针，峰面积 RSD 均小于 2.18%。20、50 $\mu\text{g/L}$ 两浓度下的加标回收率为 81.58%~115.99%。该方法简单方便，能够有效的监测地表水中丙烯醛、丙烯腈和乙醛的含量。

关键词： GC-2014 地表水 丙烯醛 丙烯腈 乙醛

技术特点：

- ❖ 采用吹扫捕集方式进样，富集效率高，有利于水样中微量组分检测。
- ❖ 使用 60 m 中极性色谱柱，目标组分与杂质有效分离，分离效果好。

丙烯醛、丙烯腈和乙醛在工业上有着广泛的应用，是化工合成过程中重要的原料。醛类的毒性主要是对皮肤和黏膜有刺激作用，且具有致癌风险。丙烯腈蒸汽毒性极大，能够由皮肤吸收，抑制细胞呼吸酶，并可能伴随着氰化物在组织中形成。丙烯醛是三类致癌物，其蒸气有强烈的刺激性和催泪性，吸入蒸气会损害呼吸道，严重可致肺炎、肾炎、休克等。

地表水中丙烯醛、丙烯腈和乙醛主要来自于合成工业、造纸、制药等工业废水排放。水中的丙烯醛、丙烯腈和乙醛都会对水体造成污染，影响水体正常

的生态平衡。

目前，地表水中丙烯醛、丙烯腈和乙醛的检测方法有顶空 - 气相色谱法、吹扫捕集 - 气相色谱法、吹扫捕集 - 气相色谱 / 质谱法等。本文参考水利部行业标准 SL 748-2017《水质 丙烯醛、丙烯腈和乙醛的测定 吹扫捕集 - 气相色谱法》，使用岛津 GC-2014 结合吹扫捕集装置，建立了一套快速、准确分析地表水中丙烯醛、丙烯腈和乙醛的检测方法，该方法抗基质干扰能力强，方法灵敏度高，重现性好，回收率高，适用于地表水日常检测分析。

实验部分

1.1 仪器

岛津 GC-2014 气相色谱仪 (FID 检测器)

吹扫捕集仪: AQUATEk LVA, 利曼公司

1.2 分析条件

吹扫捕集参数

吹扫流速 : 20 mL/min

解析温度 : 180°C

样品量 : 10 mL

解析时间 : 2 min

吹扫时间 : 11 min

吹扫温度 : 40°C

气相色谱仪参数

色谱柱 : SH-Rxi-624 Sil MS, 60 m \times 0.25 mm \times 1.40 μm

(岛津 (上海) 实验器材有限公司, P/N: 221-75962-30)

柱温程序 : 40°C (6 min) _10°C /min_90°C _30°C /min_180°C (7 min)

进样口温度：180℃
载气控制方式：恒压
压力控制：207.6 kPa
柱流量：1.99 mL/min

进样方式：分流进样
分流比：6:1
检测器温度：300℃
吹扫流量：3 mL/min

■ 样品前处理

取 10 mL 地表水水样，加入 20 mL 样品瓶，上机分析。

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液谱图

三种化合物的混合标液色谱图如图 1 所示，各化合物信息详见表 1。

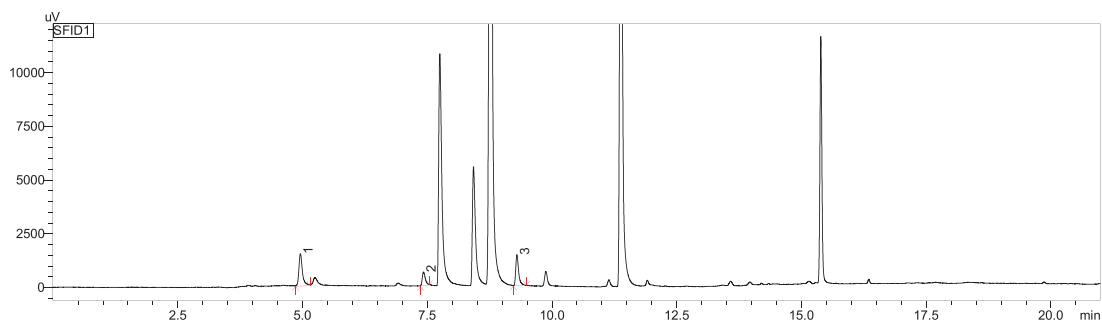


图 1 乙醛、丙烯腈和丙烯醛色谱图 (10 μg/L)

表 1 乙醛、丙烯腈和丙烯醛化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	保留时间	CAS 号
1	乙醛	Acetaldehyde	4.982	75-07-0
2	丙烯醛	Acrylaldehyde	7.436	107-02-8
3	丙烯腈	Acrylonitrile	9.304	107-13-1

3.2 标准曲线和检出限

取适量乙醛、丙烯腈和丙烯醛混合溶液配置成浓度为 10、20、50、100、200、500 μg/L 的标准系列溶液。各组分标准曲线如图 2 所示。根据 10 μg/L 标样数据，以 3 倍信噪比 (峰至峰) 计算乙醛、丙烯腈和丙烯醛方法检出限，各化合物检出限以及线性相关系数如表 2 所示。

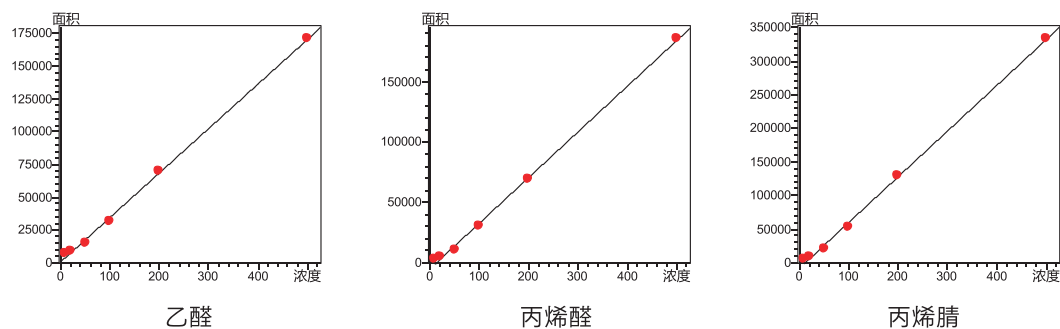


图 2 乙醛、丙烯腈和丙烯醛的标准曲线

表 2 乙醛、丙烯腈和丙烯醛的检出限及线性相关系数

No.	化合物名称	相关系数	检出限 (µg/L)
1	乙醛	0.999	1.49
2	丙烯腈	0.999	2.56
3	丙烯醛	0.999	3.89

3.3 重复性实验

20 µg/L 的乙醛、丙烯醛和丙烯腈标准溶液重复进样 7 针，考察仪器重复性，峰面积重复性良好，测定结果见下表。

表 3 乙醛、丙烯腈和丙烯醛的峰面积重复性

No.	化合物名称	峰面积 RSD (%)
1	乙醛	1.75
2	丙烯腈	2.13
3	丙烯醛	2.18

3.4 加标回收率

将乙醛、丙烯醛和丙烯腈混合标准溶液添加到地表水中，按照样品前处理方法制备，加标样品最终浓度为 20 µg/L、50 µg/L。每个浓度加标样品分别平行制样 3 次。回收率结果见表 4。

表 4 乙醛、丙烯腈和丙烯醛的加标回收率

No.	化合物名称	平均回收率 (%)	RSD (% ,n=3)	平均回收率 (%)	RSD (% ,n=3)
		20 µg/L	20 µg/L	50 µg/L	50 µg/L
1	乙醛	111.47	3.95	81.58	2.50
2	丙烯腈	115.99	1.77	82.53	1.66
3	丙烯醛	111.68	1.89	81.58	0.93

■ 结论

本文采用岛津 GC-2014 气相色谱仪，参考水利部行业标准 SL 748-2017《水质 丙烯醛、丙烯腈和乙醛的测定 吹扫捕集 - 气相色谱法》，建立了地表水中乙醛、丙烯醛和丙烯腈同时测定方法。使用标准品考察了线性和重复性，各化合物的线性及重复性良好。对样品进行加标回收率测试，回收率在 81.58 %~115.99 % 之间。该方法使用 GC 检测，灵敏度和准确度高，满足标准要求，可用于地表水中乙醛、丙烯醛和丙烯腈的检测。

岛津应用云

