

离子色谱法测定工业废气中乙醛

徐 兰

(江苏康达检测技术有限公司, 江苏 苏州 215001)

摘 要:建立了用离子色谱法测定工业废气中乙醛的方法。废气中乙醛采用活性炭吸附,过氧化氢氧化成乙酸,微波提取,阴离子分离柱分离后经 $0.45\ \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤后直接进样分析,时间定性,峰高定量,其乙醛加标回收率为94.5%~104%,当采样体积为60 L的条件下,乙醛最低检出质量浓度为 $0.0007\ \text{mg}/\text{m}^3$ 。

关键词:工业废气;乙醛;乙酸;离子色谱法

中图分类号:X703 文献标识码:A

Determination of Acetaldehyde in Industrial Waste Gas by Using Ion Chromatography

XU Lan

(Jiangsu Kangda Detection Technology Co., Ltd. Suzhou, Jiangsu 215001, China)

Abstract: A method for the determination of acetaldehyde in industrial waste gas by using ion chromatography was established in this paper. Acetaldehyde in the exhaust gas was adsorbed by activate carbon, acetic acid was oxidated by hydrogen peroxide, extraction using microwave, and separation by anion separation column later, after $0.45\ \mu\text{m}$ microporous membrane filtration to do direct injection analysis, qualitative and quantitative time with peak height, the acetaldehyde recovery rates were 94.5% ~ 104% when the sampling volume was 60L, the minimum detectable concentration of $0.0007\ \text{mg}/\text{m}^3$ of acetaldehyde.

Key words: industrial waste gas; acetaldehyde; acetic acid; ion chromatography

乙醛是性状为无色易流动液体,有刺激性气味,可溶于水、乙醇、乙醚、氯仿、丙酮和苯,在化工工业中主要用于制造醋酸、醋酐、合成树脂、橡胶、塑料、香料,也用于制革、制药、造纸、医药等。乙醛是有毒物质,易燃,易挥发,在生产和使用过程中不可避免的会造成对人体的损害和对环境的污染^[1-2]。目前,国内乙醛的检测方法是气相色谱法,但是在气相色谱法分析过程中,常用有机溶剂解析,从而造成环境的二次污染。文中采用活性炭吸附工业废气中乙醛,过氧化氢氧化成乙酸后进入离子色谱用阴离子分离柱分离测定,不会存在干扰问题,从而避免使用有机溶剂解吸过程,方法简单、快速^[3]。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

瑞士万通 861 型离子色谱仪, IonPac AS23 柱; 保护柱: AG23 柱; 抑制器: ASRS300-4 mm 自动再生抑制器; 流速: $1.0\ \text{mL}/\text{min}$; 进样量为 $10\ \mu\text{L}$; 淋

洗液: $4.5\ \text{mMNa}_2\text{CO}_3$ 和 $0.8\ \text{mMNaHCO}_3$ 混合溶液。

Na_2CO_3 : 基准级; NaHCO_3 : 优级纯; 过氧化氢 (30%); 乙醛、乙酸标准储备液 (均为 $100\ \text{mg}/\text{L}$): 均由国家标准物质中心购得。

青岛崂山多路气体采样器; 25 mL 具塞比色管; 玻璃砂芯漏斗; $0.5\ \mu\text{m}$ 微孔滤膜; 超声波清洗器; 活性炭吸附采样管 (内装 $100\ \text{mg}$ 活性炭)。

所用溶液均用电阻率为 $18.3\ \text{m}\Omega\cdot\text{cm}$ 超纯水配制。

1.2 方法原理

工业废气中的乙醛经活性炭采样, 采样之后将活性炭移到盛有 $0.1\% \text{H}_2\text{O}_2$ 水溶液的烧杯中, 摇动并超声处理, 乙醛氧化成乙酸。以离子色谱仪测定乙酸的峰高, 以保留时间定性, 峰高定量, 间接测

收稿日期: 2013-01-25

作者简介: 徐 兰 (1982-), 女, 江苏苏州人, 工程师, 硕士, 从事环境监测与评价工作。

定乙醛浓度。

1.3 采样方法和样品前处理

打开活性炭采样管两端封口,将一端连接在气体采样器入口处,有组织废气以0.5 L/min的流量,采样20 min,无组织废气以1.0 L/min流量,采样60 min,同时在现场作样品空白。采样后将活性炭管两端套上塑料帽,带回实验室分析。将采过样的活性炭倒入有0.1% H₂O₂水溶液的烧杯中,在超声波清洗器中提取处理20 min,放置2 h。溶液经0.5 μm微孔滤膜过滤于25 mL具塞比色管中,然后分次各用2.0 mL水洗烧杯及活性炭,洗涤液注入具塞

比色管中,并用水稀释至标线,混匀后,将溶液用0.45 μm微孔滤膜过滤后直接进样分析。

2 结果与讨论

2.1 校准曲线绘制

用移液管从100 mg/L乙酸标准储备液中移取0.00、3.00、6.00、9.00、12.0、15.0 mL用超纯水定容于100 mL容量瓶配成系列标准液。则乙酸标准使用液的浓度为0.00、3.00、6.00、9.00、12.0、15.0 mg/L。以乙酸浓度C对色谱峰高H响应值(μs)进行线性回归,得线性回归方程见表1。

表1 乙酸校准曲线

	1	2	3	4	5	6
标液 100/(mg·L ⁻¹)(ml)	0.00	3.00	6.00	9.00	12.00	15.0
乙酸/(mg·L ⁻¹)	0.00	3.00	6.00	9.00	12.00	15.0
响应值/μs	0.000	0.173	0.336	0.493	0.645	0.845
曲线方程	Y = 0.0552x + 0.001					
相关系数	R = 0.9993					

2.2 样品测定

将采样后活性炭吸收管按步骤1.3处理后,用测定校准曲线的操作条件,测定样品和空白样品解吸液,测定的样品峰面积减去空白样品的峰面积后,保留时间为定性指标,由标准曲线得出乙酸的样品浓度再换算成乙醛的浓度。

2.3 方法的检出限

以进样量10 μL,将产生3倍于噪声水平的信号所代表的待测组分最小浓度来计算检出限。离子色谱噪声大小为0.001 μS,6.0 mg/L的乙酸溶液的峰高为0.336:

$$D_i(\text{乙醛}) = 3(0.001/0.336) \times 6 \times 44.05/60.05 = 0.04 \text{ mg/L}$$

在采样体积为60 L的条件下,乙醛最低检出

质量浓度为0.0007 mg/m³。方法的检出限低于气相色谱法。

2.4 方法的精密度和准确度

取乙酸浓度为6.0 mg/L样品,用此样品进行精密度的测定,重复进样6次,测得的乙酸平均浓度分别为5.94 mg/L。乙酸保留时间、峰高、峰面积的变异系数分别为0.08%、0.36%、0.49%。由此可见该方法精密度良好,符合分析测试质量控制要求。

采用该方法测定某公司有组织废气中乙醛浓度,同时采集3组气体样品,每组双份,在各组采样管中一份直接采样,一份用微量注射器加入不同浓度的乙醛标液后采样,经1.3步骤预处理后进离子色谱分析,测定乙醛回收率为94.5%~104%(见表2)。

表2 乙醛准确度试验

样品	成份	本底值/(mg·L ⁻¹)	加入量/(mg·L ⁻¹)	测定值/(mg·L ⁻¹)	回收率/%
1	乙醛	1.34	2.00	3.23	94.5
2	乙醛	1.56	3.00	4.48	97.3
3	乙醛	1.63	4.00	5.79	104.0

3 结论

采用活性炭采集工业废气中的乙醛,用过氧化氢氧化成乙酸,离子色谱法测定其质量浓度是可行的。该方法省去了气相色谱法中有机溶剂解吸乙醛,避免了环境的二次污染。离子色谱法所得的乙酸校准曲线在很大范围内呈现线性,得到很好的精密度和准确度,方法的检出浓度大大降低,测定范围更广,适于测定无组织和有组织废气中的乙醛。

[参考文献]

- [1] 国家环保总局. 空气和废气监测分析方法指南[M]. 第三版. 北京:中国环境科学出版社,2004.
- [2] HJ/T 35-1999 固定污染源排气中乙醛的测定 气相色谱法[S].
- [3] 牟世芬,刘克纳,丁晓静. 离子色谱方法及应用[M]. 北京:化学工业出版社,2005. 1-7.