

气相色谱法分析甲苯和乙酸丁酯的条件探讨

王敏嘉^①

(江门市疾病预防控制中心 广东省江门市星河路 10 号 529000)

摘要 探讨了甲苯和乙酸丁酯同时测定的适宜条件。通过改变柱温和载气流量观察甲苯和乙酸丁酯出峰的情况, 选出适用条件。载气在 35 mL/min, 柱温 120 °C 即可满足日常常规监测所用。该条件有利于提高日常工作的能效, 有实际应用价值。

关键词 甲苯, 乙酸丁酯, 气相色谱法。

中图分类号: O 657. 7⁺ 1

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2007)05-0806-03

1 前言

作业场所空气监测中经常要面对各种有机溶剂的同时检定, 气相色谱法可以解决绝大部分这类问题, 然而气相色谱法始终只能定量, 不能定性, 遇到出峰时间接近的物质, 要通过改变检测条件甚至要用更高级的仪器才能作出肯定的鉴别, 这样的要求在日常监测工作中却不容易满足, 本文旨在探讨甲苯和乙酸丁酯同时检定的最佳条件, 以达到提高工作效率, 扩大检测应用范围的目的。

2 实验部分

2.1 方法原理

空气中的有机溶剂经活性炭管吸附后以二硫化碳解吸, 经 FFAP 柱分离后, 用 FID 检测器检测, 以保留时间定性, 峰面积定量。

2.2 试剂

二硫化碳(色谱鉴定无干扰杂质峰); 甲苯、乙酸丁酯: 色谱纯。

2.3 仪器

4890D 气相色谱仪(美国安捷伦公司, 附氢焰离子化检测器)、FFAP 填充柱: PAW DMCS 担体 80—100 目, 柱长 8 英尺, 内径 4mm, 不锈钢柱, 色谱工作站: 浙江大学智达信息工程有限公司 N2000 色谱工作站 V 3.2。

2.4 分析步骤

用微量注射器吸取一定量甲苯和乙酸丁酯色谱纯试剂用二硫化碳稀释成一个标准系列, 分别通过改变载气流量、柱温条件进行一系列分析, 选择出最适合的工作条件。

^① 联系人, 电话: (0750) 3288577; 手机: (0) 13071448020; E-mail: phantasm163@163.com

作者简介: 王敏嘉(1973—), 男, 湖南省耒阳市人, 主管技师, 主要从事卫生检验工作。

收稿日期: 2007-05-30; 接受日期: 2007-06-13

3 结果与讨论

3.1 载气流量的选择

做了 5 个载气流量的测试, 分别为 20、25、30、35、40 mL/min。随载气流量的增加, 标准出峰时间缩短, 对甲苯和乙酸丁酯的分离影响不大, 但是由此可根据数据选择既节省载气消耗又能缩短每个样品的分析时间的流量点, 实现经济高效的原则。载气对柱子有保护作用, 原则上亦不宜太低。实验结果见图 1, 综上所述我们选择载气为 35 mL/min 的流量继续进行测试。

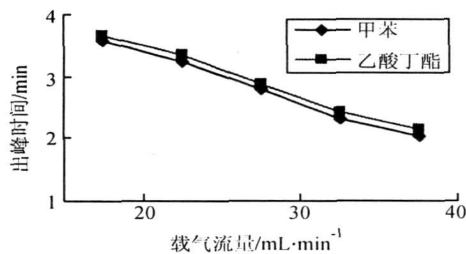


图 1 载气流量-出峰时间关系图

3.2 柱温条件的选择

考虑到实际应用中乙酸丁酯的分析一般与苯、甲苯和二甲苯一起, 就以甲苯分析的柱温条件为依据选定变化范围为 100、110、120、130、140°C。随着柱温的升高, 样品出峰时间缩短, 但是甲苯和乙酸丁酯的分离则越来越困难, 在样品浓度高的标准点甚至出现出峰重合, 因此我们要把柱温控制在 100—120°C 之间为最适, 日常样品量大的情况下, 宜选 120°C, 在此柱温下甲苯和乙酸丁酯的分离能比较完全而每个样品也不必等待太长时间。实验结果见图 2。

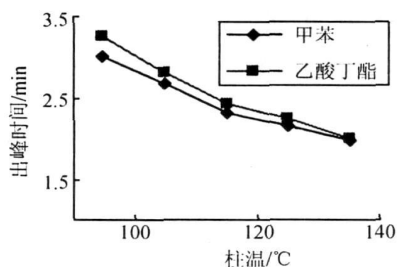


图 2 柱温-出峰时间关系图

3.3 方法性能指标的试验

3.3.1 校准曲线

校准曲线的测定为 3 个浓度, 每个浓度测定 3 次, 以 3 次测定值的平均值与相应的浓度绘制校准曲线。结果见表 1。

表 1 甲苯和乙酸丁酯校准曲线的性能指标

	校准曲线测定点	线性范围	相关系数	检出限($\mu\text{g}/\text{mL}$)
甲苯	10, 50, 400	0—400	0.9992	0.12
乙酸丁酯	142, 355, 710	0—710	0.9994	0.40

3.3.2 精密度试验

选择测定方法线性范围内的高、中、低 3 个浓度, 4 天内同时进行 6 次重复测定, 计算相对标准偏差。甲苯和乙酸丁酯在高、中、低浓度的相对标准偏差均 < 5%^[1]。

3.3.3 准确度试验

应用加标回收法。在现场样品中加入中等浓度的甲苯和乙酸丁酯的混合标准溶液, 然后测定样品和加标样品, 各测定 3 次, 由平均值计算加标回收率。甲苯的回收率为 103.6%, 乙酸丁酯为 96.8%。

3.3.4 现场应用

采用本方法对我市某化工厂的作业场所空气抽样测定, 测定结果表明, 与分开测定的国标法结果基本一致, 无显著性差异。样品的测定见图 3。

4 结论

采用本方法的载气流量, 柱温条件, 能达到甲苯和乙酸丁酯的有效分离, 损耗少, 效率高, 方法稳定, 线性范围好, 精密度和准确度均符合国家标准要求, 对提高样品的日常监测能效方面很有实

用价值。

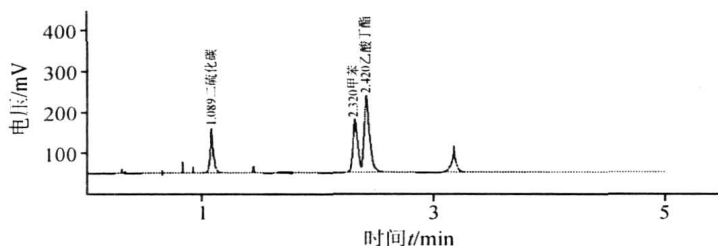


图 3 某厂家作业场所样品出峰图

参考文献

[1] 徐伯洪, 闫慧芳. 工作场所有害物质监测方法[M]. 北京: 中国人民公安大学出版社, 2003. 7.

Analytical Conditions of Toluene and Butyl Acetate in Gas Chromatography

WANG Min-Jia

(Jiangmen Diseases Protection and Control Center, Jiangmen, Guangdong 529000, P. R. China)

Abstract The gas chromatography analytical conditions for toluene and butyl acetate were chosen by changing the column temperature and flow rate. The column temperature of 120°C and the flow rate of 35 mL/min are suitable for routine analysis and valuable for application.

Key words Toluene, Butyl Acetate, Gas Chromatography.

廉价光谱分析资料讯息

1. 《光电光谱分析》, 周开亿主编, 4 册, 16 开, 1236 页, 《光谱实验室》编辑部增刊, 每套 110 元。买 2 送 1。
2. 《光谱实验室》2004 年 1—6 期, 16 开, 1248 页, 每套 75 元。
3. 《数理统计在化学、光谱分析中的应用》, 纳利莫夫著, 余生等译, 《光谱实验室》编辑部编, 16 开, 396 页, 每册 10 元。
4. 《邮票上的光谱学和化学史》, 周开亿等编, 科学出版社出版, 16 开, 158 页, 每册 10 元。
5. 《空心阴极放电及其应用》, 周开亿主编, 《真空科学与技术》杂志社出版, 32 开, 798 页, 上下册, 每套 10 元。
6. 《邮票上的化学、光学和光谱学史》, 周开亿主编, 《光谱实验室》2006 年第 1 期彩色抽印本(收藏本), 16 开, 64 页, 每册 30 元。买 3 送 1。
7. 《邮票上的科学家——佼佼者之路》, 周开亿主编, 《光谱实验室》2007 年第 1 期彩色抽印本(收藏本), 16 开, 196 页, 每册 70 元。买 3 送 1。

以上各书售价中均含普通印刷品邮费。

联系地址: 北京市 81 信箱 66 分箱 《光谱实验室》编辑部联络处 刘建林, 邮编: 100095