

气相色谱法测定环境空气和废气中乙酸

盛卫强,张再峰

(南通市环境监测中心站,江苏 南通 226006)

摘要:以蒸馏水吸收环境空气或工业废气中的乙酸,用 5% PEG 20M + 0.5% H₃PO₄ Chromosorb HP 80 目~100 目、2 m × 2 mm 玻璃填充柱分离,氢火焰离子化检测器检测,样品直接进气相色谱仪测定。方法最低检出质量浓度为 0.16 mg/m³,相对标准差为 2%~5%,加标回收率在 85%~106% 之间。方法操作简便、快速。

关键词:气相色谱法;环境空气;废气;乙酸

中图分类号:O657.71

文献标识码:B

文章编号:1006-2009(2003)01-0034-02

To Detect Acetic Acid in Ambient Air And Waste Gas With GC

SHENG Wei-qiang, ZHANG Zai-feng

(Nantong Environmental Monitoring Center, Nantong, Jiangsu 226006, China)

Abstract: To absorb acetic acid in ambient air and waste gas by distilled water, to separate by packed column of 5% PEG 20M + 0.5% H₃PO₄ Chromosorb HP 80~100 mesh, to detect by FID, and to determine by GC. The lowest detection limit was 0.16 mg/m³, relative standard deviation was 2%~5%, recovery rate of added standard was 85%~106%. This method was simple and fast.

Key words: GC; Ambient air; Waste gas; Acetic acid

乙酸在水中的溶解度不仅很大,而且溶解速度快,以蒸馏水吸收采集气体中的乙酸比较理想。测定乙酸常用气相色谱法,今采用直接进水样测定,避免了使用高纯甲酸这一解析过程,方法更为简便、快速。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

Varian 3700 气相色谱仪,带 FID 检测器;HP 3390 积分仪;KB-6A 大气采样器;U 型多孔玻板吸收管;冰乙酸。

1.2 色谱分析条件

填充柱:5% PEG 20M + 0.5% H₃PO₄ Chromosorb HP 80 目~100 目,2 m × 2 mm 玻璃柱;载气 N₂ 30 mL/min;H₂ 30 mL/min;Air 300 mL/min;柱温 93;进样器温度 140;检测器温度 160;进样量 1 μL。

1.3 采样

将装有 5 mL 蒸馏水的 U 型多孔玻板吸收管

(简称吸收管)以 1 L/min 的流量采集空气 60 L 或废气样品。在实验室用洗耳球将吸收管中的吸收液吹入 5 mL 刻度浓缩管中,用 0.6 mL~1 mL 蒸馏水清洗吸收管,并入浓缩管,定容至 5 mL,取 1 μL 测定。

夏季户外采样,需将吸收管放入盛有冰块的烧杯中降温,以保持较高的采样效率。

在车间内或废气排放口等乙酸浓度较高的地点采样,可使用装有甲基橙指示剂的参比吸收管与样品吸收管同时采样,以控制采样时间。

2 结果与讨论

2.1 方法检测限

按 5 倍基线噪声计,其最小检出量为 2 ng(进样 1 μL),当采样体积为 60 L 时,方法检测限质量浓度为 0.16 mg/m³,测定上限约为 320 mg/m³。

收稿日期:2002-04-23;修订日期:2003-01-10

作者简介:盛卫强(1962—),男,江苏南通人,工程师,学士,从事仪器分析工作。

2.2 精密度和加标回收率

在扩散管中加入乙酸模拟含乙酸的空气和废气,在方法线性范围内,取两只吸收管(分别装入蒸馏水和乙酸加标样品),经三通管与扩散管相连,对模拟气进行采样后分别测定(n=6),结果见表 1。

表 1 精密度和加标回收率(n=6)

样品	平均值 / (mg L ⁻¹)	相对标准差 / %	加标回收率 / %
1#	0.014	5	85 ~ 101
2#	0.143	2	87 ~ 99
3#	1.412	4	88 ~ 106

2.3 采样效率

取两只吸收管,其中 1 只吸收管前端连接一扩散管,同时采样,用微量注射器在扩散管的前端缓慢加入一定量的乙酸标准溶液,采样结束后分别测定。采样效率为两只吸收管中乙酸含量的差值除

以加入的乙酸量。

采样时,有小部分乙酸随水蒸气流失。环境温度越高,采样时间越长,则乙酸的流失量越大,采样效率越低。在 22 环境温度下采样 60 min,其采样效率变化范围在 92.5% ~ 97.7% 之间。

采用含甲基橙指示剂的参比吸收管可有效控制采集高浓度乙酸的采样时间,避免采样的盲目性。甲基橙指示剂完全变色时吸收液中乙酸的质量浓度约为 0.03 mg/mL。

2.4 实例

对某醋酸纤维有限公司的环境空气及其废气进行了乙酸监测,其周围 4 个环境空气测点均未检出;醋片车间面源 4 个测点某日上、下午各测两次,其均值:1# 点 0.36 mg/m³,2# 点 1.04 mg/m³,3# 点 0.45 mg/m³,4# 点 0.44 mg/m³;醋片车间 6 个排气筒废气中乙酸值为 1.33 mg/m³ ~ 23.0 mg/m³,平均值 7.12 mg/m³。

(上接第 31 页)

2 mg/L 扩展到 0 mg/L ~ 20 mg/L 或 0 mg/L ~ 50 mg/L。

(3)方法最低检出限为 0.1 mg/L。按照《地表水环境质量标准》(GB 3838 - 2002) 类水NH₃-N 限值为 0.15 mg/L,故基本能满足 类水的测定要求,完全能满足 类~ 类水的要求。

研制的仪器样机,在试用中表现出以下特点:

(1)由于采取吹脱法分离,仪器抗干扰能力强。黄河边国家水质自动监测站试用的一台样机,连续运转了一个半月没有出现故障;停机 7 d 后再次使用,仍正常运行。济南市水质净化一厂试用的另一台样机,对含氨氮 20 mg/L 以上的污水作长期连续监测,结果也很理想。

(2)操作简便,结果可靠。一个半月,仅用氨氮标准溶液做了 1 次标定。经 6 次加标回收试验,测得平均回收率为 95.0%,回收范围为 87.2% ~ 106.5%,回收率的相对标准差为 8.1%。

以该方法为基础设计的仪器,已于 2002 年 9 月 20 日,在济南通过了由国家环保总局组织的鉴定。专家一致认为:“首次将吹脱-电导法应用于氨氮的在线自动监测,设计思想创新性强,研制的仪器具有简便、抗干扰、准确、省时等特点。”提供的仪器样机,设计合理、操作简便,测定结果不受浊度和色度等干扰,在黄河及城市污水处理场试用表明,该仪器可用于地表水和污水中氨氮浓度的在线自动监测。整机性能指标达到国内领先水平。”

· 简讯 ·

“河北省污染源在线计算机监控网络系统”通过鉴定

2002 年 12 月 21 日,由河北省环境监测中心站承担的“河北省污染源在线计算机监控网络系统”通过了河北省环保局组织的专家鉴定。该项目应用 SMS 无线传输技术、VSAT 卫星通信网络、网络数据库、WEBGIS 等通信及计算机技术,实现了应用 WEBGIS 作为污染源在线监控数据的发布平台,在省一级的环保网络构架下统一了污染源在线设备的串口输出协议。

摘自中国环境监测总站《环境监测信息简报》2002 年第 12 期