

# 气相色谱法测定工业废气中的四氢呋喃

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空气和工业废气中四氢呋喃的方法。四氢呋喃活性炭吸附, 二硫化碳解吸, DB-200 毛细管柱分离, 氢火焰离子化检测器检测, 时间定性, 峰面积定量, 其四氢呋喃回收率为 95.5%~103.4%, 当采样体积为 20L 时, 四氢呋喃最低检出质量浓度为 0.006mg/m<sup>3</sup>。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:**四氢呋喃; 工业废气; 气相色谱法; 活性炭

**中图分类号:** X83 **文献标识码:** A **文章编号:** 1673-9655 (2013) 03-0117-02

四氢呋喃是一类杂环有机化合物。它是最强的极性醚类之一, 在化学反应和萃取时用做一种中等极性的溶剂, 特别适用于溶解 PVC, 聚偏氯乙烯和丁苯胶, 广泛用作表面涂料、防腐涂料、印刷油墨、磁带和薄膜涂料的溶剂, 并用作反应溶剂。四氢呋喃是无色易挥发液体, 有类似乙醚的气味, 溶于水、乙醇、乙醚、丙酮、苯等多数有机溶剂<sup>[1]</sup>。四氢呋喃有毒有害, 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。四氢呋喃在生产过程中逸出以蒸汽状态存在于空气中, 长期接触会对人体健康造成不同程度的伤害。

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。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中四氢呋喃的方法。该法操作简单方便, 提高了解吸效率和精密性, 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; DB-200 毛细管色谱柱 (30m × 0.53mm × 1μm)。

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), 北京市劳保所科技发展有限公司; KB-120TSP 大气采样器, 青岛崂山电子仪器研究所。

二硫化碳、四氢呋喃 (均为色谱纯)。

安捷伦微量注射器 10μl、25μl, 1000μl 移液器。

### 1.2 色谱条件

初始温度 50℃, 保持 1min, 然后以 10℃/min 升至 100℃; 进样口温度: 200℃; 检测器温度: 250℃; 载气为高纯氮气流量: 2.0ml/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

环境空气样品中的四氢呋喃浓度一般较低, 常用活性炭吸附采样管进行富集浓缩。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 0.5ml/min, 采样时间为 40min。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<sup>[2]</sup>。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, 解析液供色谱测定用, 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

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 四氢呋喃, 配制成标准贮备液, 浓度分别为 1780mg/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 3、5、10、15、20μl, 再补充加入相同量的四氢呋喃标准贮备液, 以四氢呋喃保留时间定性, 色谱峰面积外标曲线法定量进行线性回归, 实验测得四氢呋喃标准曲线 5.34~35.6mg/L 呈直线, 相关系数  $r=0.9998$ , 回归方程  $Y=0.880X+0.901$ 。

### 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

收稿日期: 2012-11-19

作者简介: 赵雅芳 (1965-), 女, 甘肃兰州市人, 江苏康达检测技术有限公司, 本科, 从事工作: 职业卫生检测、评价与环境检测。

样品,测定样品的峰面积减去空白样品的峰面积后,由标准曲线得出四氢呋喃的样品浓度,保留时间为定性指标。

### 2.3 标准气相色谱峰

在上述色谱条件下测定 8.90mg/L 四氢呋喃标准溶液,气相色谱峰见图 1。

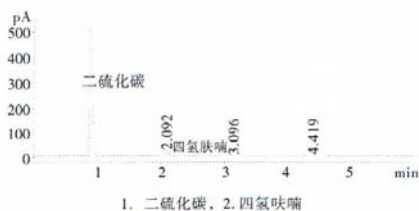


图1 四氢呋喃气相的色谱分离图

由图 1 可见,四氢呋喃和二硫化碳分离与响应良好。

表 1 四氢呋喃精密度和回收率的测定结果

		平均值/mg · L <sup>-1</sup>					RSD/%
1	加标值/mg · L <sup>-1</sup>	5.34	5.34	5.34	5.34	5.34	5.44
	测定值/mg · L <sup>-1</sup>	5.38	5.47	5.40	5.43	5.52	
	回收率/%	100.7	102.4	101.1	101.7	103.4	
2	加标值/mg · L <sup>-1</sup>	8.90	8.90	8.90	8.90	8.90	8.60
	测定值/mg · L <sup>-1</sup>	8.70	8.60	8.50	8.64	8.58	
	回收率/%	97.8	96.6	95.5	97.1	96.4	

### 3 结论

应用活性炭采集废气中的四氢呋喃,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,精密度高,检出限为 0.11mg/L,当采样体积为 20L 时,最低检出质量浓度为 0.006mg/m<sup>3</sup>。

经上述分析,该法操作简便、分析速度快、回

### 2.4 检出限的测定

用该方法对 1.78 mg/L 四氢呋喃标准溶液做 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<sup>[3]</sup>。根据上式计算该方法检出限为 0.11mg/L,在采样体积为 20L 的条件下,四氢呋喃最低检出质量浓度为 0.006mg/m<sup>3</sup>。

### 2.5 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 3μl 的四氢呋喃标准中间溶液,向第二组 5 个活性炭管中依次加入 5μl 的四氢呋喃标准中间溶液,最后再按 1.3 进行样品处理后进入色谱柱测定,结果见表 1。

由表 1 可见,两种浓度标准溶液测定的结果重现性较好,四氢呋喃相对标准偏差范围 < 8%,四氢呋喃加标回收率为 95.5% ~ 103.4%,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。

收率高、精密度高、对仪器设备要求较低,能满足工作场所空气和废气中的四氢呋喃的监测要求。

#### 参考文献:

- [1] 韩志辉,付胜,余克平. 顶空固相微萃取-气相色谱法测定水中四氢呋喃的研究 [J]. 工业水处理, 2011, 31 (1): 68-70.
- [2] 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.
- [3] HJ168-2010, 环境监测分析方法标准制修订技术导则 [S].

## Determination of Tetrahydrofuran in Industrial Exhaust Gas by Gas Chromatographic Method

ZHAO Yafang

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

**Abstract:** The method is established to detect the tetrahydrofuran (THF) in the industrial exhaust gas by the gas chromatographic method. By which, the THF is adsorbed by the activated carbon, desorbed by the carbon disulfide and separated by the DB-624 capillary column. It is detected by the hydrogen flame ionization detector. The time is qualitative and the peak area is quantified in this method. The THF recovery rate is 95.5% ~ 103.4%. When the sampling volume is 20L, the minimum detectable concentration of THF is 0.006mg/m<sup>3</sup>. This method could meet the demands of environmental analysis, with easy pretreatment, good separation, high analysis sensitivity.

**Key words:** tetrahydrofuran; industrial exhaust gas; gas chromatography; activated carbon