

参 考 文 献

(1) Campbell C. Hoyl, D.W.Keenahan, et al.,

Finnigan Corporation, U.S.A. 1987.

(2) 质谱公司, 离子阱质谱的分析应用, 1988.

(收稿日期: 1989年7月16日)

气相色谱法(顶空进样器 / 质量选择检测器)

直接测定电热蚊香片中甲苯

范元中

(江苏省环境监测站, 南京, 210029)

电热蚊香片作为固体样品对其挥发性有机物

(一) 仪器与试剂

美国惠普公司 HP19395A 顶空进样器 (Headspace Sampler), HP5890 A GC 配 MSD (Mass Selective Detector)。甲苯为色谱纯。

(二) 试验条件

HS 条件: 浴温恒温 85℃, 阀-环温度 85℃, 均衡时间 20min, 载气 He 20ml/min, 样品瓶增压 1.2bar, 增压时间 10sec, 排气时间 10sec, 进样时间 20sec。

GC 条件: 色谱柱 HP-1Φ0.2mm×25m 甲基硅酮弹性石英, 柱温 30℃ (6min) → 6℃/min → 200℃ (10min), 载气 He 1ml/min, 隔膜清洗 1ml/min, 柱前压 50kPa, 分流进样 10: 1, 进样口温度 220℃, 检测器传输线温度 250℃, 检测器为 MSD (扫描范围 32~300)。

(三) 试验步骤

取电热蚊香片一块放入 HS 样品瓶中并封口加热 (相当于蚊香加热器温度), 将 HS 加热传输线 (即 GC 进样引入线) 直接插入 GC 进样口, 联接开关电缆, 启动 HS, 通过阀的转换将样品瓶中的待测气体送入 GC/MSD 分析, 所得质谱图经计算机检索定性。

结果与讨论

用顶端空间气相色谱法分析水中挥发性有机物时采用 HS⁽¹⁾, 现将其与 GC/MSD 联接直接测定固体样品中的挥发性有机物而省去样品处理步骤, 简易方便; 又因根据质谱信息定性, 故可靠性大为增加。用上述方法条件分析某蚊香厂

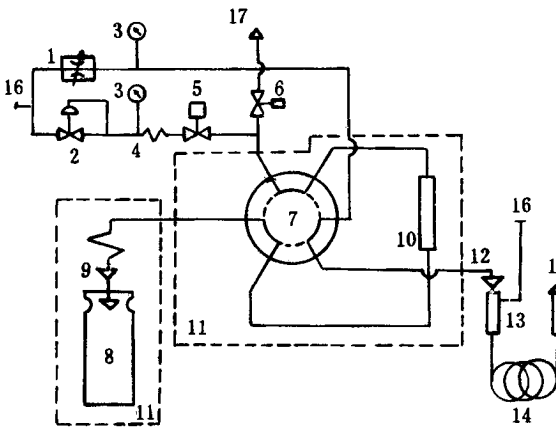


图 1 HP19395A HS 阀-环进样系统

1. 流量阀, 2. 调压阀, 3. 指示表, 4. 限流器,
- 5,6. 电磁阀, 7. 六通阀, 8. 样品瓶, 9. 取样针, 10.
- 样品环, 11. 加热区, 12. 传输线, 13. 进样口,
14. GC 柱, 15. 检测器, 16. 载气 He, 17. 排气。

测定时, 预处理步骤较为繁琐。本方法采用顶空进样器(HS)/气相色谱仪(GC)/质量选择检测器(MSD)联机系统能分析所含甲苯, 样品无需进行处理可直接测定。顶空进样器(HP19395 A 型)采用自动阀环进样系统(图 1)。测定时取样针穿入已加热的样品瓶中并增加压力, 然后经阀转换, 瓶中待测气体通入样品环, 再由载气送入 GC 进样口进行 GC/MSD 分析。

试 验 条 件

的 J 牌电热蚊香片色谱图见图 2，待测质谱在谱库中检索，经计算机进行相似度的计算处理，相似度最高者 (0.9360) 为甲苯。通过测定甲苯试

剂验证，保留时间与质谱图型均吻合。该方法除用于电热蚊香片杂质分析外，还可用于主成分分析或其他固体样品挥发有机物的分析。

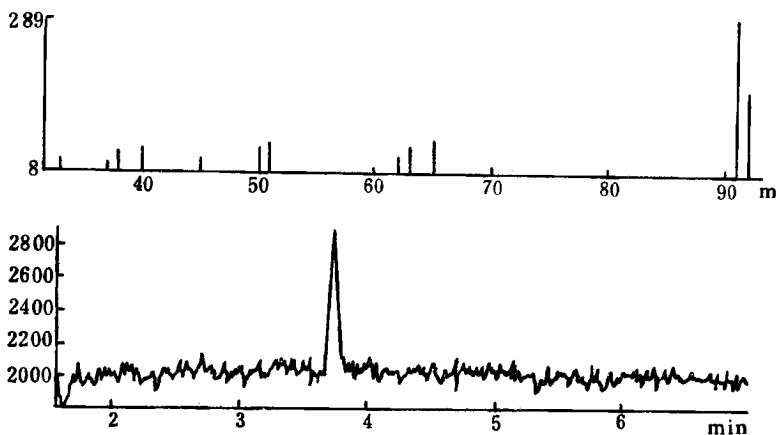


图 2 某电热蚊香片 HS / GC / MSD 分析色谱图(上部为质谱图)

参 考 文 献

(收稿日期: 1989 年 10 月 24 日)

(1) 吴增彦等, 环境导报, (4), 8 (1987).

· 学术会议简讯 ·

浙江省第二届色谱学术报告会在杭州召开

浙江省化学学会色谱专业委员会于 1991 年 5 月 9 日至 11 日在杭州市举行了浙江省第二届色谱学术报告会。来自全省各地的 170 余名代表出席了会议。会议录用了 186 篇论文, 并编印了会议文集。会议学术气氛浓厚, 代表们思想活跃, 充分显示了浙江省色谱事业蓬勃发展及新人辈出的新气象。

请订购《第八次全国色谱学术报告会文集》

第八次全国色谱学术报告会定于 1991 年 7 月 26 日至 29 日(25 日报到)在大连举行。会议录用了三百余篇学术报告。会议文集于今年 7 月上旬出版发行。

《文集》涉及色谱学各分枝学科, 内容丰富、新颖、实用, 集中反映了自第七次全国色谱学术报告会以来我国色谱技术最新进展, 及其在石油、煤炭、化工、能源、轻工、化纤、食品、卫生、医药、农林、环保等方面以及有机合成、分析化学、生物化学、高分子等学科领域中应用的新成就。请即订购。文集约六百余页 (16 开本), 每套 (上、下册) 定价 30 元 (含邮资)。

订购办法: 请单位(或个人)于 8 月 30 日前将款汇寄至 116012(邮政编码)大连市 100 号信箱《色谱》编辑部, 个人购买优惠, 半价收费, 每套 15 元 (含邮资)。单位购买收据随书一并寄给订购人 (务请在留言栏内写明: 邮政编码及订购“八次色谱会文集”), 至编辑部购买可减去邮资。