通过 HS-GC 分析

丙烯醛、丙烯腈和乙腈

采用 Agilent 7890 气相色谱仪

演示 HJ 方法

前言

HJ 方法 679-2013 描述了通过顶空气相色谱法测定土壤和沉积物中的丙烯醛、丙烯腈和乙腈的过程。这种方法类似于 EPA 方法 8015C（非卤代有机物）、8030A（气相色谱法测定丙烯醛和丙烯腈）和 8031（气相色谱法测定丙烯腈）。作为合成工艺的副产品或由于之前使用杀虫剂而存在于土壤中的丙烯醛、丙烯腈和乙腈，会迅速降解并蒸发到空气中。

实验部分

HJ-679 方法规定使用内径为 530 µm 的色谱柱，这种色谱柱非常适合配备有 FID 和 Agilent 7697 顶空进样器的 Agilent 7890 气相色谱仪。实验尽可能遵循 HJ 方法。每个校准水平准备五个顶空样品瓶，向每个样品瓶中填充约 2 g 石英砂，加入 10 mL 基体改性剂（180 g NaCl 溶于 500 mL H_2O 中），并用不同量的 2000 ppm 标准品加标以达到所需浓度。丙烯醛、丙烯腈和乙腈的加标量为 2 µg、5 µg、20 µg、40 µg 和 80 µg。

如需了解更多信息，请访问：

www.agilent.com

Agilent Technologies

仪器条件

参数	值
Agilent 7890 气相色谱仪	
进样口	150 °C，分流比 5:1
色谱柱	Agilent DB WaxUI
色谱柱流速	4.5 mL/min
柱温箱	40 °C（5 分钟） 然后以 5 °C/min 升至 60 °C 然后以 30 °C/min 升至 150 °C（5 分钟）
FID	250 °C
Agilent 7697 顶空进样器	
柱温箱	75 °C
定量环	105 °C
传输线	150 °C
样品瓶平衡	30 分钟
进样时间	0.1 分钟
样品瓶	20 mL
振荡	开启，1 级
样品瓶填充流速	50 mL/min
填充样品瓶设定压力	8 psi
样品瓶压力平衡时间	2 分钟
填充定量环升压速率	20 psi/min
最终定量环压力	1.2 psi
定量环平衡时间	0.2 分钟

结果与讨论

实验结果发现，所确定的丙烯醛、丙烯腈和乙腈校准曲线满足方法要求（相关系数 ≥ 0.995）。在校准曲线范围内计算响应因子，并确定每种分析物的 RSD。结果发现，可能由于丙烯醛具有高挥发性，其响应因子 RSD 最高，为 10%。丙烯腈和乙腈的响应因子 RSD 均为 5.3%。

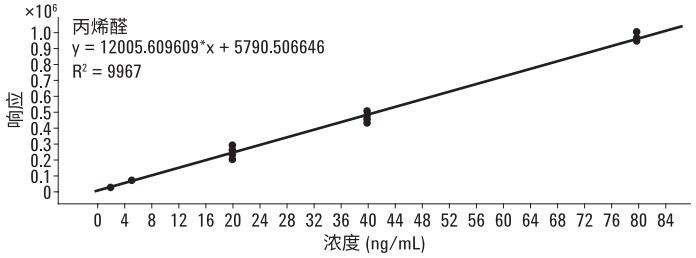

图 1. 2 µg 至 80 µg 丙烯醛的校准曲线，相关系数为 0.997

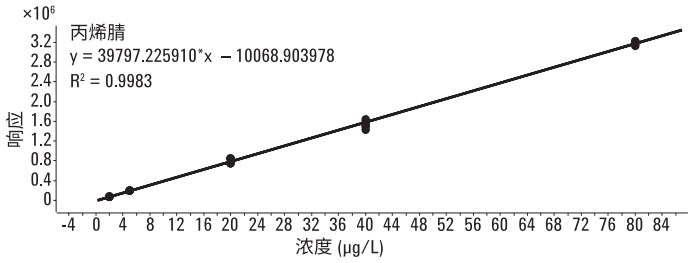

图 2. 2 µg 至 80 µg 范围内五个浓度的丙烯腈校准曲线，相关系数为 0.998

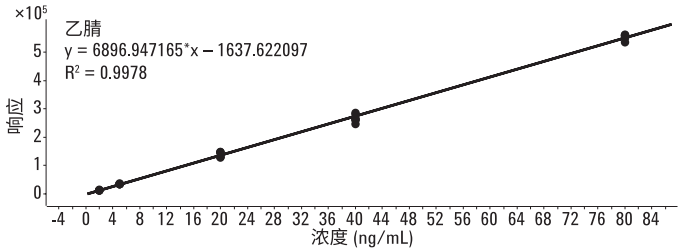

图 3. 2 µg 至 80 µg 范围内五个校准浓度的乙腈校准曲线，相关系数为 0.998

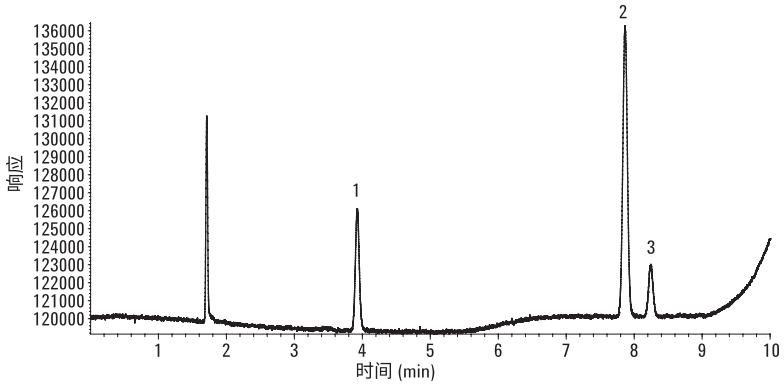

图 4. 1 mg/kg 的丙烯醛 (1)、丙烯腈 (2) 和乙腈 (3) 在 10 分钟内洗脱

结论

配置有 Agilent 7697 顶空进样器的 Agilent 7890 气相色谱仪能够获得 HJ679-2013 方法的性能指标。结果发现相关系数为 0.995 甚至更高，而在该方法中未规定响应因子 RSD。丙烯醛、丙烯腈和乙腈的五个平行样品瓶的 RSD 为 10% 甚至更好。HJ679-2013 通常的运行时间是 10 分钟，该运行时间可通过采用更小内径色谱柱的方法来缩短。

www.agilent.com
本资料中的信息、说明和指标如有变更，
恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2017
2017 年 6 月 8 日，中国出版
5991-8096CHCN

Agilent Technologies