

活性炭吸附-气相色谱法测定大气中的辛醇

徐 兰

(江苏康达检测技术有限公司, 江苏 苏州 215001)

摘要:用活性炭吸附环境空气中辛醇, 二硫化碳解吸, 用 DB-624 毛细管柱分离, 氢火焰离子化检测器检测。辛醇回收率在 93.7%~103.6%, 当采样体积为 20L 时, 辛醇最低检出质量浓度均为 0.005mg/m³。本方法前处理简便, 分离度好, 干扰少, 分析灵敏度高, 有机试剂使用量少, 满足环境分析要求。

关键词:辛醇; 大气; 活性炭吸附; 气相色谱法; 测定

中图分类号: X83 **文献标识码:** A **文章编号:** 1673-9655 (2013) 03-0111-02

辛醇是无色有特殊臭味的可燃性液体, 沸点 183.5℃, 不溶于水, 可与多数有机溶剂互溶。辛醇主要用于制邻苯二甲酸酯类及脂肪族二元酸酯类增塑剂, 分别用作塑料的主增塑剂和耐寒辅助增塑剂、消泡剂、分散剂、选矿剂和石油添加剂, 也用于印染、油漆、胶片等方面。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大气中辛醇的准确方法。该法操作简单方便, 活性炭吸附采集大气中的有机污染物技术成熟, 方法的线性范围比较宽, 最低检出浓度低, 适用于环境空气和废气监测。

1 试验

1.1 试验仪器和试剂

气相色谱仪, Agilent6890N, 具火焰离子化检测器, 美国 Agilent 仪器公司; 二硫化碳、辛醇均为色谱纯; 2ml 安捷伦螺纹口样品瓶; 10ml 溶剂解吸瓶; 活性炭吸附采样管; 安捷伦微量注射器 10μl、25μl; 1000μl 移液器。

1.2 色谱条件

DB-624 毛细管色谱柱 (30m × 0.53mm × 3μm); 载气为高纯氮 (>99.999%); 柱温: 100℃; 汽化室温度: 210℃; 检测器温度: 250℃; 空气流量: 400ml/min; 氮气流量: 60ml/min; 载气为高纯氮气, 流量: 5.0ml/min, 分流进样, 分流比为 10:1, 进样量为 1μl。

1.3 样品采集和前处理

环境空气样品中的辛醇的浓度一般较低, 常需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 (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。

2 结果与讨论

2.1 色谱柱的选择

根据辛醇的理化性质, 比较了 NNOWAX 型, HP-5 型以及 DB-624 型毛细管气相色谱柱对辛醇的测定结果, 结果表明 DB-624 型毛细管气相色谱柱能很好地将环境空气中辛醇与二硫化碳、甲醇、乙醇、丁醇及其它醇类很好地分离, 见图 1。

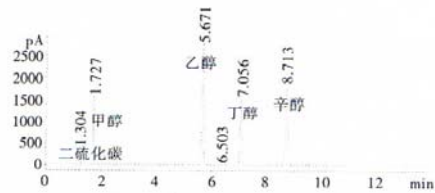


图1 辛醇的色谱分离图

2.2 校准曲线配制

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 辛醇, 配制成标准贮备液, 浓度为 1668mg/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 2、5、10、15、25μl, 再补充加入相同量的辛醇标准贮备液, 以辛醇保留时间定性, 色谱峰面积外标曲线法定量进行线性回归, 得线性回归方程为 $Y = 1.231X - 0.08$, 相关系数 $r = 0.9999$ 。

收稿日期: 2012-12-13

作者简介: 徐兰 (1982-), 女, 江苏省苏州市人, 汉, 江苏康达检测技术有限公司, 硕士, 工程师, 从事工作: 环境检测与评价。

2.3 检出限的测定

用该方法对 8.34 mg/L 辛醇标准溶液做 7 次平行测定,按 $MDL = t_{(n-1,0.99)} \times s$ 计算检出限,式中 $(n-1, 0.99)$ 为置信度 99%、自由度 $(n-1)$ 时的 t 值,当 $n=7$ 时, t 值取 3.143; s 为标准偏差^[2]。根据上式计算该方法检出限均为 0.10mg/L,在采样体积为 20L 的条件下,辛醇最低检出质量浓度为 0.005mg/m³。

2.4 精密度

分别测定线性范围内的低、中、高 3 个浓度 (3.34、16.7 和 41.7mg/L),在 3d 内进行 6 次重复测定。结果显示:浓度为 3.34 mg/L 的样品,测定值为 (3.34 ± 0.8) mg/L, RSD 为 0.54%;浓度为 16.7mg/L 的样品,测定值为 (16.7 ± 1.1) mg/L, RSD 为 0.63%;浓度为 41.7mg/L 的样品,测定值 (41.7 ± 1.5) mg/L, RSD 为 0.56%。试验结果表明,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。

2.5 准确度

采用加标回收法,在活性炭管中加入 2.0、5.0、10.0 μ l 辛醇标准贮备溶液,分别加入 1.0ml 解吸液解吸,使浓度分别为 3.34、8.34、16.7mg/L,然后测定加标样品各 3 次,计算平均回收率。辛醇的加标回收率分别为 93.7%、95.6%、103.6%。

2.6 解吸效率

取 18 支活性炭管,分成 3 组,用微量注射器分别加入 5.0、15.0、20.0 μ l 辛醇标准贮备溶液,立即将断开的活性炭管两端套上塑料帽,放置过

夜。第 2d 解吸并测定每支活性炭管辛醇的含量,同时做样品空白,计算解吸效率。结果显示:浓度值为 8.34mg/L 的样品解吸效率为 93.6%,浓度值为 25.0mg/L 的样品解吸效率为 96.8%,浓度值为 33.4mg/L 的样品解吸效率为 97.6%。因此解吸效率平均值为 96.0%。

2.7 辛醇浓度的计算方法

辛醇浓度的计算见公式: $C = c / (V_0 \times D)$

式中: C —空气中辛醇的浓度, mg/m³; c —测得解吸液中辛醇的浓度, mg/L; V_0 —标准采样体积, L; D —解吸效率, %。

2.8 现场应用

该方法已成功应用于环境评价中特征污染因子的分析,效果良好。对某工厂不同车间空气用活性炭采样测定分析,大部分车间检出了辛醇,有些车间辛醇浓度较高,测定结果与现在情况相符合。

3 结论

应用活性炭采集大气中的辛醇,用二硫化碳解吸,气相色谱法测定其质量浓度,操作简单方便,回收率高,精密度好,检出限低。大气中辛醇与二硫化碳、甲醇、乙醇、丁醇及其它醇类在该法条件下得到很好地分离。经实际操作证明,该法能满足对空气与废气中的辛醇的监测要求。

参考文献:

- [1] 国家环保总局. 空气和废气监测分析方法指南 (第四版) [M]. 北京: 中国环境科学出版社, 2004.
- [2] HJ168-2010, 环境监测分析方法标准修订技术导则 [S].

Determination of Atmospheric Octanol by Activated Carbon Adsorption - Gas Chromatographic Method

XU Lan

(Jiangsu Kangda Detection Technology Limited Company, Suzhou Jiangsu 215001 China)

Abstract: The method is established to detect the octanol in the ambient air by the hydrogen flame ionization detector. By which, the octanol is adsorbed by the activated carbon, desorbed by the carbon disulfide and separated by the DB-624 capillary column. Alcohol recovery rate is between 93.7% and 103.6%. When the sampling volume is 20L, and the minimum detectable concentration of alcohol is 0.005mg/m³. This method could meet the demands of environmental analysis, with easy pretreatment, little disturbed and good separation, high analysis sensitivity and less use of the organic reagents.

Key words: octanol; air; activated carbon; gas chromatography; determination