

中华人民共和国国家标准

水源水中乙醛、丙烯醛卫生检验标准方法 气相色谱法

GB 11934—89

Standard method for hygienic examination of acetaldehyde
and acrolin in drinking water sources — Gas chromatography

1 主题内容和适用范围

本标准规定了用气相色谱法测定水源水中的乙醛、丙烯醛。

本标准适用于测定水源水中乙醛、丙烯醛。如直接进样,本法最低检测浓度乙醛为 0.24 mg/L,丙烯醛为 0.019 mg/L。若进行蒸馏浓缩,最低检测浓度还可降低。

2 原理

水中乙醛、丙烯醛可直接或经蒸馏浓缩后,用带有氢火焰检测器的气相色谱仪进行分离测定。出峰顺序为丙烯醛,乙醛。

3 试剂

3.1 丙烯醛标准溶液:取 10 mL 容量瓶一个,加蒸馏水数毫升,准确称重。滴加 2~3 滴新蒸馏的丙烯醛,再称重。增加的重量即为丙烯醛量,加蒸馏水至刻度。计算含量后,取适量此溶液用蒸馏水稀释至 1.00 mL 含 10.0 μg 丙烯醛。

3.2 乙醛标准溶液:取 2 mL 40% 的乙醛,置于 250 mL 全玻璃蒸馏器中,加蒸馏水至 100 mL,加 1+1 硫酸溶液(3.3)酸化,投入数粒玻璃珠,加热蒸馏。收集馏出液于盛有少量蒸馏水的 100 mL 容量瓶中。容量瓶放在冰水浴中,收集馏出液约 50 mL,加蒸馏水至刻度。

取 25.0 mL 上述乙醛溶液,置于 250 mL 碘量瓶中,加入 25.0 mL 0.05 mol/L 亚硫酸氢钠溶液,混匀后在暗处放置 30 min,加入 40.0 mL 0.05 mol/L 碘溶液,再在暗处放置 5 min。然后以 0.100 0 mol/L 硫代硫酸钠溶液滴定。当滴定至淡黄色时,加入 1 mL 0.5% 淀粉溶液,继续滴定至蓝色刚褪去为止。按同样条件作空白滴定,根据硫代硫酸钠溶液用量,计算出每毫升溶液中的乙醛含量。

$$\text{乙醛}(\text{mg/mL}) = \frac{(V - V_0) \times M \times 22}{25} \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_0 —— 滴定空白所用硫代硫酸钠溶液的毫升数;

V —— 滴定乙醛所用硫代硫酸钠溶液的毫升数;

M —— 硫代硫酸钠溶液的摩尔浓度。

根据此浓度计算并稀释成 1.00 mL 含 1.00 mg 乙醛的标准溶液。

3.3 1+1 硫酸溶液。

3.4 固定相:以 20% 聚乙二醇 20 M 为固定液,涂渍在 6201 釉化担体(60~80 目)上。

中华人民共和国卫生部 1989-09-21 批准

1990-07-01 实施

4 仪器

4.1 气相色谱仪。

4.1.1 氢火焰离子化检测器。

4.1.2 色谱柱:柱长 2 m,内径 4 mm 螺旋形不锈钢柱。

4.2 全玻璃蒸馏器。

4.3 50 μ L 微量注射器。

5 采样

将水样采集在具有磨口塞的玻璃瓶中。

6 分析步骤

6.1 色谱条件

6.1.1 温度:柱温 76℃;气化室温度 160℃;检测器温度 150℃。

6.1.2 气体流量: N_2 40 mL/min, H_2 52 mL/min, 空气 700 mL/min。

6.2 测定

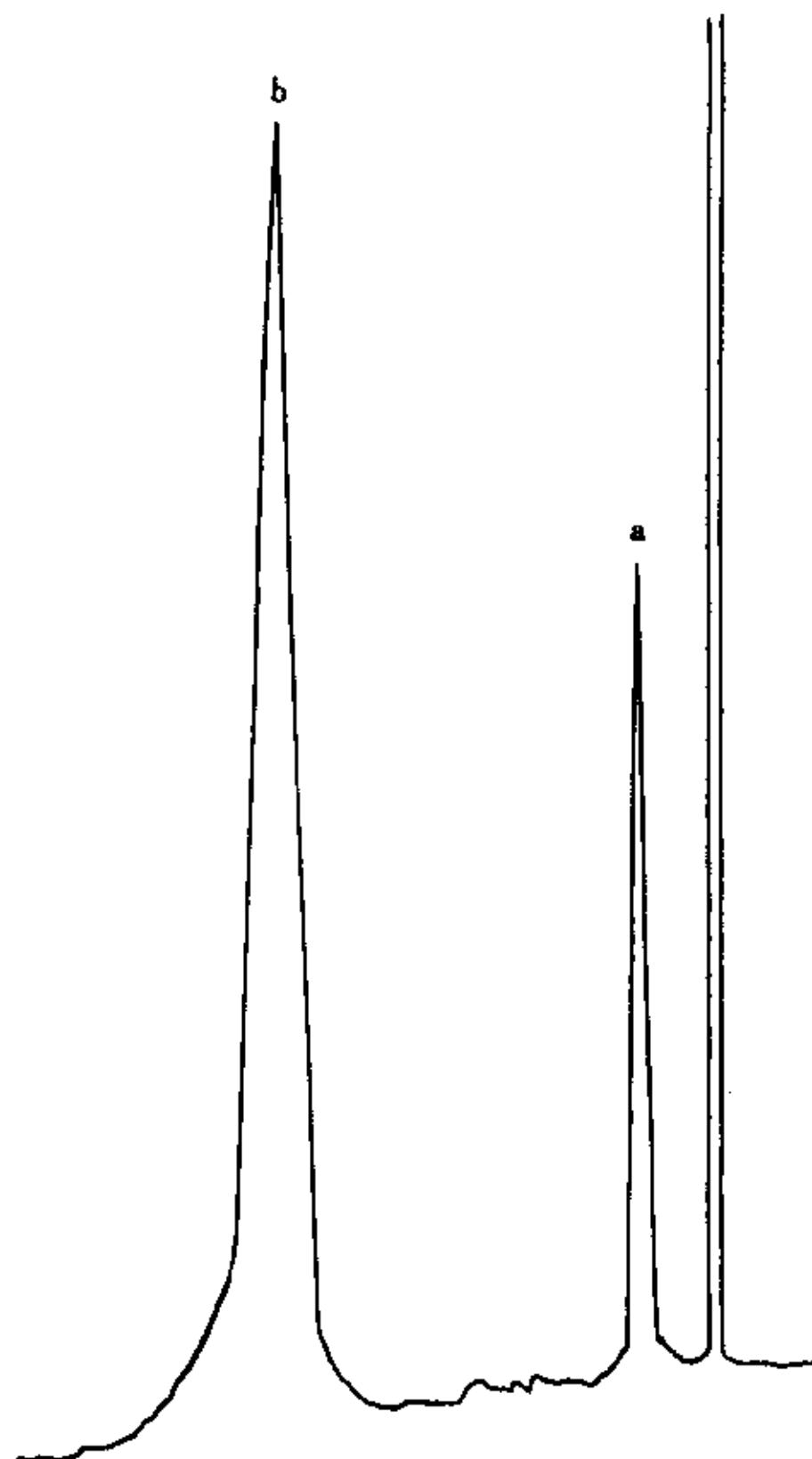
用微量注射器吸取 50 μ L 水样(或蒸馏液)注入色谱仪,根据校准曲线求出乙醛或丙烯醛的浓度。

6.3 校准曲线的绘制

将乙醛和丙烯醛的标准液经稀释,配制成丙烯醛浓度为 0, 0.1, 0.3, 0.5, 0.7, 1.0 mg/L, 乙醛浓度为 0, 0.5, 1.0, 3.0, 5.0, 10.0 mg/L 的标准系列。各取 50 μ L 注入色谱仪。以峰高为纵坐标,浓度为横坐标绘制校准曲线。

6.4 色谱图考察

6.4.1 标准色谱图见下图。



6.4.2 气相色谱条件见 6.1 条件。

6.4.3 出峰顺序:丙烯醛、乙醛。

6.4.4 保留时间:

a. 丙烯醛 1min 48 s

b. 乙醛 7min 12s

7 计算

如直接取水样测定,从校准曲线上查出的浓度即为水中的浓度,经蒸馏后的水样,则按式(2)计算结果。

$$C = C_1 \times \frac{V_1}{V} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: C —— 丙烯醛(或乙醛)含量,mg/L;

C_1 —— 从校准曲线查得馏出液中丙烯醛(乙醛)的浓度,mg/L;

V —— 原水样的体积,mL;

V_1 —— 馏出液的体积,mL。

8 精密度和准确度

二个实验室对浓度为 0.1~1.0 mg/L 的丙烯醛溶液进行重复测定,相对标准偏差为 5.3~9.1%;用各种水样作回收试验,回收率 82~110%。

分别取浓度为 1 mg/L,9 mg/L 的乙醛溶液各测定 6 次,其相对标准偏差分别为 8.1%,1.7%。用各种水样作回收试验,回收率 87.4~101.2%。

注:① 测定乙醛时,用 15%聚乙二醇 4 000-上试 102 白色担体(60~80 目)作固定相,其灵敏度和重现性都比用聚乙二醇 20M-6201 釉化担体为好。

② 水样需蒸馏时,取 250 mL 水样,置于 500 mL 全玻璃蒸馏器中,加入 10 mL 硫酸溶液(2.3)及数粒玻璃珠,加热蒸馏,收集馏液于盛有少量蒸馏水的 25 mL 容量瓶中,冷凝管尾端插入吸收液中,容量瓶放在冰水浴内,收集馏液至刻度。

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由唐山市卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人胡志芬、张学燧。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。