

文章编号: 1006-9941(2004)05-0302-03

# 丁酮-甲苯的吸收采样及气相色谱测定

朱明, 赵君科

(中国工程物理研究院环保工程研究中心, 四川 绵阳 621900)

**摘要:** 利用溶剂吸收采集丁酮-甲苯混合组分,并用气相色谱(GC)测定。实现了一种吸收剂同时吸收采集两种组分。该方法具有良好的线性关系和较好的精密度,一级采样可以满足实验室研究要求。另外,文中对丁酮-甲苯混合组分的吸收剂选择进行了探讨,提出了吸收剂选择条件,实验结果表明,正己醇是丁酮-甲苯混合组分合适的吸收剂。

**关键词:** 分析化学; 丁酮-甲苯混合组分; 气相色谱(GC); 吸收剂; 采样

**中图分类号:** X830

**文献标识码:** A

## 1 引言

挥发性有机物(Volatile Organic Compounds, VOCs)<sup>[1]</sup>种类繁多,分布面广,鉴于其污染的日趋严重和人们对其危害性的逐步认识,各国相继制定了一系列法规,要求削减VOCs的排放量,因此寻求VOCs控制最优技术已成为解决VOCs污染的必由之路。目前,低温等离子体技术中脉冲电晕放电处理技术和介质阻挡放电处理技术在有机废气净化方面的研究较为活跃,均显示出良好的发展前景,但尚处于实验室研究范围。因此,建立简单、可靠的采样及测定方法,是顺利推行这一研究的必要手段。

本实验选取工业生产中实际存在的丁酮-甲苯混合组分作为VOCs代表物质,对其吸收采样及气相色谱测定进行了研究。

## 2 实验

### 2.1 主要仪器及试剂

1102型气相色谱仪(上海分析仪器厂,配氢火焰检测器); 填充柱(Chromosorb 103, 60~80目,  $\phi 2$  mm  $\times$  2 m); N 2000双通道色谱工作站(浙江大学智能信息工程研究所); 丁酮(分析纯)、甲苯(分析纯)、正己醇(分析纯)。

收稿日期: 2004-03-18; 修回日期: 2004-05-20

作者简介: 朱明(1977-),男,硕士研究生,从事环境污染控制研究。e-mail: zhumingxuehui@sohu.com

### 2.2 色谱分析条件

本实验选用的色谱分析条件为: 进样量为0.5  $\mu$ L; 气体流量为载气氮气47 mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>, 氢气50 mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>, 空气460 mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>; 柱温165  $^{\circ}$ C, 进样器温度185  $^{\circ}$ C, 检测器温度185  $^{\circ}$ C。

### 2.3 样品的采集

采样管的设计原则为: 在一定采样流量时,采样气泡小、多而均匀,以便气体能与吸收剂充分接触,并要求气体在适量吸收液内有足够的停留时间,保证待测定气体得到充分吸收。一种采样管如图1所示,其形状类似于喷泡式空气采样器。

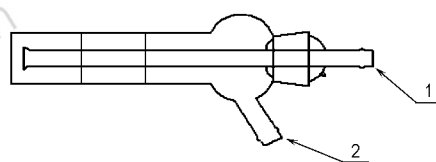


图1 溶剂吸收采样管

1—进气管, 2—出气管

Fig. 1 Pipe sampling of solvent absorbing

1—gas inlet, 2—gas outlet

采样管直接与VOCs处理实验装置的采样管路相连接,吸收待测定气体于吸收剂中。本实验选用的部分采样条件为: 吸收剂用量10 mL, 采样流量60 mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>, 采样时间60 min。

## 3 实验结果及讨论

### 3.1 吸收剂的选择

选择的吸收剂应该满足下列条件:(1)对被测定

VOCs 有较好的溶解性; (2) 在选定色谱柱的前提下, 所选择的吸收剂及被测定 VOCs 的色谱峰能完全分离; (3) 对水的溶解性较差, 否则, 在采样前应该加相应的装置控制水蒸气的含量。

根据“相似相溶性原则”, 选择吸收剂时应考虑丁酮、甲苯的极性; 其次, 色谱分析出峰顺序与物质沸点有关, 选择的吸收剂沸点不能与丁酮、甲苯相近; 另外, 据相关文献[2]报道, Chromosorb 103 常用于分析醇、酮、醛、腈、酰胺、胺类等, 选择的吸收剂为上述种类物质有利于色谱分离测定; 此外, 由于水的存在会影响样品的 GC 分析, 故所有的采样分析方法都必须控制水蒸气的含量, 而正己醇对水的溶解性较差。因此可考虑选择正己醇作为丁酮-甲苯混合组分的吸收剂。经溶解性试验和气相色谱测定丁酮-甲苯-正己醇三峰分离情况(如图 2 所示, 图中三峰按保留时间从左至右依次为丁酮、甲苯、正己醇), 表明: 正己醇对丁酮、甲苯有较好的溶解性, 以正己醇作为吸收剂, 其吸收容量是足够的; 在选定的色谱分析条件下, 丁酮-甲苯-正己醇三峰能明显分开, 可满足分析要求。

由于正己醇满足吸收剂条件, 所以正己醇是丁酮-甲苯混合组分合适的吸收剂。

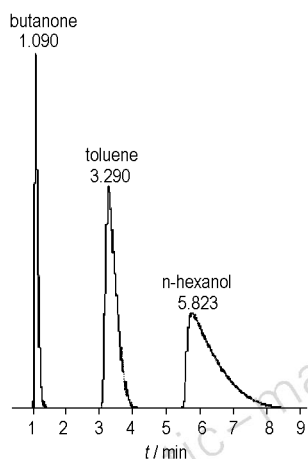


图 2 丁酮-甲苯-正己醇气相色谱图

Fig. 2 Gas chromatogram of butanone, toluene and n-hexanol

### 3.2 标准曲线

配制体积比均为 1/50、1/100、1/500、1/1000、1/5000、1/10000 的丁酮-甲苯标准溶液, 取 0.5  $\mu\text{L}$  进样, 每个样品重复测定三次, 以峰面积平均值对浓度作图, 绘制标准曲线, 见图 3。

由图 3 可知, 相关系数  $R$  均高于 0.999, 线性关系良好。

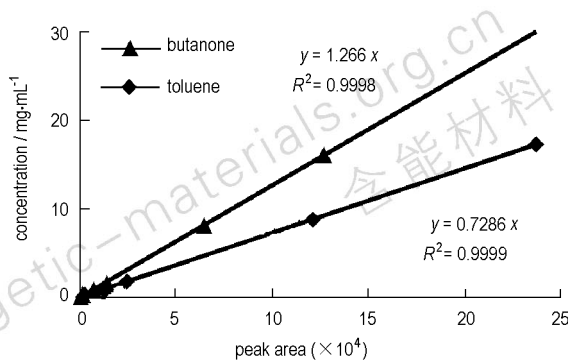


图 3 丁酮-甲苯标准曲线

Fig. 3 Standard curves of butanone-toluene

### 3.3 方法的精密度试验

取体积比均为 1/500、1/1000、1/5000 的丁酮-甲苯标准溶液进行精密度试验, 每个样品平行测定六次, 测定数据见表 1 和表 2。由表 1、表 2 可见, 本方法测定丁酮-甲苯混合组分, 相对标准偏差可满足分析要求, 精密度较好。

表 1 丁酮测定的精密度

Table 1 Precision of butanone determined

standard sample	standard deviation /%	relatively standard deviation /%
1/500	1.68	1.37
1/1000	0.849	0.693
1/5000	0.201	0.164

表 2 甲苯测定的精密度

Table 1 Precision of toluene determined

standard sample	standard deviation /%	relatively standard deviation /%
1/500	2.18	1.78
1/1000	1.58	1.29
1/5000	0.663	0.541

### 3.4 实际采样分析

空气中丁酮的最高容许浓度为  $590 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$ 、工作场所甲苯的最高容许浓度为  $750 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$ [3], 实验室研究下一般可取其最高容许浓度的 2 倍为其浓度研究上限。实际采样表明: 采样流量  $60 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ , 采集模拟气体 60 min 吸收于经蒸馏纯化的 10 mL 正己醇中, 一级采样中丁酮浓度为  $1826 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$ 、甲苯浓度为  $1755 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$ , 而色谱工作站中设置检测下限

为  $10 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$ , 二级采样中未有丁酮、甲苯检出。故一级采样可以满足实验室研究要求。

#### 4 结 论

以工业生产中实际存在的丁酮-甲苯混合组分作为 VOCs 代表物质, 经溶剂吸收采集样品后用气相色谱测定。实现了一种吸收剂同时吸收采集两种组分。该方法有良好的线性关系和较好的精密度, 一级采样可以满足实验室研究要求。实验结果表明, 正己醇是丁酮-甲苯混合组分合适的吸收剂。

#### 参考文献:

- [1] 李国文, 樊青娟, 刘强, 等. 挥发性有机废气(VOCs)的污染控制技术[J]. 西安建筑科技大学学报, 1998, 30(4): 399-402.
- LI Guo-wen, FAN Qing-juan, LIU Qiang, et al. The control technique over the pollution caused by VOCs [J]. *Xi'an univ. of Arch. & Tech.*, 1998, 30(4): 399-402.
- [2] 李浩春, 卢佩章. 气相色谱法[M]. 北京: 科学出版社, 1998. 353-357.
- [3] 司航. 有机化工原料[M]. 化工产品手册(第三版). 北京: 化学工业出版社, 2001.

## Absorbing of Butanone-toluene and Determination by Gas Chromatography

ZHU Ming, ZHAO Jun-ke

(*Institute of Environmental Protection Engineering, CAEP, Mianyang 621900, China*)

**Abstract:** Absorbed by solvent, butanone-toluene mixture was analyzed by gas chromatography (GC). The absorbent could absorb two substances at the same time. This method has higher linearity and precision, and actual sampling meets the practical demands. Furthermore, the selecting absorbent for butanone-toluene mixture was discussed. The selection conditions for absorbent were given. Results showed that the *n*-hexanol was the proper absorbent for butanone-toluene mixture.

**Key words:** analytic chemistry; butanone-toluene; gas chromatography (GC); absorbent; sampling

(上接 299 页)

## Bayesian Reliability Estimation of a Cartridge of Ejector with Zero-failure Data

ZHANG Tian-fei, CAI Rui-jiao, DONG Hai-ping, WEN Yu-quan

(*National Key Lab of Prevention and Control of Explosion Disaster, Beijing Institute of Technology, Beijing 100081, China*)

**Abstract:** The reliability of a cartridge of ejector is estimated by hierarchical Bayes reliability estimation method, based on whole cartridge of ejector test data and its unit test data. The reliability of the cartridge of ejector is reach 0.996 and the estimation result shows the method is effective and the required test number is less than that by attributes method in GJB376.

**Key words:** cartridge of ejector; zero-failure data; prior distribution; Bayes estimation; hierarchical prior distribution