

气相色谱法测定制鞋业废气中正己烷含量

张志鹏^①

(莆田市环境监测站 福建省莆田市 351100)

摘要 应用溶剂解吸-气相色谱法测定制鞋业排放废气中的正己烷, 采用活性炭管采集成型车间排气筒中的废气, 用二硫化碳解吸, 填充柱分离, 经 FID 检测器检测。废气中与正己烷共存的苯、甲苯、二甲苯在该方法下不干扰测定。解吸率高, 测定精度高, 该法具有准确、快速、灵敏、简便的特点。

关键词 溶剂解吸-气相色谱法, 制鞋业废气, 正己烷。

中图分类号: O657.7⁺1 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2007)03-0323-04

1 前言

正己烷为无色易挥发性液体, 有微弱的特殊气味。密度 $0.659\text{g}/\text{cm}^3$, 熔点 -95.3°C , 沸点 68.7°C , 不溶于水, 溶于酮、醚、醇。正己烷是常见的有机溶剂之一, 最大的用途在于除污、粘着和稀释, 在工业上广泛使用。正己烷具有脂溶性, 容易通过脑血管壁进入中枢神经系统, 引起脑和脊髓病变, 具有神经毒性。制鞋、皮革、家具、箱包加工等 20 多个大量使用胶粘剂的行业, 职业中毒事故屡有发生, 在制鞋行业, 除苯中毒外, 正己烷引起的中毒越来越受到重视。我们有必要对制鞋业排放废气中的正己烷进行监测。国内已有烷烃化合物的卫生标准和标准检测方法(GB/T 160.38-2004)。方法中有热解吸气相色谱法和直接进样-气相色谱法等, 但国家尚未制定正己烷的排放标准, 有关制鞋业废气中正己烷的测定方法也未见报道, 我们应用溶剂解吸-气相色谱法测定成型车间排气筒中的正己烷, 对测定条件及各项技术进行了试验。现将测定方法介绍如下。

2 实验部分

2.1 仪器

GC6890 气相色谱仪(美国安捷伦公司), 带氢火焰检测器(FID); WHP100/120 填充柱 $1\text{m} \times 2\text{mm}$, 活性炭管; 微量注射器。

2.2 试剂

正己烷(色谱纯), 二硫化碳(分析纯)。

标准贮备液的配置: 吸取正己烷 $100\mu\text{L}$ 于装有少量二硫化碳的 5mL 容量瓶中, 用二硫化碳定容到 5mL 。此溶液为标准贮备液, 正己烷浓度为 $13.18\text{mg}/\text{mL}$ 。

^① 联系人, 电话: (0594) 2689020; 手机: (0) 13706060253; E-mail: zhangrenwei1973@163.com

作者简介: 张志鹏(1973—), 男, 福建省莆田市人, 气声室主任, 工程师, 现从事环境监测工作。

收稿日期: 2007-01-19; 接受日期: 2007-02-02

2.3 测定方法

2.3.1 实验条件

气相色谱条件: 进样口温度 150℃, 色谱柱温度 75℃。检测器温度 210℃, 选择恒定柱流。尾吹 1.0 mL/min。

2.3.2 测定

取标准贮备液用二硫化碳稀释成 50、100、250、500、800、1200 μg/mL 正己烷标准系列溶液, 分别进样 2 μL。每个浓度测定 6 次, 以保留时间定性, 取峰面积(峰高)的均值对正己烷的含量绘制校准曲线。

将碳管中的活性炭放入具塞刻度试管, 加入 2 mL 二硫化碳, 盖紧瓶盖, 放置 30 min, 并用旋涡混合器振摇均匀, 在校准曲线的相同条件下, 分别吸取 2 μL 样品和对照空白二硫化碳解吸液进行气相色谱测定, 以保留时间定性, 测得样品峰面积后由校准曲线查得正己烷的含量。

3 结果与讨论

3.1 色谱条件的选择

根据正己烷的理化性质, 选择 GC6890 气相色谱仪(美国安捷伦公司), WHP100/120 填充柱为应用柱子, 对柱温、检测器温度、进样口温度、载气流量等因素进行对比试验, 选择了最佳条件在进样口温度为 150℃, 柱温为 75℃, 检测器温度为 210℃, 氮气流量为 30 mL/min, 空气流量为 300 mL/min, 氢气流量为 30 mL/min 时, 结果发现, 出峰时间快, 响应值高, 峰形对称, 使用温度低, 不易造成柱流失, 分离效果好, 正己烷、苯、甲苯、二甲苯均能得到较好的分离。见图 1。

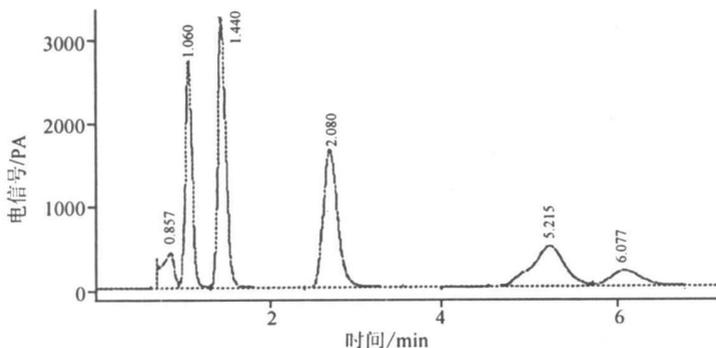


图 1 混合样填充柱色谱图

1.060——正己烷; 1.440——苯; 2.680——甲苯; 5.215——间、对二甲苯;
6.077——邻二甲苯。

3.2 干扰及消除

采用二硫化碳解吸, 气相色谱法测定制鞋业废气中正己烷未发现干扰物质存在, 对复杂样品如有可疑, 可采用双柱加以验证或调整色谱条件进行测试。

3.3 方法的线性范围及检出限的设定

按照本方法选择的试验条件下制备正己烷的校准曲线, 浓度在 50—1200 μg/mL 时浓度与峰面积呈良好的线性关系。回归方程为: $y = 13.94x + 120.58$, 相关系数 $r = 0.9997$, 检出限以基线噪声的 2 倍为准, 噪声响应值为 0.03, 检出限为 0.06 ng, 当进样量为 2 μL 时, 最低检出限为 0.03 μg/mL。

3.4 方法的精密度试验

配制正己烷浓度为 250、500、1200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液按样品的测定步骤进行重复测定($n=6$), 结果不同浓度样品重复测定的相对偏差小于 10%, 见表 1。符合有关环境监测技术规范要求。

表 1 正己烷检测的精密度试验 ($n=6$)

浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	测定结果($\mu\text{g}/\text{mL}$)		RSD(%)
	\bar{X}	S	
250	243.71	10.77	4.4
500	501.69	18.95	3.8
1200	1192.89	35.68	3.0

3.5 活性炭管正己烷的解吸率试验

取 18 支活性炭管分成 3 组, 分别加入 250、500、1200 μg 正己烷标准于活性炭管中, 用塑料帽封闭活性炭管, 在室温状态下平衡 12h, 按分析步骤, 用溶剂解吸法测定正己烷含量并计算解吸率, 见表 2。3 个浓度平均解吸率符合检测规范要求。

表 2 正己烷检测的解吸率试验

含量 (μg)	平均测定值 (μg)	平均解吸效率 (%)
250	236.26	94.50
500	475.11	95.22
1200	1157.86	96.49

3.6 加标回收率试验

利用本方法对不同厂家采集的废气进行测定, 加标回收率在 99.4%—101.1% 之间, 见表 3。

表 3 加标回收率试验

	取样量	样品含量	加入量	测得总量		回收率		
	(μL)	(ng)	(ng)	(ng)	(ng)	(%)	(%)	
厂家甲	2.0	36.5	15.0	90.0	51.8	126.3	100.6	99.8
厂家乙	2.0	33.8	15.0	90.0	48.5	125.1	99.4	101.1

3.7 正己烷在活性炭管中的稳定性试验

于 18 支活性炭管中各加入 500 μg 正己烷, 立即用塑料帽套紧管口, 于室温下保存。然后于第 1、3、7 天各取 6 支测定, 以当天的分析结果为 100, 计算存放不同时间的样品损失率, 相对偏差在 2—7 之间, 结果表明, 正己烷在活性炭管中比较稳定, 在室温下至少可保存 7 天。

3.8 讨论

正己烷是非极性化合物, 选择极性较小的色谱柱测定正己烷有较高的响应值, 分离效果好。应用二硫化碳解吸, 气相色谱法测定制鞋业成型车间排气筒废气中的正己烷的方法操作简便, 重现性好。不同浓度的相对偏差均小于 10%, 方法线性范围广, 二硫化碳对正己烷的解吸率高, 是测定废气中正己烷的一个很好的方法。

参考文献

- [1] 陈显军, 姜风发, 李德宽等. 急性汽油中毒临床分析[J]. 中国职业医学, 1996, 23(4): 35.
- [2] 国家环境保护总局编. 空气和废气监测分析方法[M]. 北京: 中国环境科学出版社, 2003.
- [3] 宋新魁. 制鞋业工作场所空气中正己烷等五种有机毒物的联合检测[J]. 中国卫生检验杂志, 2003, 13(4): 470—471.

Determination of *n*-Hexane Discharged from Shoe-Making Enterprise by Gas Chromatography

ZHANG Zhi-Peng

(Putian Environmental Monitor Station, Putian, Fujian 351100, P. R. China)

Abstract The *n*-hexane was determined by desorption gas chromatography in the waste gas discharged from shoe-making enterprise. The gas that exhausted from the chimney of casting workshop was collected by activated carbon pipe, then desorbed by carbon bisulfide, isolated by packed column and detected by FID-Detector. With this method the interference of co-existing benzene, toluene and xylene can be eliminated. The method is accurate, quick, sensitive and easy for use.

Key words Desorption Gas Chromatography Method, Waste Gas in Shoe-Making, *n*-Hexane.

封四：“保质、高效——《光谱实验室》主要特色”的附件 1

主编不编与主编不主

闲下翻阅地方杂志，有标明主编也有不标的。这倒各随其规而悉听其便。但也有令人疑惑的事，比如记忆中某人在某部门任行政要职，突然间成为一个地方杂志的主编（并非顾问或名誉主编）。是同名还是改了行？无意中渐渐知道，有一些确系既未改行也未重名的，是在“遥控”机制中兼了职。

兼职这事不好妄论，但主编要编，却可以论定。因为，抛开真正的编辑者或者为了某人之名而拉大旗，或者为了某部门捐赠拨款之利而钓大鱼，暂且不去论它。那些遥兼主编的同志真的能够切切实实地履行主编的职责吗？如果不能切切实实地履行，还是以不挂虚名为好，免得闹出盗名欺世的笑话。

说白一些，“空头主编”并没有看到主编也是一种重要的专业务岗位，来不得任何一点“名存实亡，失其所业”。这正像企业家不敢贸然兼之，科学家和学者不敢贸然兼之一样，编辑尤其是总其成的主编，同样不好贸然兼之，因为，这是有责、权、利的问题，有术业专长的的问题，也还有“法人”而不是声名徒自远扬的问题。

由此还想到“期刊衙门”与“编辑官”。由于体制方面的原因，编辑部门机关化的倾向颇严重，而编辑头们把自己首先当成“官员”而后才是编辑的意识，也很根深蒂固。人们觉得“处级和尚”可笑，局级企业也不妥，殊不知局级处级报刊杂志大约也不那么顺理成章啊！

大概是那个所谓的“官本位”或曰“行政级本位”作祟，刊物升级之风曾经有些洋洋乎盈耳。也是这样一个原因，不仅出现生拉硬扯“空头主编”的事，也还出现了“生编不主”的现象：当主编而不主编务，干吗非要挂这个衔呢？

主编，“冕名也，止于是实也”。随着行政机关同企事业单位的逐渐分开，编辑终究会成为编辑。此前，主编不编与主编不主，首先应当纳入革除之列。一些人一定还要去当“空头主编”而不干实事，不妨赠以孟子的一句话：“先生之志则大矣，先生之号则不可”。

其实，主编挂名，这种杂志原本也不该核准的。从法律角度上思量，不是这样么？

(原载 1988 年 1 月 6 日《新闻出版报》，作者：冯并)