

• 监测技术 •

环境空气中丙烯酸乙酯的气相色谱法测定

唐访良, 朱文, 刘奕梅

(杭州市环境监测中心站, 浙江 杭州 310007)

摘要:建立了环境空气中丙烯酸乙酯的 Tenax GC 吸附-热解吸气相色谱测定方法。方法回收率为 87.3%~107.1%, 变异系数为 5.3%~7.2%。当采样体积为 2 L 时, 检测限为 0.02 mg/m³, 具有采样时间短, 不用任何溶剂等特点。

关键词: 丙烯酸乙酯; 吸附; 气相色谱法; 环境空气

中图分类号: O 657.7⁺1 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2000)02-0025-02

Determination of Ethyl Acrylate in Environmental Air by Gas Chromatography

TANG Fang-liang, ZHU Wen, LIU Yi-mei

(Hangzhou Municipal Environmental Monitoring Station, Hangzhou, Zhejiang 310007, China)

Abstract: Ethyl acrylate in air was determined on Tenax column by adsorption and desorption GC. The recovery was 87.3%~107.1%. Variation coefficient was 5.3%~7.2%. Detection limit for sampling volume 2L was 0.02 mg/m³. The method has the merits of short sampling time and not using solvents.

Key words: Ethyl acrylate; Adsorption; GC; Environmental air

丙烯酸乙酯常用于有机合成、合成塑料、树脂和纺织等工业。它易挥发, 有辛辣气味, 对口腔、呼吸道和消化道有刺激作用, 可出现头晕、呼吸困难及神经过敏^[1]。空气中的丙烯酸乙酯常用活性炭吸附、CS₂ 解吸气相色谱法测定, 由于 CS₂ 对人体有毒, 今用 Tenax GC 吸附环境空气中丙烯酸乙酯、直接热解吸后导入色谱仪进行测定, 不需任何溶剂。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

SP-501 气相色谱仪, FID 检测器; 8701 热解吸浓缩进样装置; KB-6A 型大气采样器; Tenax GC 采样管(自制): 长 100 mm, 外径 9 mm, 内径 5 mm 玻璃管, 内填 0.3 g Tenax GC (60 目~80 目), 两端用玻璃棉和细铁丝固定, 采样前接入热解吸装置, 通 N₂ 老化至色谱仪基线平衡; 2 L 铝箔复合膜软气袋(简称气袋)。丙烯酸乙酯; 丙烯酸丁酯。

1.2 色谱条件

色谱柱 2 m × 3 mm 不锈钢柱, 内填 20% PEG-20M/6201 担体(60 目~80 目); 柱温 90 °C; 气化室、检测室温度 170 °C; 氮 70 mL/min; 氢 50 mL/min;

空气 500 mL/min; 标准气进样量 1.0 mL。

1.3 样品的采集与测定

将已处理过的 Tenax GC 采样管一端与大气采样器相连, 另一端垂直放置于采样位置(进行方法检测限、精密度、回收率试验时, 此端与气袋相连), 以 0.2 L/min~0.3 L/min 流量采集 2 L 气样, 用乳胶管密封采样管两端。测定时将采样管接入热解吸装置, 在 170 °C 下解吸 3 min(此时载气不经过采样管), 启动电磁换气阀, 使载气经过采样管, 将样品导入色谱仪进行分离测定。以保留时间定性, 峰高外标法定量。

2 结果与讨论

2.1 干扰试验

丙烯酸乙酯与丙烯酸丁酯共存时的色谱图见图 1。由图 1 可见, 彼此分离良好, 不干扰丙烯酸乙酯的测定。

2.2 标准气体的配制

在 100 mL 玻璃注射器中充入高纯氮, 用微量

收稿日期: 1999-11-06

作者简介: 唐访良(1963-), 男, 浙江平湖人, 高级工程师, 学士, 曾发表论文 6 篇。

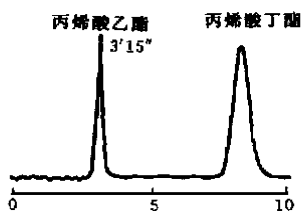


图1 干扰试验色谱峰

进样器准确量取一定量的丙烯酸乙酯(20℃时1μL丙烯酸乙酯为0.9405mg)注入其中,待丙烯酸乙酯完全挥发后,定容得一定质量浓度的标准气,再用高纯氮逐次稀释成所需浓度,供一系列试验。

2.3 校准曲线

在100mL注射器中用丙烯酸乙酯标准气配制0.000mg/L、0.376mg/L、0.752mg/L、1.505mg/L、2.257mg/L和3.010mg/L标准系列,进样1.0mL进行测定,结果见表1。

表1 丙烯酸乙酯标准系列测定值

丙烯酸乙酯 C/mg·L ⁻¹	0.000	0.376	0.752	1.505	2.257	3.010
峰高 h/mm	0.0	21.5	38.5	81.5	120.5	156.0
$y = 1.68 + 51.8x$ $r = 0.9994$						

结果表明,在此浓度范围内,线性关系良好。

2.4 采样效率

采用相对比较法来评价采样效率。在2L气袋中用丙烯酸乙酯标准气体配制一定质量浓度的丙烯酸乙酯气体样品,串联两支Tenax GC采样管,第1管连气袋,第2管连采样器,进行采样和测定,结果见表2。

结果表明,一支采样管采样效率已达100%。

能满足测定要求。

表2 丙烯酸乙酯的采样效率试验

	第1管测定值 m/μg	第2管测定值 m/μg	第1管采样效率 /%
1	2.366	0.0	100
2	3.257	0.0	100
3	4.805	0.0	100

2.5 检测限

在2L气袋中用丙烯酸乙酯标准气体配制接近零质量浓度气体样品代替空白气体样品进行采样和测定,每次配一对平行双样,每天进行1次,共进行6天,计算6次空白平行测定的批内标准偏差 S_{wb} ,以 $2\sqrt{2}t_{0.05}S_{wb}$ 作为方法检测限。当采样体积为2L时,此方法检测限为0.02mg/m³。

2.6 回收率和精密度

对实验室室内空气和室外环境空气进行采样测定,结果均未检出丙烯酸乙酯。为此,在2L气袋中分别加入0.301μg和2.709μg丙烯酸乙酯(相当于校准曲线上限的0.1倍和0.9倍),以环境空气为底气,每天各配制一对平行样品,共进行6次测定,结果列表3。

表3 方法的回收率和精密度(n=6)

标准加入量 m/μg	测定量 m/μg	回收率 /%	RSD /%
0.301	0.268~0.310	89.0~103.0	5.3
2.709	2.364~2.901	87.3~107.1	7.2

结果表明,方法的精密度和准确度都较好,可用于环境空气中丙烯酸乙酯的测定。

[参考文献]

- [1] 张维凡,张海峰,刘君汉,等.常用化学危险品安全手册[M].北京:中国医药科技出版社,1992.732-733.

• 动态 • “2000年总量控制与环境监测技术研讨会”将在南京召开

由江苏省暨南京市环境科学学会主办的“2000年总量控制与环境监测技术研讨会”将于5月17日~19日在南京召开。研讨会邀请国内著名学者对污染物排放总量控制的必要性、技术可行性及总量控制的技术路线、相关技术要求、监测项目与分析方法、自动在线监测等作学术、技术指导;国家环境监测总站的专家将解答水中油测试分析方法、前处理等方面的问题;从事环境监测工作的技术人员在会上交流仪器使用经验。会议还将介绍总量达标排放的最新监测技术和相关的监测仪器。

此次会议由南京大博环境监测科技有限公司、北京绿茵园环保技术开发有限公司承办。

王淮滨

浮游生物自动监测装置

日本 | Å 和琵琶湖研究所共同开发了高速识别水中植物浮游生物的自动监测装置。该装置是应用特定癌细胞的自动画像处理方法来识别引起琵琶湖污染的微胞藻属所形成的植物浮游生物微囊藻类,监测其数量,只用3秒钟左右就能监测1个个体。实验室内识别率达97%。

洪蔚编译自《资源环境对策》1999, Vol 35 No 9