

毛细管气相色谱法测定环境空气中的丙二醇

吴红星

(江苏康达检测技术有限公司, 江苏 苏州 215001)

摘要:建立了毛细管气相色谱法测定环境空气中丙二醇的含量,以甲醇为溶剂,活性炭富集空气中丙二醇,再用DB-624毛细管柱分离甲醇中的丙二醇,氢火焰离子化检测器检测,时间定性,峰面积定量。丙二醇回收率为98.2%~102.2%,当采样体积为30L,丙二醇最低检出质量浓度均为0.009mg/m³。

关键词:丙二醇;环境空气;甲醇;气相色谱法;活性炭

中图分类号:X83 **文献标识码:**A **文章编号:**1673-9655(2013)03-0115-02

丙二醇,无色粘稠稳定的吸水性液体,几乎无味无臭,易燃,低毒,与水、甲醇、乙醇及多种有机溶剂混溶。在工业用途上,丙二醇可用作不饱和聚酯树脂的原料,也是增塑剂、表面活性剂、乳化剂和破乳剂的原料,也可用作防腐剂、水果催熟剂、防腐剂、防冻剂及烟草保湿剂。气相色谱法对空气中丙二醇的测定还没有过文献报道,目前国内也无环境空气中丙二醇的标准分析方法。今采用活性炭吸附环境空气中丙二醇,用甲醇洗脱,以DB-624毛细管柱分离气相色谱法测定,取得了良好的测定效果。

1 试验

1.1 试验仪器和试剂

气相色谱仪,Agilent6890N,具火焰离子化检测器,美国Agilent仪器公司;二硫化碳、丙二醇标准品均为色谱纯;活性炭吸附采样管(内装100mg活性炭),北京市劳保所科技发展有限公司;2020空气采样器。

10.4g/L丙二醇标准储备液:准备称取104mg丙二醇标准品于10ml容量瓶中,用甲醇定容至标线。

1.2 色谱条件

色谱:DB-624毛细管色谱柱(30m×0.53mm×3μm);载气为高纯氮(>99.999%),柱流量4.0ml/min,进样口温度220℃,检测器温度250℃,氢气流量60ml/min,空气流量400ml/min,柱温150℃。分流比10:1,进样量为1μl。

1.3 样品采集和预处理

收稿日期:2012-12-14

作者简介:吴红星(1978-),男,江苏省泰兴市人,汉族,本科毕业,江苏康达检测技术有限公司工程师,主要从事环境检测与评价工作。

采用富集采样方法,用橡胶管将活性炭采样管与采样器连接,进行环境空气样品的采集。环境空气样品中的丙二醇浓度一般较低,在采样过程中采样流量设为0.5ml/min,采样时间为60min。同时将空白活性炭采样管带到现场,打开不抽空气,作空白样品分析。采样后将活性炭管两端套上塑料帽,带回实验室分析^[1]。将上述采过样的活性炭倒入10ml具塞比色管中,加1ml二硫化碳,塞紧管塞,放置30min并不时振荡,解吸液供测定,取1μl进样分析。

2 结果与讨论

2.1 校准曲线与方法检出限

用甲醇将丙二醇标准储备液系列稀释后配制成8.30、12.5、20.8、33.2、41.5mg/L标准溶液系列,取1.0μl在上述色谱条件下测定,以丙二醇保留时间定性,色谱峰面积外标曲线法定量进行线性回归,得线性回归方程为 $Y=1.437X+1.04$,相关系数 $r=0.9992$ 。

丙二醇标准用甲醇稀释成从高到低的溶液,在上述色谱条件下经气相色谱分析,以仪器恰好能产生与噪声相区别的响应信号时,以3倍信噪比计,进入色谱柱的丙二醇最低检出浓度为0.26mg/L,在采样体积为30L的条件下,丙二醇最低检出质量浓度为0.009mg/m³。

2.2 精密度试验

配制丙二醇质量浓度为12.5mg/L标准溶液(配制方法与校准一致),在给定色谱条件下进行色谱分析并记录峰面积,重复进样6次,计算峰面积的PSD为2.13%。试验结果表明,该方法测定结果重现性比较好,符合精密度试验要求。

2.3 回收率试验

用10 μ l微量注射器精密吸取2 μ l丙二醇标准储备液置于活性炭吸收管中,将上述活性炭倒入10ml具塞比色管中,加入1ml浓度为12.5mg/L的丙二醇对照品溶液为解吸剂,按1.3步骤对活性炭进行解吸,制备5份样品依本法进行测定,计算加标回收率,结果见表1。

样品	成份	已知量	加入量	测定值	回收率/%
1	丙二醇	4.15	12.5	16.60	99.6
2	丙二醇	4.15	12.5	16.43	98.2
3	丙二醇	4.15	12.5	16.83	101.4
4	丙二醇	4.15	12.5	16.31	97.3
5	丙二醇	4.15	12.5	16.92	102.2

表1中结果显示,本方法加标回收稳定性较好,回收率为98.2%~102.2%,符合分析测试质量控制要求。

2.4 样品的测定

该方法已成功应用于环境评价中特征污染因子的分析,效果良好。对某化工区周围的环境空气进行采样监测,没有检出丙二醇。

3 结论

有关环境空气中丙二醇的测定方法国内尚无标准,丙二醇沸点为187.3 $^{\circ}$ C,常温下不易挥发,但在长期、大量使用丙二醇情况下,监测表明,环境空气中存在一定量的丙二醇。本研究建立了环境空气中丙二醇的检测方法,采用活性炭采样管采集,甲醇溶液解吸后进样,经DB-624毛细管色谱柱分离,氢焰离子化检测器检测(FID)。结果表明该方法线性关系良好,且回收率高,精密度好,检出限低,能满足环境中大批样品的监测和需要。

参考文献:

- [1] 国家环保总局. 空气和废气监测分析方法指南(第四版)[M]. 北京: 中国环境科学出版社, 2004.

Determination of Propylene Glycol in Ambient Air by Capillary Gas Chromatography

WU Hong-xing

(Jiangsu Kangda Detection Technology Limited Company, Suzhou Jiangsu 215001 China)

Abstract: The method is established to detect the content of the propylene glycol in the air by the capillary gas chromatography. By which, the methanol is used as solvent, and the activated carbon is used to adsorb the propylene glycol in the air. Then it is separated by the DB-624 capillary column and tested by the hydrogen flame ionization detector. The time is qualitative and the peak area is quantified in this method. Propylene glycol recovery rate is between 98.2%~102.2%. When the sampling volume is 30L, the minimum detectable concentration for propylene glycol is 0.009mg/m³.

Key words: propylene glycol; ambient air; methanol; gas chromatography; activated carbon