

顶空 - 气相色谱法测定环境空气中吡啶含量

GC-234

摘要： 本文采用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030 结合顶空进样器 HS-10 建立了环境空气中吡啶的检测方法。环境空气中的吡啶经空气采样器采集、酸性吸收液吸收后，顶空进样，GC 进行分析。浓度在 0.2~10 mg/L 范围内，吡啶标准曲线线性良好，线性相关系数为 0.9998。取浓度为 0.2 mg/L 的标准溶液 6 份于 6 个顶空瓶中，重复进样 6 次，峰面积 RSD 为 4.6%，表明方法的精密度良好。加标浓度为 0.067 和 0.167 mg/m³ 时，平均回收率分别为 101.8% 和 100.8%。该方法无需采用二硫化碳萃取富集等繁琐步骤，操作简单，定量数据准确可靠，满足日常环境空气中吡啶的检测要求。

关键词： 气相色谱仪 顶空进样 环境空气 吡啶

吡啶，化学式 C₅H₅N，是含有一个氮原子的六元杂环化合物。吡啶在工业上用途广泛，可用作变性剂、助染剂，是农药、医药、消毒剂和染料等产品的重要原料和中间体。大气环境中吡啶的来源很多，工业污染源占主要部分。吡啶有强烈刺激性，能麻醉中枢神经系统。长期吸入可出现头晕、头痛、失眠、步态不稳及消化道功能紊乱。在世卫组织国际癌症研究机构公布的致癌物清单中，吡啶属于 2B 类致癌物。加强大气环境中吡啶的监测和分析，对于守护人类生命健康，保护生态环境具有重要现实意义。

传统测定环境空气和废气中吡啶的方法主要有

巴比妥酸分光光度法和气相色谱法。分光光度法灵敏度高，选择性好，但需使用剧毒的氰化钾溶液。气相色谱法以硫酸作为吸收液，用二硫化碳萃取富集，二硫化碳毒性较大，且萃取操作程序繁琐，费时费力。

本文参照环境标准《环境空气和废气 吡啶的测定 气相色谱法》（HJ 1219-2021），采用气相色谱法结合顶空进样的方式建立了环境空气中吡啶的测定方法。该方法无需采用二硫化碳萃取富集等繁琐步骤，操作简单，定量数据准确可靠，满足日常环境空气中吡啶的检测要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：Nexis GC-2030

顶空自动进样器：HS-10

1.2 分析条件

1.2.1 顶空条件

恒温炉温度：80°C

样品流路温度：120°C

加压压力：120 kPa

样品瓶恒温时间：30 min

传输线温度：120°C

进样量：1 mL

1.2.2 GC条件

色谱柱：SH-Stabilwax, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：40°C (2 min)_20°C /min_200°C (2 min)

载气：氮气

载气控制模式：恒流

色谱柱流量：1.5 mL/min

进样方式：分流进样

分流比：10:1

检测器：FID检测器

检测器温度：250°C

空气流量：200 mL/min

氢气流量：32 mL/min

尾吹气流量：24 mL/min

■ 样品前处理

环境空气中的吡啶经空气采样器采集、酸性吸收液吸收后，先将吸收液定容至 10 mL，后全部转移至已加入 3 g氯化钠和 0.2 g氢氧化钾的 20 mL顶空瓶中，密封，置于顶空自动进样器的样品盘。顶空瓶中样品在加热炉 80°C加热平衡 30分钟后，挥发成分导入气相色谱仪分析。

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液色谱图

化合物色谱图如图 1所示。

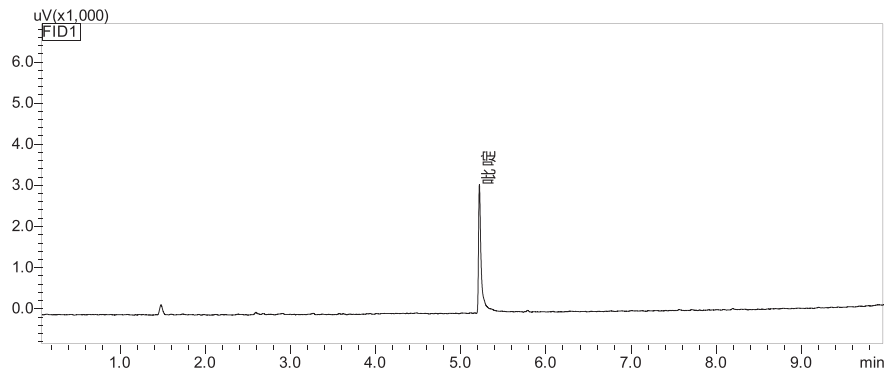


图 1 色谱图 (浓度 0.2 mg/L)

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	吡啶	Pyridine	110-86-1	5.218

3.2 标准曲线及检出限

配置系列浓度为 0.2、0.5、1.0、2.0、5.0和 10.0 mg/L的吡啶标准溶液，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标制作标准曲线，如图 2所示。标准曲线相关系数如表 2所示。取最低点标样数据，以 3倍信噪比计算仪器检出限，检出限如表 2所示。

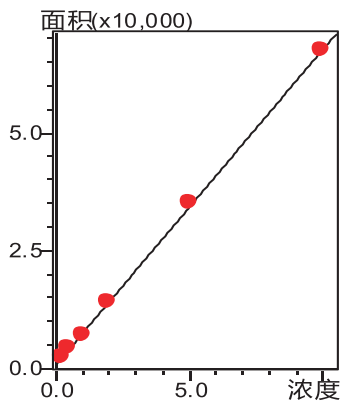


图 2 吡啶标准曲线

表 2 标准曲线信息及检出限

No.	化合物名称	标准曲线方程	相关系数 R	检出限 (mg/L)
1	吡啶	$Y = 6678.67 X + 903.343$	0.9998	0.002

3.3 重复性测试

平行配制浓度为 0.2 mg/L 的标准溶液 6 份于 6 个顶空瓶中，重复进样 6 次，考察仪器重复性，结果如表 3 所示。

表 3 重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD(%)
		1	2	3	4	5	6	
1	吡啶	2053	2160	2249	2338	2253	2293	4.6

3.4 回收率测试

取空白样品进行加标实验，加标浓度分别为 0.067 和 0.167 mg/m³，平行 3 份，按前述前处理后，上机测定。回收率结果见表 4。

表 4 回收率结果 (n=3)

No.	化合物名称	加标浓度 (mg/m ³)	回收率 1 (%)	回收率 2 (%)	回收率 3 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	吡啶	0.067	107.0	100.5	98.0	101.8	4.6
		0.167	101.4	98.4	102.6	100.8	2.1

3.5 实际样品测试

取环境空气样品一份，采用以上方法进行检测，得到样品色谱图如图 3，该样品中吡啶的含量为 0.269 mg/m³。

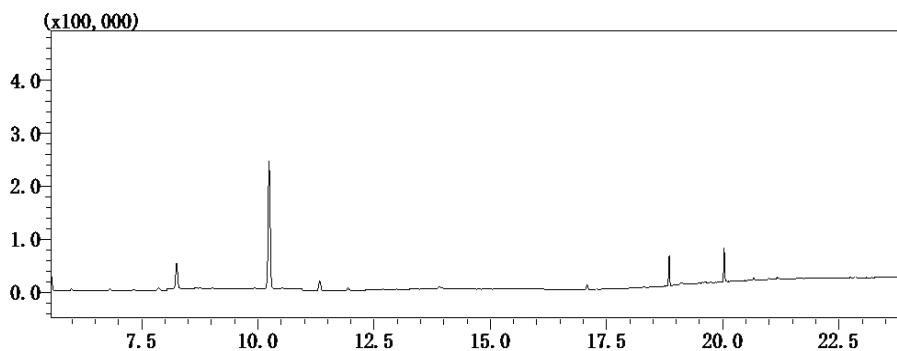


图 3 样品色谱图

■ 结论

本文采用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030 结合顶空进样器 HS-10 建立了环境空气中吡啶的检测方法。在 0.2~10 mg/L 浓度范围内，吡啶标准曲线线性良好，线性相关系数为 0.9998。取浓度为 0.2 mg/L 的标准溶液 6 份于 6 个顶空瓶中，重复进样 6 次，峰面积 RSD 为 4.6%，表明方法的精密度良好。加标浓度为 0.067 和 0.167 mg/m³ 时，平均回收率分别为 101.8% 和 100.8%。该方法无需采用二硫化碳萃取富集等繁琐步骤，操作简单，定量数据准确可靠，满足日常环境空气中吡啶的检测要求。

岛津应用云

