

离子色谱法测定工业废气中的甲酸、乙酸和丙酸

吴红星

(江苏康达检测技术有限公司, 江苏 215001)

摘要:建立了用离子色谱法测定工业废气中甲酸、乙酸和丙酸的新方法,常规无机阴离子对本方法的测定没有干扰。本方法分析速度快,所需样品量少,且无需要复杂的前处理,简便、灵敏、可靠。

关键词:离子色谱法;工业废气;甲酸、乙酸和丙酸

中图分类号:X830.2

文献标识码:A

文章编号 1007-0370(2013)09-0136-02

Industrial waste gas by ion chromatography determination of formic acid, acetic acid and propionic acid

Wu Hongxing

(Jiangsu Kangda detection technology Limited, Jiangsu 215001)

Abstract: Established by ion chromatography determination of formic acid, acetic acid and propionic acid in industrial waste gas, a method for the determination of inorganic anions, the conventional method without interference. This method is fast, small quantity of sample, and no need of complicated pretreatment, simple, sensitive, reliable.

Key words: Ion chromatography; Industrial waste; Formic acid; Acetic acid and propionic acid

甲酸、乙酸和丙酸都是简单的有机酸,是重要的精细化工中间体,在化工工业上得到广泛的应用。有机酸的测定方法一般采用气相色谱法或液相色谱法^[2],但需要萃取、提纯、酯化等复杂的前处理,分析过程大量使用有机试剂易造成实验室空气污染,而且有机酸不能同时测定。离子色谱法测定简单的有机酸如甲酸、乙酸和丙酸等具有操作简单、准确可靠、灵敏度高等优点^[3]。本文对离子色谱法测定甲酸、乙酸和丙酸进行研究,获得满意结果。

1 实验部分

1.1 仪器及试剂

美国戴安公司 ICS-100 型离子色谱仪,附带电导检测器;IonPac AS23 阴离子分离柱;ASRS300-4 自动再生抑制器;AG23 保护柱;艾科浦纯化水机。

Na₂CO₃:基准级;NaHCO₃:优级纯;甲酸、乙酸和丙酸标准储备液(均为 100mg/L):均由国家标准物质中心购得。

所用溶液均用电阻率为 18.3mΩ·cm 超纯水配制,样品、吸收液均用 0.45μm 微孔滤膜过滤

1.2 色谱条件

ASRS300-4 阴离子自动再生抑制器;抑制电压 25MA;淋洗液:4.5mM 的 Na₂CO₃ 和 0.8mM 的 NaHCO₃ 混合溶液;流速:1.0mL/min;进样量为 25μL。

1.3 采样方法

甲酸、乙酸和丙酸均为有机酸,与水混溶,呈酸性。根据这三种酸的理化特性,废气采样时选用两支棕色装有淋洗液为吸收液的气泡吸收管,有废气以 0.5L/min 流量,采样 40min,无组织废气以 0.1L/min 流量,采样 60min^[1]。选用淋洗液为吸收液有利于有机酸的吸收,同时对测定无干扰。

有组织废气中待测组分浓度较高时,必须稀释后测定。实验中采用加入淋洗液储备液,使样品稀释后碳酸钠和碳酸氢钠溶液浓度与淋洗液浓度保持一致。

2 结果与讨论

2.1 校准曲线绘制

用移液管从 100mg/L 甲酸、乙酸和丙酸标准溶液中移取 0.00, 4.00, 8.00, 10.0, 15.0, 20.0ml 用水定容于 100mL 容量瓶配成系列标准液。甲酸、乙酸和丙酸标准使用液的浓度为 0.00, 4.00, 8.00, 10.0, 15.0, 20.0mg/L。

15.0, 20.0 mg/L。以甲酸、乙酸和丙酸浓度对色谱峰高响应值(μs)进行线性回归, 绘制校准曲线。甲酸回归方程为 $Y = 0.0738x + 0.01$, 相关系数 $r = 0.9995$; 乙酸回归方程为 $Y = 0.0523x + 0.02$, $r = 0.9994$; 丙酸回归方程为 $Y = 0.0560x + 0.09$, $r = 0.9993$ 。

2.2 方法的检出限

以进样量 $25\mu\text{L}$, 将产生 3 倍于噪声水平的信号所代表的等测组分最小浓度来计算检出限。离子色谱噪声大小为 $0.001\mu\text{S}$, 4.0 mg/L 的甲酸、乙酸和丙酸溶液的峰高分别为 0.610、0.473 和 0.281, 计算最低浓度分别为 0.02、0.03 和 0.04 mg/L 。

当采样体积为 20 L 时, 工业废气中甲酸、乙酸和丙酸相应浓度为 0.02 mg/m^3 、 0.02 mg/m^3 和 0.02 mg/

m^3 。

2.3 方法的精密度

用含甲酸根离子、乙酸根离子和丙酸根离子均为 4.0 mg/L 的样品做 13 次平行试验, 相对标准偏差(RSD)分别为甲酸 2.3%、乙酸 4.6%、丙酸 4.2%, 由此可见该方法精密度良好, 符合分析测试质量控制要求。

2.4 方法的回收率

用本方法测定某公司无组织废气中甲酸、乙酸和丙酸浓度, 在测定样品同时, 取 $100\mu\text{L}$ 、 $200\mu\text{L}$ 甲酸、乙酸和丙酸中间液加到有 9.9 mL 、 9.8 mL 吸收液的气泡吸收管中进行采样, 测定计算其加标回收率, 结果见下表 1。

表 1 回收率实验结果

样品	成分	本底值 (mg/L)	加标值 (mg/L)	测定值 (mg/L)	回收率 (%)
1	甲酸	0.14	1.00	1.07	93.0
	乙酸	0.28	1.00	1.23	95.0
	丙酸	0.09	1.00	1.04	95.0
2	甲酸	0.17	2.00	2.24	103.5
	乙酸	0.30	2.00	2.40	105.0
	丙酸	0.18	2.00	2.27	104.5

由表 1 可见, 2 组样品溶液测定的结果重现性较好, 甲酸加标回收率为 93.0% ~ 103.5%; 乙酸加标回收率为 95.0% ~ 105.0%; 丙酸加标回收率为 95.0% ~ 104.5%, 实测结果进一步表明, 本方法是一种监测废气中甲酸、乙酸和丙酸较为理想的方法。

3 结论

离子色谱法同时直接测定工业废气中的甲酸、乙酸和丙酸, 利用 IonPac AS23 阴离子分离柱分离, 甲酸根、乙酸根、丙酸根和其他阴离子得到了较好的分离, 有较好的线性关系、精密度和准确度, 且不会受到干扰。与气相色谱法相比, 减少了有机试剂的使用, 提高了工作效率。该分析方法采样效率高、简便、灵敏、

检出限低, 结果令人满意, 可用于工业废气和环境空气中甲酸、乙酸和丙酸同时监测。

参考文献

- [1] 国家环境保护总局. 空气和废气监测分析方法(第 4 版)[M]. 北京: 中国环境科学出版社, 2002. 50-51.
- [2] 张健, 赵淑岚. 工作场所空气中乙酸的毛细管气相色谱测定法[J]. 环境与健康杂志, 2010, 27(11): 1015-1016.
- [3] 张银平, 王海燕等. 离子色谱法测定河流中乙酸、丙酸和丁酸含量的研究[J]. 中国环境监测: 2011, 27(1): 21-24.

收稿日期: 2013-6-20

作者简介: 吴红星 (1978-), 男, 汉, 本科, 工程师. 江苏省泰兴市工作单位: 江苏康达检测技术有限公司, 从事工作: 环境监测与评价。