

# 气相色谱法测定大气中的乙酸甲酯

赵雅芳

(江苏康达检测技术有限公司, 江苏 苏州 215001)

**摘要:**建立了用气相色谱法测定大气中乙酸甲酯的方法。大气中乙酸甲酯活性炭吸附,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, 时间定性, 峰面积定量, 其乙酸甲酯回收率为95.2%~102.9%。该方法前处理简便, 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:**乙酸甲酯; 环境空气; 气相色谱

**中图分类号:** X831 **文献标识码:** A

## Determination of Atmospheric Methyl Acetate by Gas Chromatography

ZHAO Ya-fang

(Jiangsu Kangda Detection Technology Limited, Nanjing, Jiangsu 215001, China)

**Abstract:** A gas chromatographic method for the determination of atmospheric methyl acetate was established. Atmospheric methyl acetate was adsorbed by activated carbon, the desorption by carbon disulfide DB-200 capillary column separation, sample analysis, FID detector, time is qualitative, quantitative peak area, the methyl acetate recovery rate was 95.2%~102.9%. This method was easy pretreatment, good separation with little interference, high analysis sensitivity; organic reagents used less, it could meet the requirements of environmental analysis.

**Key words:** acetic acid methyl ester; ambient air; gas chromatography

乙酸甲酯在国际上逐渐成为一种成熟的产品,用于代替丙酮、丁酮、醋酸乙酯、环戊烷等,主要用作树脂、涂料、油墨、油漆、胶粘剂、皮革生产过程所需的有机溶剂,以及聚氨酯泡沫发泡剂、天那水等。乙酸甲酯,易燃具刺激性,其蒸气比空气重,能在较低处扩散到相当远的地方,微溶于水,可混溶于乙醇、乙醚、二硫化碳等多数有机溶剂。由于乙酸甲酯吸入、口服或经皮肤吸收对身体有害,其蒸气或雾对眼睛、粘膜和呼吸道有刺激作用,在生产和使用过程中不可避免地会造成对人体的损害和对环境的污染。目前国内还没有对空气中乙酸甲酯的标准测定方法,环境空气和废气中乙酸甲酯的测定也较少有报道。文中通过实验,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乙酸甲酯的方法。

### 1 实验部分

#### 1.1 试验仪器和试剂

气相色谱仪:安捷伦6890N, FID检测器; 30 m × 0.53 mm × 1 μm DB-200毛细管柱; 2 mL安捷

伦螺纹口样品瓶; 10 mL溶剂解吸瓶; 活性炭吸附采样管; 二硫化碳、乙酸甲酯(色谱纯); 安捷伦微量注射器 10 μL、25 μL、1 000 μL移液器; 青岛崂山多路气体采样器。

#### 1.2 色谱条件

柱温: 80℃; 汽化室温度: 200℃; 检测器温度: 240℃; 空气流量: 400 mL/min; 氢气流量 60 mL/min; 载气为高纯氮气, 流量: 4.0 mL/min, 其分流进样, 分流比为 10:1, 进样量为 1 μL。

#### 1.3 样品前处理

乙酸甲酯用活性炭吸附采样管进行富集浓缩采样。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 0.5 mL/min, 采样时间为 20 min, 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 10 mL具塞比色管中,

收稿日期: 2012-11-09

作者简介: 赵雅芳(1965—), 女, 甘肃兰州人, 本科, 主要从事职业卫生检测、评价与环境检测工作。

加 1 ml 二硫化碳, 塞紧管塞, 放置 30 min 并不时振摇, 在与校准曲线相同条件下进样分析测定<sup>[1]</sup>。

## 2 结果与讨论

### 2.1 校准曲线配制

用 1 000  $\mu\text{L}$  移液器移取 1 000  $\mu\text{L}$  二硫化碳到螺纹口样品瓶中, 用 10  $\mu\text{L}$  微量注射器移去 2  $\mu\text{L}$ , 再补充加入 2  $\mu\text{L}$  乙酸甲酯, 配制成标准贮备液, 浓

度为 1 840  $\text{mg/L}$ 。用 1 000  $\mu\text{L}$  移液器移取 1 000  $\mu\text{L}$  二硫化碳到螺纹口样品瓶中, 用 10  $\mu\text{L}$  和 25  $\mu\text{L}$  微量注射器分别移去 1.00  $\mu\text{L}$ 、5.00  $\mu\text{L}$ 、10.0  $\mu\text{L}$ 、15.0  $\mu\text{L}$ 、25.0  $\mu\text{L}$  二硫化碳, 再补充加入相同量的乙酸甲酯标准贮备液, 以乙酸甲酯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 乙酸甲酯校准曲线

	1	2	3	4	5
标液 1 840/( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ )( $\mu\text{L}$ )	1.00	5.00	10.00	15.00	25.0
标物/( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ )	1.84	9.20	18.4	27.6	46.0
峰面积响应值	0.5 257	2.2 955	5.4 436	8.0 801	13.5 912
曲线方程	$Y = 0.299X - 0.182$				
相关系数	$r = 0.9995$				

### 2.2 样品测定

用测定校准曲线的操作条件测定样品和空白样品, 测定的样品峰面积减去空白样品峰面积后, 由标准曲线得出乙酸甲酯的样品浓度, 保留时间为定性指标。

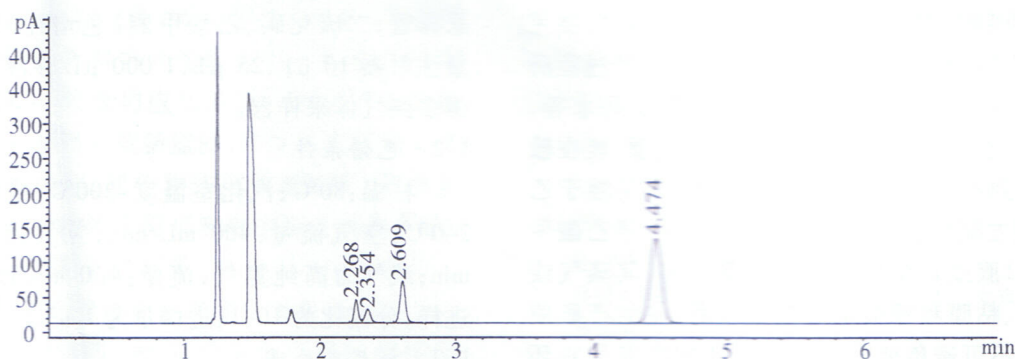
### 2.3 检出限的测定

乙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, 进入色谱柱的乙酸甲酯的检出限为 0.05  $\text{mg/L}$ , 在采样体积为 10 L 的条件下, 乙酸甲酯最低检出质量浓度为 0.005  $\text{mg/m}^3$ 。

### 2.4 干扰试验

乙酸甲酯与二硫化碳、正己烷、甲苯、甲醇、丙酮、乙酸乙酯共存时, 在上述色谱条件下进行分析, 乙酸甲酯与这些有机物质均能得到很好的分离 (见图 1)。



1. 二硫化碳, 2. 正己烷, 3. 甲苯, 4. 甲醇, 5. 丙酮, 6. 乙酸甲酯, 7. 乙酸乙酯

图 1 乙酸甲酯与共存有机物的色谱分离图

### 2.5 精密度和准确度

配制乙酸甲酯质量浓度为 9.20  $\text{mg/L}$  标准溶液 (配制方法与校准曲线一致), 用此样品进行精密度的测定, 重复进样 6 次, 结果见表 2。由表 2 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 2 乙酸甲酯精密度的试验

项目	乙酸甲酯
测定值	9.18, 9.15, 9.24, 9.17, 9.20, 9.18
平均值	9.19
RSD	3.08%

(下接第 53 页)