

监测与分析

气相色谱法测定空气和工业废气中甲基丙烯酸甲酯

李冠华

(江苏康达检测技术有限公司, 江苏 215001)

摘要: 建立了用气相色谱法测定空气和工业废气中甲基丙烯酸甲酯的方法。大气中甲基丙烯酸甲酯活性炭吸附, 二硫化碳解吸, DB-200 毛细管柱分离, 直接进样分析, FID 检测器检测。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: 甲基丙烯酸甲酯; 空气和工业废气; 气相色谱法

中图分类号: X830.2

文献标识码: A

文章编号: 1007-0370(2013)03-0135-02

Gas chromatographic method for the determination
of air and waste gas of methyl methacrylate

Li Guanhua

(Jiangsu Kangda detection technology Limited, Jiangsu 215001)

Abstract: The establishment of a gas chromatographic method for determination of air and industrial waste gas in process of methyl methacrylate. Methyl methacrylate in air by adsorption on activated carbon, carbon disulfide desorption, DB-200 capillary column separation, sample analysis, FID detector. This method is easy pretreatment, separation of good, high analysis sensitivity, meet the demands of environmental analysis.

Key words: Methyl Methacrylate; Air and Industrial Waste Gas; Gas Chromatography

甲基丙烯酸甲酯, 无色液体, 易挥发, 易燃, 能溶于氯仿、乙醇、丙酮、二硫化碳和乙醚等多种有机溶剂, 主要用于制造其他树脂、塑料、涂料、粘合剂、润滑剂、印染助剂和绝缘灌注材料。由于甲基丙烯酸甲酯挥发性强, 在生产和使用的过程中, 容易弥撒在空气中, 长时间接触对人体有麻醉作用, 中毒主要表现为乏力、恶心、反复呕吐、头痛、头晕、胸闷、伴有短暂的意识消失。目前国内还没有对空气中甲基丙烯酸甲酯的标准测定方法, 本文通过实验, 建立了活性炭吸附, 二硫化碳解吸, 毛细管柱气相色谱测定空气和工业废气中的甲基丙烯酸甲酯的方法。活性炭吸附采集大气中的有机污染物技术成熟, 操作方便, 适用范围较

广, 对仪器设备要求较低。此法采样简单方便, 分析快速, 准确度、灵敏度高, 适合对环境空气和工业废气中甲基丙烯酸甲酯的监测。

1 试验部分

1.1 仪器和试剂

气相色谱仪, Agilent6890N, FID 检测器, 美国 Agilent 仪器公司; 2ml 安捷伦螺纹口样品瓶; 10ml 溶剂瓶; 活性炭吸附采样管; 青岛崂山多路气体采样器; 二硫化碳和甲基丙烯酸甲酯(均为色谱纯); 安捷伦微量注射器 10 μ l、25 μ l; 1000 μ l 移液器。

1.2 色谱条件

DB-200 毛细管色谱柱 (30m \times 0.53mm \times 1 μ m);

柱温:80℃;汽化室温度:200℃;检测器温度:250℃;空气流量:400ml/min;氢气流量 60ml/min;载气为高纯氮气流量:4.0 ml/min 分流进样,分流比为 20:1,进样量为 1μl。

1.3 样品采集和前处理

甲基丙烯酸甲酯用活性炭吸附采样管进行富集浓缩,按文献^[1]进行环境空气样品的采集。用活性炭管采集空气样品,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 并不时振摇,在与校准曲线相同条件下进样分离测定。

2 结果与讨论

2.1 校准曲线配制和样品测定

用 1000μl 移液器移取 1000μl 二硫化碳到螺纹口样品瓶中,用 10μl 微量注射器移去 2μl,再补充加入 2μl 甲基丙烯酸甲酯,配制成标准贮备液,浓度为 1888mg/L。用 1000μl 移液器移取 1000μl 二硫化碳到螺纹口样品瓶中,用 25μl 微量注射器分别移去 1μl、3μl、5μl、10μl、15μl,再补充加入相同量的甲基丙烯酸甲酯标准贮备液,以甲基丙烯酸甲酯保留时间定性,色谱峰面积外标曲线法定量进行线性回归,实验测得甲基丙烯酸甲酯标准曲线在 1.89 ~ 28.3mg/L 之间呈直线,相关系数 $r=0.99968$,回归方程 $Y=0.884X+0.451$ 。

用测定校准曲线的操作条件,测定样品和空白样品按照的解吸液,测定的样品的峰面积减去空白样品的峰面积后,由标准曲线得出甲基丙烯酸甲酯的样品浓度,保留时间为定性指标。

2.2 检出限的测定

甲基丙烯酸甲酯标准系列稀释后经气相色谱分析,以仪器恰好能产生与噪声相区别的响应信号时,以 3 倍信噪比计,计算甲基丙烯酸甲酯的检出限为 0.03mg/l,在采样体积为 10L 的条件下,甲基丙烯酸甲酯最低检出质量浓度为 0.003mg/m³。

2.3 精密度和准确度

配制甲基丙烯酸甲酯质量浓度为 5.67mg/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 6 次,结果见表 1。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 甲基丙烯酸甲酯精密度试验

项目	甲基丙烯酸甲酯
测定值	5.67、5.58、5.60、5.65、5.67、5.63
平均值	5.63
RSD	3.72%

在某企业工作车间内同时采集 3 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不同浓度的标准后采样,用 1ml 二硫化碳浸泡 30min,测定甲基丙烯酸甲酯回收率为 94.2%~102.0% (见表 2)。

表 2 准确度试验

样品	成份	本底值 (mg/L)	加入量 (mg/L)	测定值 (mg/L)
1	甲基丙烯酸甲酯	0.26	1.89	2.04
2	甲基丙烯酸甲酯	0.31	5.67	5.72
3	甲基丙烯酸甲酯	0.34	9.45	9.98

3 结论

应用活性炭采集空气和工业废气中的甲基丙烯酸甲酯,用二硫化碳解吸,气相色谱法测定。采用保留时间定性,色谱峰面积外标曲线法定量。结果表明该方法线性关系良好,且回收率高,精密度好,检出限低。经实际操作证明,该法操作简便、分析速度快,仪器设备要求较低,能满足对空气和废气中甲基丙烯酸甲酯的监测要求。

参考文献

- [1] 石涛. 甲基丙烯酸甲酯的毒性、毒理和卫生标准[J]. 卫生毒理学杂志, 1989, 2: 98-101.
- [2] 金党琴. 气相色谱法应急监测空气中甲基丙烯酸甲酯[J]. 分析仪器, 2009, 6: 18-20.
- [3] 国家环保总局. 空气和废气监测分析方法(第四版). 北京: 中国环境科学出版社, 2004.

收稿日期: 2012-12-19

作者简介: 李冠华(1982.8-), 男, 河北省承德人, 承德检测技术有限公司, 硕士, 从事工作: 环境样品中有机物的理化及气相色谱分析。