

Determination of furfural in water by gas chromatography-mass spectrometry

Kang Jiabin

Xuzhou Environmental Monitoring Station, Xuzhou

Abstract: The furfural content in water was determined by gas chromatography-mass spectrometry using PEG20M column. Methods relative standard deviation $RSD < 6.3\%$, correlation $r > 0.9995$, matrix sample recovery was $90.5\%-105\%$, detection limit was $0.026 \mu\text{g/L}$.

Key words: Blow off catch; Gas chromatography-mass spectrometry; Furfural

Received: 2019-07-12; Accepted: 2019-07-31; Published: 2019-08-05

气相色谱质谱法测定水中糠醛含量研究

康佳馨

徐州市环境监测站, 徐州

邮箱: jxkang.123@gmail.com

摘 要: 采用吹脱捕集气相色谱质谱法, 利用 PEG20M 柱测定水中的糠醛含量。方法相对标准偏差 $RSD < 6.3\%$, 相关性 $r > 0.9995$, 基体样品回收率为 $90.5\% - 105\%$, 检出限 $0.026 \mu\text{g/L}$ 。

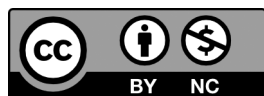
关键词: 吹脱捕集; 气相色谱质谱法; 糠醛

收稿日期: 2019-07-12; 录用日期: 2019-07-31; 发表日期: 2019-08-05

Copyright © 2019 by author(s) and SciScan Publishing Limited

This article is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/).

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>



糠醛又称呋喃甲醛。无色透明油状液体, 气味刺鼻, 暴露在空气中颜色很快变为红棕色。糠醛是在 1922 年由美国魁克麦片公司首先实现工业化生产。用植物原料生产糠醛是工业上唯一的生产路线。其原料是含多缩戊糖较多的玉米芯、棉籽壳、甘蔗渣等。把原料加至反应釜内, 用 $3\% \sim 10\%$ 稀硫酸作催化剂并通入蒸汽加热, 在 $0.6 \sim 1.0 \text{ MPa}$ 和 $140 \sim 200^\circ\text{C}$ 条件下反应 $5 \sim 8 \text{ h}$ 。多缩戊糖水解释生成戊糖, 经进一步脱水环化而生成糠醛。糠醛主要用于加氢制糠醇、甲基呋喃, 脱羰制呋喃和氧化制糠酸, 还广泛用作选择性溶剂, 并用以进一步生产糠醛树脂、杀虫剂、抗菌防腐剂、脱色剂等。如果食用或吸入糠醛, 会产生中毒 (en : intoxication) 现象, 包括兴奋, 头痛, 头昏, 恶心, 最后失去意识并因为呼吸衰竭而死亡。接触糠醛会刺激皮肤和呼吸道, 甚至造成肺积水。长期的皮肤接触 (Chronic skin exposure) 会导致皮肤过敏, 和特有的敏感性晒斑 (an unusual susceptibility to sunburn)。在毒素研究中, 糠醛会让动物产生肿瘤、突变、肝脏与肾脏损坏。

近年来。糠醛废水污染地表水问题成为制约该行业发展的瓶颈。目前我国

尚未制定水和废水中糠醛的标准分析方法。对糠醛的分析方法,主要有肟化法、四溴化法、比色法、电位滴定法、高效液相色谱法等,但这些方法测定操作复杂,易产生干扰且准确度不高。用吹脱捕集气相色谱质谱法测定油中糠醛含量已有报导,但测定地表水中糠醛含量的不多。采吹脱捕集气相色谱质谱法测定废水中糠醛含量,具有简便、快速、准确度高等优点。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

美国 OI 公司 4660 型吹脱捕集。日本岛津 GCMS- QP5050A 型气相色谱质谱联用仪。分析纯的糠醛(使用前精制)、色谱纯甲醇。

1.2 样品采集

向预先洗净烘干 40 mL 吹扫瓶中加入 1.2gNaCl,现场采集水样充满样品瓶,密封,待吹脱捕集气相色谱质谱分析。

1.3 分析条件

吹脱捕集条件:吹扫温度 40℃,吹扫时间 11min,解析温度 190℃,进样时间 4min。气相色谱-质谱条件:进样口温度 150℃;柱温 100℃保持 9min;连接杆温度 230℃;载气(氦气)1.0mL/min;分流进样(分流比 20: 1);离子化方式(EI);离子化能量为 70eV;SIM法选择离子 96、95、67 对目标化合物进行定性、定量分析。

2 结果与讨论

表 1 精密度与准确度实验结果(浓度单位:ug/L)

样品	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%
0.5ug/L标	0.483	0.481	0.475	0.489	0.501	0.486	0.486	1.8
5.0ug/L标	4.96	5.07	5.11	4.93	5.06	4.91	5.01	1.7
环境样品	0.152	0.156	0.138	0.162	0.160	0.143	0.152	6.3
样品加标8.0ng	0.350	0.348	0.361	0.334	0.356	0.333	0.347	3.3
样品加标40.0ng	1.14	1.12	1.13	1.16	1.14	1.14	1.14	1.2

2.1 标准曲线的绘制

配制含量为 0.5ug/L、1.0ug/L、5.0ug/L、10.0ug/L、20.0ug/L 的标准溶液，用保留时间、选择离子进行定性、定量分析，以糠醛的含量（ug/L）为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。曲线方程为： $Y=4.92 \times 10^4 x+126$ ， $r=0.9995$ 。

2.2 精密度与准确度

取一定浓度 0.5ug/L、5.0ug/L 的糠醛标准溶液和环境样品、环境样品加标 8.0ng、环境样品加标 40.0ng 分别进行 6 次平行测定，测定结果见表 1，六次平行测定基体样品相对标准差 RSD 为 6.3%。样品加标回收率在 90.5–105 之间。以 3 倍标准差计算方法检出限为 0.026ug/L。

3 结论

采用吹脱捕集气相色谱质谱法测定地表水中糠醛的含量，建立了地表水中糠醛的分析方法。试验结果表明，该方法相对标准偏差 $RSD \leq 6.3\%$ （ $n=6$ ）， $r=0.9995$ ，样品加标回收率为 90.5% ~ 105%，方法检出限为 0.026ug/L。该方法由于选用定量离子对目标化合物糠醛进行定性、定量分析。因此，可以有效的去除其他化合物对糠醛测定结果的干扰。

参考文献

- [1] 杜海波，赵杰，熊俊丽. 废水中糠醛测定方法的探讨[J]. 干旱环境监测，2003，17（3）：137–138.
- [2] 康春莉，王洋，于宏兵，等. 高效液相色谱法快速测定糠醛废水中的乙酸含量[J]. 吉林大学学报（理学版），2004，42（3）.