

工作场所空气有毒物质测定

氢醌和间苯二酚

陈卿卿, 陈青青

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 空气中气溶胶态氢醌用微孔滤膜采集, 乙酸溶液洗脱后进样, 经 C18 液相色谱柱分离, 紫外检测器检测, 以保留时间定性, 峰高或峰面积定量。

关键词: 氢醌; 间苯二酚有毒物质测定

1 检测方法

依据国家标准: 工作场所空气有毒物质测定 第 110 部分: 氢醌和间苯二酚 (GBZ/T 300.110-2017)。

2 试剂和材料

2.1 乙酸: 分析纯。

2.2 水: 纯净水。

3 仪器和装置

3.1 高效液相色谱仪: 福立 LC5090 高效液相色谱仪, 配备 LC5090 在线脱气机、LC5090 二元高压输液泵、LC5090 自动进样器、LC5090 柱温箱、LC5090 双波长-紫外检测器。

3.2 色谱柱: Sunniest C18-AQ 色谱柱, 4.60 mm * 250 mm, 粒径为 5.0 μm 。

3.3 一次性注射器。

3.4 针头过滤器: 0.45 μm 有机滤膜。

3.5 玻璃纤维滤膜: 孔径 0.8 μm 。

3.6 小采样夹: 滤料直径为 25mm。

3.7 空气采样器, 流量范围为 0 L/min~1.5 L/min。

3.8 具塞刻度试管, 10 mL。

3.9 微量注射器。

4 实验

4.1 样品制备

4.1.1 长时间采样：在采样点，用装好玻璃纤维滤膜的小采样夹，以 1.0 L/min 流量采集 2 h 空气样品。

4.1.2 样品处理：向装有玻璃纤维滤膜的具塞刻度试管中加入 5 mL 乙酸溶液，洗脱 30 min，不时振摇。样品溶液供测定。

4.2 标准曲线的制备

4.2.1 氢醌标准储备溶液：准确称取 0.1020 g 氢醌于 10 mL 容量瓶中，用 1%乙酸溶液溶解并定容至刻度。

4.2.2 氢醌一级标准溶液：准确移取氢醌标准储备溶液（4.2.1）40 μ L 于 10 mL 容量瓶中，用 1%乙酸溶液稀释并定容至刻度，配制成浓度为 40.8 mg/L 的氢醌一级标准溶液。

4.2.3 氢醌二级标准溶液：准确移取氢醌一级标准溶液（4.2.2）5 mL 于 10 mL 容量瓶中，用 1%乙酸溶液稀释并定容至刻度，配制成浓度为 20.4 mg/L 的氢醌二级标准溶液。

4.2.4 氢醌三级标准溶液：准确移取氢醌二级标准溶液（4.2.3）5 mL 于 10 mL 容量瓶中，用 1%乙酸溶液稀释并定容至刻度，配制成浓度为 10.2 mg/L 的氢醌三级标准溶液。

4.2.5 氢醌四级标准溶液：准确移取氢醌三级标准溶液（4.2.4）5 mL 于 10 mL 容量瓶中，用 1%乙酸溶液稀释并定容至刻度，配制成浓度为 5.1 mg/L 的氢醌四级标准溶液。

4.2.6 氢醌五级标准溶液：准确移取氢醌四级标准溶液（4.2.5）2 mL 于 10 mL 容量瓶中，用 1%乙酸溶液稀释并定容至刻度，配制成浓度为 1.02 mg/L 的氢醌五级标准溶液。

4.2.7 氢醌六级标准溶液：准确移取氢醌五级标准溶液（4.2.6）4 mL 于 10 mL 容量瓶中，用 1%乙酸溶液稀释并定容至刻度，配制成浓度为 0.408 mg/L 的氢醌六级标准溶液。

4.3 仪器条件

a) 色谱柱：Sunniest C18-AQ，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μ m；

b) 流动相：1%乙酸溶液；

c) 流速：1 mL/min；

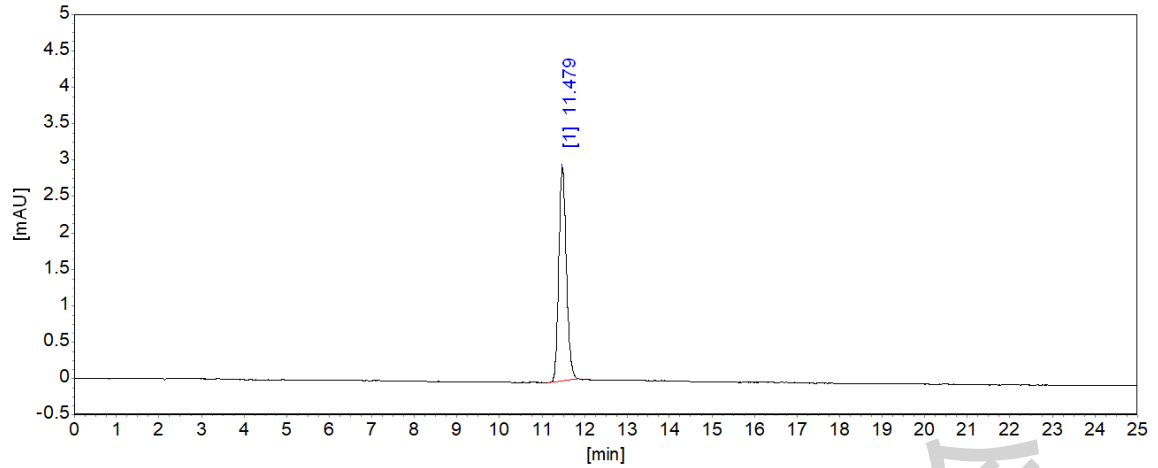
d) 检测器：UV 254nm；

e) 柱温：30 $^{\circ}$ C；

f) 进样量：10 μ L；

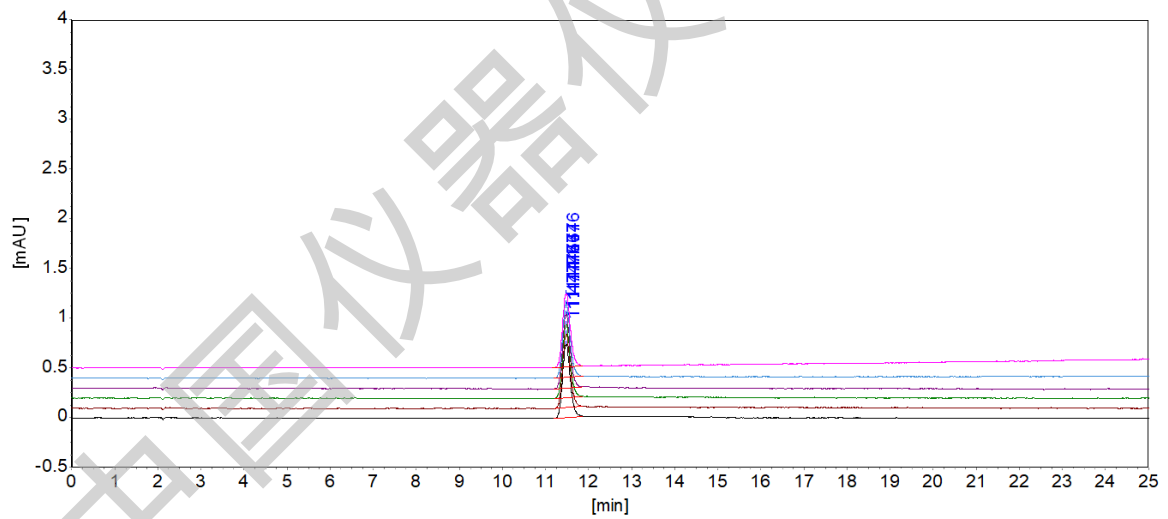
4.4 分析结果

4.4.1 氢醌标准溶液典型谱图及结果（40 mg/L）



峰序	组分名	保留时间 [min]	峰面积 [uAU*s]	峰高[uAU]	理论塔板	拖尾因子
1	氢醌	11.479	36427.2	2929.3	20108	1.161

4.4.2 氢醌标准溶液六针重复性谱图及结果 (10 mg/L)



峰序	组分名	平均时间 [min]	时间 RSD%	平均面积 [mAU*s]	面积 RSD%	平均峰高 [mAU]	峰高 RSD%
1	氢醌	11.476	0.009	9301.5	0.354	741.8	0.336

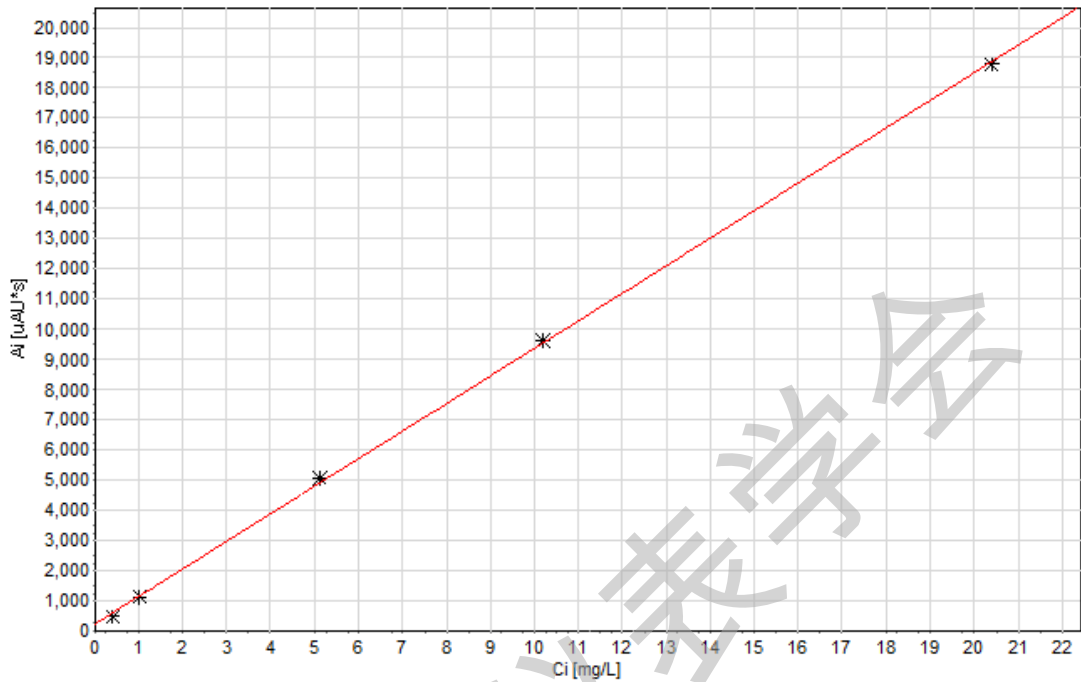
4.4.3 标准曲线

标准曲线的绘制: 分别进样浓度为 0.408 mg/L、1.02 mg/L、5.1 mg/L、10.2 mg/L、20.4 mg/L、40.8 mg/L 的混合标准系列工作溶液的标准系列各 10 μ L, 进行 HPLC 分析。然后以峰面积为纵

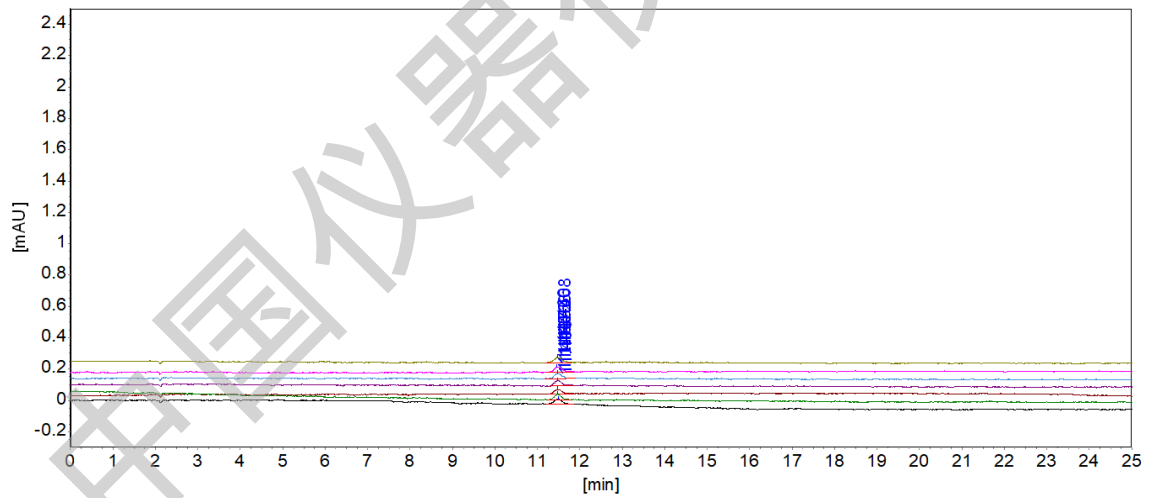
坐标，以目标物的含量为横坐标，绘制标准曲线。

组分[氢醌]: 曲线方程: $C_i = -0.266452 + 0.00109514 \cdot A_i$

校正因子: $f_0 = -0.266452, f_1 = 0.00109514$ 相关系数: $r^2 = 0.99973$



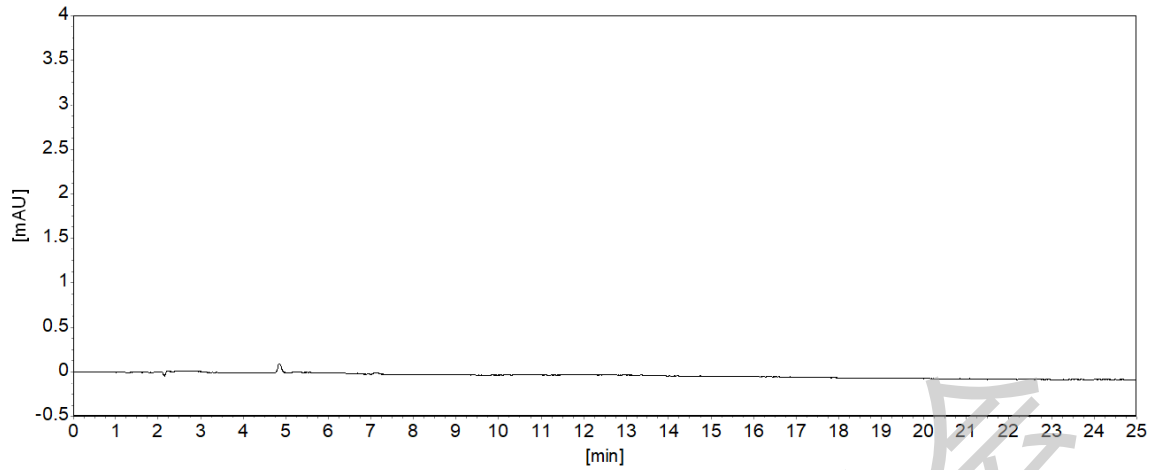
4.4.4 检出限



平行测定	检出限/ μg/mL	标准要求 检出限/ μg/mL	定量限/ μg/mL	标准要求 定量限/ μg/mL	最低检出 浓度/ mg/m ³	标准要求最低 检出浓度/ mg/m ³	最低定 量浓度/ mg/m ³	标准要求最低 定量浓度/ mg/m ³
氢醌	0.0132	0.09	0.0528	0.3	0.00055	0.006	0.0022	0.02

注: 检出限按三倍噪音值计算; 最低检出浓度以采集 120 L 空气样品, 定容体积 5 mL 计。

4.4.5 样品典型谱图



4.4.6 高、中、低浓度洗脱效率汇总表

组分名	样品中平均含量 (μg/mL)	加标浓度 (μg/mL)	测量值 (μg/mL)	洗脱效率 (%)	洗脱效率范围 (%)
氢醌	未检出	2	1.9986	99.93	99.48~103.63
			2.0726	103.63	
			1.9897	99.48	
		10	9.9372	99.37	99.37~103.44
			10.3274	103.27	
			10.3437	103.44	
		30	30.2029	100.68	100.43~100.68
			30.1515	100.50	
			30.1291	100.43	

5 实验结果

方法验证结论：氢醌的精密度、线性相关系数、检出限及回收率汇总如下：

方法评价						
组分名	保留时间/min	检出限 $\mu\text{g/mL}$	定量限 $\mu\text{g/mL}$	峰面积 RSD%	线性相关系数	洗脱效率%
氢醌	11.479	0.013	0.053	0.35	0.999	99.37~103.63

由以上实验结果可知，采用福立 LC5090 测定工作场所空气中的氢醌，方法稳定可靠，目标物线性范围良好，灵敏度较高，有很好的重现性，能够对样品进行准确定性定量。

中国仪器仪表教学网