

气相色谱法测定环境空气中 2-己酮

张峰, 赵雅芳, 李冠华

(江苏康达检测技术有限公司 215001)

摘要: 建立了用活性炭管吸附, 乙醇解吸, 毛细管色谱柱分离, 氢火焰离子化检测器检测, 气相色谱法测定环境空气中 2-己酮的方法。在采样体积为 30L 的条件下, 该方法 2-己酮最低检出质量浓度为 $0.008\text{mg}/\text{m}^3$, 加标回收率为 94.1%~103.7%。本方法前处理简便, 分离度好, 分析灵敏度高, 满足环境分析要求。

关键词: 气相色谱法; 环境空气; 乙醇; 2-己酮

Determination of cyclohexanone in industrial waste gas by gas chromatography

Zhang Feng, Zhao Yafang, Li Guanhua

(Jiangsu Kangda detection technology Limited 215001)

Abstract: Established by activated carbon adsorption, ethanol desorption tube, capillary chromatographic column separation, hydrogen flame ionization detector, Method for determination of 2- already ketone in ambient air by gas chromatography. In the sampling volume under the condition of 30L, the method of 2- by the minimum detectable concentration of $0.008\text{mg}/\text{m}^3$, the recovery is 94.1%~ 103.7%. This method is simple, good separating degree, high analysis sensitivity, meet the demands of environmental analysis.

Keywords: gas chromatography; air; ethanol; 2- already ketone

2-己酮又叫甲基丁基甲酮, 有丙酮的气味无色液体, 是一种化工生产过程的优良溶剂, 具有一定毒性, 对皮肤和粘膜刺激和麻醉作用。2-己酮微溶于水, 可混溶于乙醇、甲醇、苯等有机试剂, 其蒸气比空气重, 能在较低处扩散到相当远的地方, 遇火源引着回燃, 会造成对环境的污染。我国已制定了工作场所空气中的 2-己酮职业接触限值, 环己酮时间加权平均容许浓度为 $20\text{mg}/\text{m}^3$, 我国还没有制定环境空气中 2-己酮标准测试方法。本文通过实验, 采用活性炭管富集气样, 乙醇解吸后毛细管柱分离, 气相色谱测定环境空气中 2-己酮, 该法操作简单方便, 分离效果好, 线性范围比较宽, 灵敏度高, 测定结果准确。

1 试验

1.1 试验仪器和试剂

Agilent 7890A 型气相色谱仪, 具火焰离子化检测器; 乙醇和 2-己酮均为色谱纯; 2mL 样品瓶; 10mL 溶剂解吸瓶; 活性炭采样管, 内装 100mg 活性炭; TH-150C 智能中流量采样器; 安捷伦微量注射器 $10\mu\text{L}$ 、 $25\mu\text{L}$; $1000\mu\text{L}$

移液器。

1.2 样品采集和前处理

环境空气样品中的有机污染物的浓度一般较低，常用活性炭吸附采样管进行富集浓缩。在采样现场，打开活性炭采样管两端，与空气采样进气口垂直向上连接，以 0.5L/min 流量采集 60min，采样完毕后将活性炭管两端套上塑料帽，置于清洁容器内保存，同时做好采样流量、时间、大气压和温度等相关参数记录，同时做样品空白对照实验^[1]。将上述采过样的活性炭倒入 10mL 具塞比色管中，加 1mL 二硫化碳，塞紧管塞，放置 30min(或稍长)并不时振摇，在与校准曲线相同条件下进样分离测定。

1.3 色谱仪器分析条件

HP-NNOWAX 弹性石英毛细管色谱柱 (30m×0.53mm×1μm)；进样口温度 220℃；柱温 135℃；检测器温度 250℃；氢气流量 40mL/min，空气流量 300mL/min；载气为高纯氮，柱流量 5.0mL/min；分流比 10:1；进样量为 1μL。

1.4 标准储备液的配制

向 2mL 样品瓶中准确移取 1mL 乙醇，用 10μL 微量注射器移去 2μL，再分别补充加入 2μL 色谱纯 2-己酮后混匀，配制标准储备液，2-己酮浓度为 1620mg/L。

2. 结果与讨论

2.1 标准曲线的配制

用 1000μL 移液器移取 1000μL 乙醇到 2mL 样品瓶中，用 25μL 微量注射器分别移去 2、5、10、15、25μL，再补充加入相同量的 2-己酮标准储备液，2-己酮浓度为 3.24、8.10、16.2、24.3、40.5mg/L。以 2-己酮保留时间定性，浓度为横坐标，峰面积为纵坐标进行线性回归，实验测得 2-己酮回归方程 $Y=3.629X+0.825$ ，相关系数 $r=0.9994$ 。

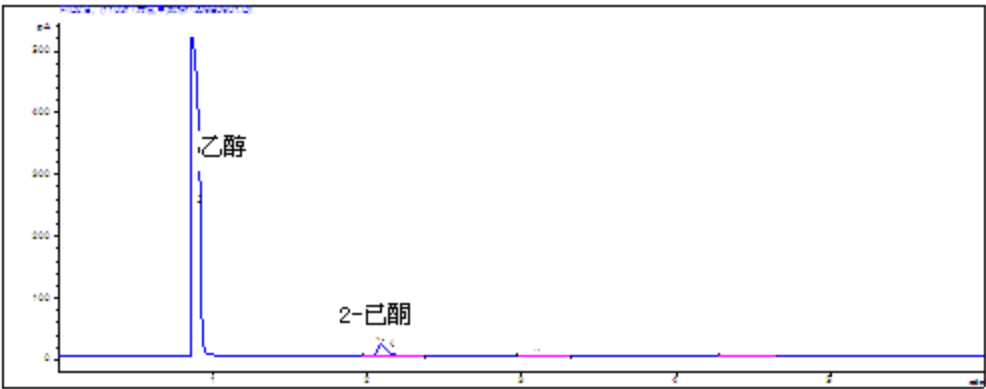
2.2 方法检出限

用该方法对 3.24 mg/L 2-己酮标准溶液做 7 次平行测定，计算 2-己酮测定结果的标准偏差 S 分别为 0.0764μg/L，检出限 $MDL=S \cdot t_{(n-1, 0.99)}$ ，式中 $t_{(n-1, 0.99)}$ 为置信度 99%、自由度为 $n-1$ 时的 t 值 ($t_{(6, 0.99)}=3.143$)， S 表示 n 次平行测定的标准偏差^[2]。结果表明，2-己酮的检出限为 0.24 mg/L，以采样体积 30L 计，本方法

的最低检出浓度为 0.008mg/m³。

2.3 色谱柱的选择

根据 2-己酮的理化性质，比较了 HP-5 型、DB-200 型、DB-624 型以及 HP-NNOWAX 型毛细管柱对 2-己酮的测定结果，结果表明 HP-NNOWAX 型色谱柱能很好地将环己酮分离，见图 1。



1. 乙醇，2. 2-己酮

图 1：色谱分离图

2.4 方法精密度

配制 2-己酮质量浓度为 4.86mg/l 标准溶液（配制方法与校准一致），用此样品进行精密度的测定，重复进样 7 次，结果见表 2。由此可见该方法测定结果重现性比较好，符合分析测试质量控制要求。

表 1：精密度试验

项目	2-己酮
测定值	4.64、4.53、4.71、4.68、4.58、4.67、4.60
平均值	4.63
RSD	1.37%

2.5 准确度实验

对某化工企业附近环境空气进行采样，同时采集 4 组气体样品，每组双份，在各组采样管中一组直接采样，一组用微量注射器加入 2、3、4、5 μL 标准储备液后采样，用 1ml 乙醇浸泡 30min。该方法已应用于环境评价中 2-己酮的分析，对某工厂附近环境空气用活性炭采样测定分析，空气中未检出了 2-己酮，测定 2-己酮加标回收率为 94.1%~103.7%。

表 2：实际样品试验

样品	成份	本底值（mg/L）	加入量（mg/L）	测定值（mg/L）	回收率（%）
----	----	-----------	-----------	-----------	--------

1	2-己酮	0.00	3.24	3.05	94.1
2		0.00	4.86	5.04	103.7
3		0.00	6.48	6.29	97.1
4		0.00	8.10	8.27	102.1

3. 结论

应用活性炭采集环境空气中的 2-己酮，乙醇解吸，经毛细管色谱柱分离后，用氢火焰离子化检测器检测，采用保留时间定性，色谱峰面积外标曲线法定量。该方法操作简单方便，且回收率高，精密度好，检出限低，经实际操作证明，能满足对环境空气和工业废气中的乙醇的监测要求。

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]. 第四版. 北京: 中国环境科学出版社. 2004.

[2]中华人民共和国环境保护部. HJ168-2010 环境监测分析方法标准制修订技术导则[S].

张峰，1973年4月，男，江苏泰兴，汉，江苏康达检测技术有限公司，硕士，高级工程师

，从事实验室管理及分析，联系方式：18951162777，联系地址：江苏省苏州市姑苏区盘胥路 859 号 69 创意园 A1 楼康达检测技术有限公司。