

气相色谱法测定环境空气中偏三甲苯

徐 兰(江苏康达检测技术有限公司 江苏 苏州 215001)

摘 要:建立了一种操作简单方便、灵敏度高、重复性好的环境空气中偏三甲苯的气相色谱测定方法。样品用活性炭吸附,二硫化碳解吸,NNOWAX毛细管柱分离,直接进样分析,氢火焰离子化检测器检测,时间定性,其偏三甲苯加标回收率为94.7% - 104.2%,。当采样体积为2L,偏三甲苯的最低检出质量浓度为0.04mg/m³。

关键词:偏三甲苯;环境空气;气相色谱法

中图分类号: X830.2

文献标识码: A

文章编号: 1674 - 263X (2013) 02 - 0092 - 02

Gas chromatographic method for the determination of environmental air in partial three toluene

XuLan (Jiangsu Kangda detection technology Limited SuZhou JiangSu 215001)

Abstract: To establish a simple and convenient operation, high sensitivity, good repeatability in ambient air, by three of toluene in the gas phase chromatography determination method. The sample is adsorbed by active carbon, carbon disulfide desorption, NNOWAX separated by capillary column, direct injection analysis, hydrogen flame ionization detector, the qualitative time, its partial three toluene and the recovery is 94.7% - 104.2%, . When the sampling volume 2L, partial three toluene minimum detectable concentration 0.04mg/m³.

Key words: Partial three toluene Ambient air Gas chromatography

偏三甲苯是无色、有独特芳香气味的液体,不溶于水,可溶于乙醇、乙醚、苯和二硫化碳等多数有机溶剂,在化工工业上作为染料、医药、特种胶粘剂和农药的中间体用途非常广泛。偏三甲苯是剧毒物质,其蒸气比空气重,易在低处聚集,在生产和使用过程中会造成对环境的污染。气相色谱法对空气中偏三甲苯的测定还没有过文献报道,也无环境空气中偏三甲苯的标准分析方法。本文通过实验,建立了活性炭吸附,二硫化碳解吸,毛细管柱气相色谱法测定环境空气中偏三甲苯的方法,该法操作简单方便,提高了解吸效率和精密度,线性范围比较宽,最低检出浓度低,适用于环境空气监测。

1 实验部分

1.1 试验仪器和试剂

6890N型气相色谱仪(安捷伦),配氢火焰离子化检测器;空气采样器,流量0 - 500ml/min;2ml安捷伦螺纹口样品瓶;10ml溶剂解吸瓶;活性炭吸附采样管,内装100mg活性炭;色谱纯二硫化

碳、偏三甲苯(5000mg/L溶于二硫化碳,上海安谱科学仪器有限公司);安捷伦微量注射器10μl、25μl;1000μl移液器。

1.2 色谱条件

色谱柱:30m × 0.53mm × 1μm NNOWAX毛细管柱;柱温:90℃;汽化室温度:190℃;检测器温度:220℃;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10:1,进样量为1.0μl。

1.3 样品采集

在现场采样点,用橡胶管将活性炭采样管与采样器连接,进行环境空气样品的采集,采样流量为100ml/min,采样时间为20min。同时将活性炭带到现场,打开不抽空气,作空白样品分析。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溶剂解吸瓶中,加1ml二硫化碳,塞紧管塞,放置30min并不时振摇,解析液供色谱测定用,在与校准曲线相同条件下进样色谱测定。

收稿日期:2013 - 03 - 05

第一作者简介:徐兰(1982 -),女,硕士,工程师,从事环境监测与评价工作。

2 结果与讨论

2.1 校准系列配制

用 1000 μ l 移液器移取 1000 μ l 二硫化碳到螺旋口样品瓶中,用 1000 μ l 移液器移去 200 μ l,再补充加入 200 μ l 偏三甲苯,配制成标准贮备液,浓度为 1000mg/L。用 1000 μ l 移液器移取 1000 μ l 二硫

化碳到螺旋口样品瓶中,用 25 μ l 微量注射器分别移去 3.0、5.0、10.0、20.0、25.0 μ l,再补充加入相同量的偏三甲苯标准贮备液,以偏三甲苯浓度对色谱峰面积进行线性回归,得线性回归方程,校准曲线方程见表 1。

表 1

偏三甲苯校准曲线

	1	2	3	4	5
标液 1000mg/L (μ l)	3	5	10	20	25
标物 mg/L	3.00	5.00	10.0	20.0	25.0
峰面积响应值	6.8206	17.0959	38.2721	82.9841	103.3103
曲线方程	$Y = 4.382X - 5.513$				
相关系数	$r = 0.9998$				

2.2 检出限的测定

当一个峰的峰高或峰面积大于基线噪声三倍时,认为该峰可以被检出,此时的偏三甲苯的量为该组分的最低检出量。在上述实验条件下,测得偏三甲苯的最低检出量为 0.08 mg/L,以采集 2L 环境空气样品计,偏三甲苯的最低检出质量浓度为 0.04mg/m³。

2.3 精密度和准确度

取 10 个空白活性炭管分成 2 组,向第一组 5 个活性炭管中依次加入 3.0 μ l 的偏三甲苯标准中间溶液,向第二组 5 个活性炭管中依次加入 5.0 μ l 的偏三甲苯标准中间溶液,最后再按 1.3 步骤进行样品处理后进入色谱柱测定,结果见表 2。

表 2

偏三甲苯精密度和回收率的测定结果

							平均值(mg/L)	RSD(%)
1	加标值(mg/L)	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	2.88	4.9
	测定值(mg/L)	2.90	2.86	2.91	2.87	2.84		
	回收率(%)	96.7	95.3	97.0	95.7	94.7		
2	加标值(mg/L)	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.16	3.5
	测定值(mg/L)	5.16	5.21	5.12	5.14	5.17		
	回收率(%)	103.2	104.2	102.4	102.8	103.4		

由表 2 可见,2 种浓度标准溶液测定的结果重现性较好,偏三甲苯相对标准偏差范围小于 4%,偏三甲苯加标回收率为 94.7% - 104.2%,因此该方法精密度和准确度均符合分析测试质量控制要求。

2.4 样品测定

该方法测定偏三甲苯已应用于环境评价中特征污染因子的分析,效果良好。对某化工企业不同车间空气用活性炭吸附,用测定校准曲线的操作条件,测定样品和空白样品的解吸液,测定的样品的峰面积减去空白样品的峰面积后,由标准曲线得出偏三甲苯的样品浓度,大部分车间检出了偏三甲苯,最高浓度为 1.37 mg/m³,因国内无标

准可查,参照美国三甲苯标准 100 mg/m³,测定结果无超标现象。

3 结论

本方法适用于环境空气和工业废气中偏三甲苯的测定,方法操作简单方便、回收率高、重复性好、检出限低。经实际操作证明,该法能满足对环境空气中偏三甲苯的监测要求。

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.