顶空气相色谱法测定固体废物中丙烯醛、丙烯腈和乙腈

摘 要：本文采用岛津 HS-10 顶空进样器与 GC-2010 Plus 气相色谱仪，建立了固体废物中丙烯醛、丙烯腈、乙腈含量的测定方法。在 1.0~20.0μg/g 浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数均大于 0.999。以浓度为 5μg/g 标准溶液连续进样 5 次，峰面积的 RSD 小于 4.0%。在固体废物中加标 5μg/g 考察回收率，回收率在 71.9~114.9%之间。当取固体废物样 2 g 时，丙烯醛、丙烯腈、乙腈的方法检出限分别为 0.1 μg/g、0.02 μg/g 和 0.07μg/g。该方法可用于固体废物中丙烯醛、丙烯腈和乙腈含量的测定。

关键词：顶空　固体废物　丙烯醛　丙烯腈　乙腈

随着人们对生存环境的关注，对固体废物的毒性研究越来越受到重视。现阶段对固体废物中毒性研究主要集中在重金属元素含量监测和有效处理等方面，对于固体废物中毒性有机物如丙烯醛、丙烯腈和乙腈的研究还较少见。而在《危险废物鉴别标准 毒性物质含量鉴别》中明确将乙腈、丙烯醛和丙烯腈列为有毒物质，剧毒物质，甚至致癌性物质。这三种物质对人体健康伤害极大，监测它们在固体废物中的含量显得特别重要。

本文采用岛津HS-10顶空进样器与GC-2010 Plus气相色谱仪，建立了固体废物中丙烯醛、丙烯腈、乙腈的检测方法。该方法可有效监测固体废物中丙烯醛、丙烯腈、乙腈的含量，为固体废物的有效管理和处置提供依据。

1 实验部分

1.1 仪器

HS-10顶空进样器和GC-2010 Plus气相色谱仪

1.2 分析条件

HS-10条件：

平衡温度：85°C

定量环温度：110°C

传输线温度：110°C

平衡时间：20 min

进样时间：1 min

GC条件：

色谱柱：SH-Rtx-wax，30 m×0.32 mm×1.0 μm

FID 检测器温度：250°C

尾吹气流量：30 mL/min

柱温程序：40°C（5 min）_5°C/min_60°C_30°C/min_200°C（2 min）

进样方式：分流

分流比：5:1

进样口温度：150°C

载气：高纯氦气

载气控制方式：恒线速度

线速度：34 cm/sec

空气流量：400 mL/min

氢气流量：40 mL/min

1.3 试剂和材料制备

实验用水：去离子水。

海砂：海砂用水洗净，置于烧杯中，加入6 mol/L盐酸浸泡、煮沸0.5 h，水洗至中性，加入6 mol/L氢氧化钠溶液浸泡、煮沸0.5 h，水洗至中性，在200°C烘干备用。

标准储备液：丙烯醛、丙烯腈，浓度均为2000 μg/mL，甲醇介质；乙腈，浓度为1000 μg/mL，甲醇介质。

饱和氯化钠溶液：量取500 mL实验用水于烧杯中，滴加几滴磷酸（优级纯）调节pH≤2，加入150 g氯化钠（优级纯），溶解混匀，4°C密封储存备用。

1.4 样品前处理

称取2.0 g (精确至0.01 g) 固体废物样品置于顶空瓶中，迅速加入10.0 mL饱和氯化钠溶液，密封。在振荡器上振荡10 min，顶空处理后，经气相色谱仪分析。

2 结果与讨论

2.1 标准溶液色谱图

丙烯醛、丙烯腈、乙腈标准溶液色谱图如图 1 所示，各组分相关信息见表 1.

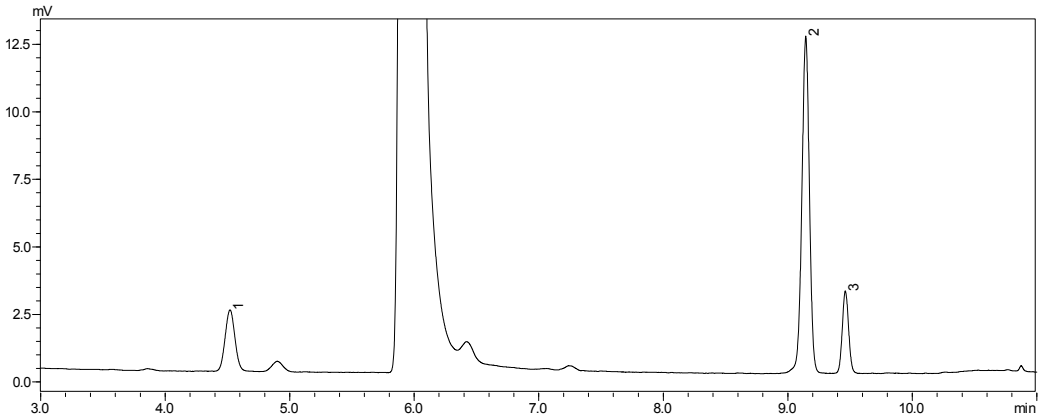

图 1. 标准溶液色谱图（5.0 μg/g）

表 1. 化合物信息

No.	化合物	英文名称	保留时间（min）	CAS 号
1	丙烯醛	acrylaldehyde	4.521	107-02-8
2	丙烯腈	acrylonitrile	9.144	107-13-1
3	乙腈	acetonitrile	9.462	75-05-8

2.2 标准曲线

向 5 只顶空瓶中依次加入 2.0 g 海砂、10.0 mL 饱和氯化钠溶液和一定量的标准使用液，立即盖上瓶盖摇匀，得到浓度分别为 1、2、5、10、20μg/g 的 5 点标准曲线系列。将配制好的混合标准溶液，经顶空处理后，进样分析，以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标绘制标准曲线，标准曲线如图 2 所示，相关系数如表 2 所示。

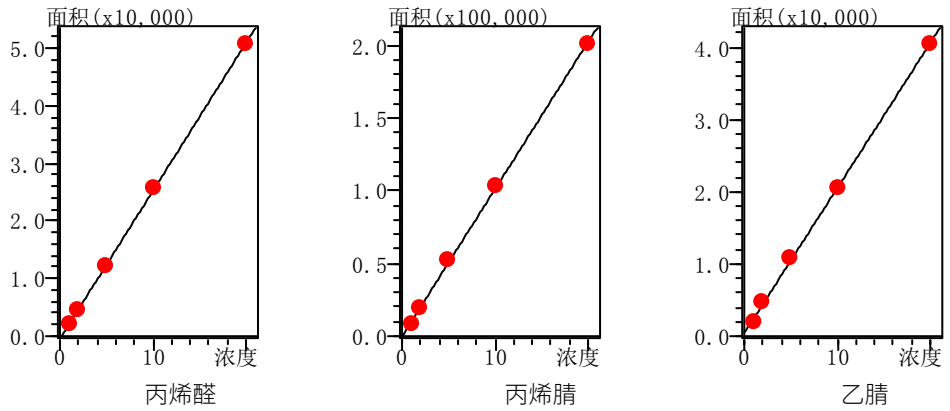

图 2. 各组分标准曲线

2.3 检出限

根据 1 μg/g 标准溶液数据，计算方法检出限（3 倍信噪比计算）。当固体废物样品量为 2.0 g 时，各组分检出限见表 2。

表 2. 检出限和相关系数

No.	化合物	回归方程	检出限（μg/g)	相关系数
1	丙烯醛	Y= 2569.69 *X-450.33	0.1	0.9999
2	丙烯腈	Y=10146.1*X-115.885	0.02	0.9995
3	乙腈	Y=2009.05*X+428.383	0.07	0.9997

2.4 重复性测试

5 μg/g 丙烯醛、丙烯腈、乙腈标准溶液重复进样 5 针，峰面积重复性良好，结果见表 3。

表 3. 峰面积重现性结果

No.	化合物	面积 1	面积 2	面积 3	面积 4	面积 5	RSD %
1	丙烯醛	14004	15361	14286	14650	13992	4.0
2	丙烯腈	58624	60523	58067	56414	55437	3.4
3	乙腈	10411	10991	10879	10571	10438	2.5

2.5 样品测试及加标回收率

按照 1.4 处理固体废物样品，顶空进样，气相色谱仪分析，得到固体废物样品色谱图，见图 3。对固体废物样品加标回收测试，加标量分别为 5 μg/g，平行测试 6 次，回收率结果见表 4。

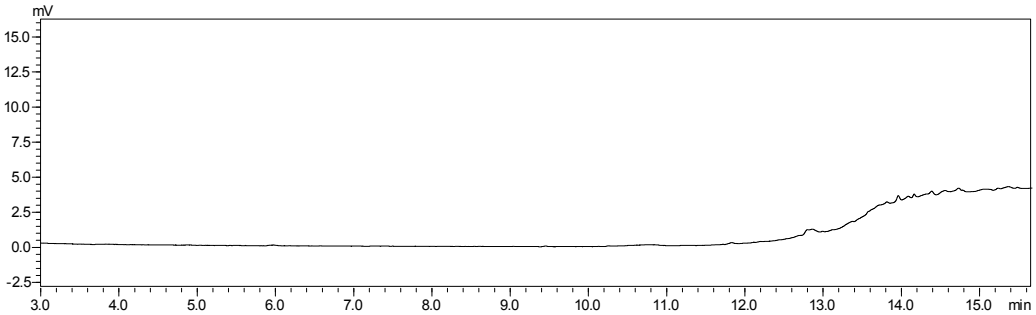

图 3. 固体废物样品色谱图

表 4. 固体废物样品测试结果及加标回收率（%）(n=6)

No.	化合物	检测结果 (μg/g)	回收率 1	回收率 2	回收率 3	回收率 4	回收率 5	回收率 6	RSD%
1	丙烯醛	N.D.	75.9	75.1	71.9	74.7	75.0	72.7	2.1
2	丙烯腈	N.D.	105.6	111.4	114.5	103.6	102.0	114.9	5.2
3	乙腈	N.D.	105.6	106.0	107.7	106.5	105.6	105.6	0.8

注：N.D. 表示未检出。

3 结论

本文采用岛津 HS-10 顶空进样器与 GC-2010 Plus 气相色谱仪，建立了固体废物中丙烯醛、丙烯腈和乙腈的测定方法。在 1.0~20.0μg/g 浓度范围内各组分标准曲线线性良好，相关系数均在 0.999 以上。当取样 2.0g，化合物的方法检出限（按照 3 倍信噪比计算）为 0.02~0.1 μg/g。对固体废物样品加标 5μg/g，连续测定 6 次，回收率范围为 71.9~114.9%。结果表明，该方法前处理简单，灵敏度高，适于固体废物中丙烯醛、丙烯腈和乙腈的测定。

岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

http://www.shimadzu.com.cn

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:
* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。如有变动，恕不另行通知。