

离子色谱法测定空气中乙酸和溴化氢

何宝庆, 李宇琼
(仪征市环境监测站, 江苏 仪征 211400)

摘要:用同一吸收液采集、离子色谱法测定空气中的乙酸和溴化氢, 采样体积为 60 L 时, 乙酸和溴化氢的检出限分别为 0.03 mg/m³ 和 0.11 mg/m³, 相对标准偏差分别为 1.9% 和 1.7%, 实际样品的加标回收率分别为 90.1% ~ 102% 和 97.6% ~ 100%。
关键词: 乙酸; 溴化氢; 离子色谱法; 空气
中图分类号: O 657.7⁺ 5 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2006)03-0028-02

Determination of Acetic Acid and Hydrobromic Acid in Air Sample by Ion-Chromatography

HE Bao-qing LI Yu-qiong
(Yizheng Environment Monitoring Station, Yizheng, Jiangsu 211400, China)

Abstract A method for the determination of Acetic acid and Hydrobromic acid in air and environmental sample by ion-chromatography is described. The result showed that detection limits of the method for Acetic acid and Hydrobromic acid were 0.03 mg/m³ and 0.11 mg/m³. The RSD were 1.9% and 1.7%. The recovery rate were 90.1% ~ 102% and 97.6% ~ 100%.
Key words Acetic acid; Hydrobromic acid; Ion-chromatography; Air

乙酸和溴化氢具有很强的挥发性, 在精对苯二甲酸 (PTA) 等化工生产中广泛使用, 经常引起环境纠纷。用同一吸收液采集、离子色谱法测定空气中的乙酸和溴化氢, 在监测工作中具有很强的实用性。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

DIONEX TECHCOMP DX-100T 离子色谱仪; DIONEX ASRS-ULTRA 4-MM 抑制器; DIONEX AS4A-SC4MM 阴离子分离柱; DIONEX AG4A-SC4-MM 保护柱; 电导检测器。
淋洗储备液: $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0.18 \text{ mol/L}$, $c(\text{NaHCO}_3) = 0.17 \text{ mol/L}$; 1 000 mg/L 乙酸、溴化氢标准储备液: 称取 1.390 g 乙酸钠 (分析纯, 105℃烘 2 h) 和 1.288 g 溴化钠 (分析纯, 硅胶干燥), 分别定容至 1 000 mL; 乙酸、溴化氢标准使用液: 由标准储备液逐级稀释而成。

1.2 样品采集

配制 0.001 8 mol/L Na_2CO_3 和 0.001 7 mol/L NaHCO_3 混合吸收液, 可以增加碱度, 提高对待测组分的吸收, 同时不影响测定。用 10 mL 气泡式吸收管两级吸收采样, 每级装入吸收液 10 mL, 采样体积 60 L, 采样流量不超过 1.0 L/min, 采样口加装 0.3 μm 微孔滤膜夹^[1], 样品、吸收液、淋洗液均经 0.45 μm 微孔滤膜过滤。采样容器清洗干净后用吸收液涤荡两次, 减少玻璃瓶壁吸附损失, 采用硅胶管连接, 控制流量和采样体积, 防止倒吸。

1.3 色谱条件

淋洗液浓度: $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0.001 8 \text{ mol/L}$, $c(\text{NaHCO}_3) = 0.001 7 \text{ mol/L}$; 平流泵流速 1.5 mL/min, 柱前压 2.063 MPa, 进样量 50 μL。

收稿日期: 2005-10-08 修订日期: 2006-03-06
作者简介: 何宝庆 (1971-), 男, 江苏邗江人, 工程师, 工程硕士, 从事环境监测与管理工作。

2 结果与讨论

2 1 色谱柱选择

常见阴离子色谱柱除 DDNEX AS4A - SC4MM 阴离子分离柱外, 还有 YSI- II 阴离子分离柱。在同一色谱条件下, 使用后者, Br⁻ 与 NO₃⁻ 出峰时间基本一致, 两峰无法分开而形成叠加峰, 降低淋洗液浓度后, 依然无法完全分开而形成肩峰, 难以达到完全分离, 无法准确定量, 使用前者则可达到完全分离的效果。

2 2 分离度试验

用去离子水配制 5 00 mg/L Ac⁻ 和 5 00 mg/L Br⁻ 混合标准液, 测定各物质的保留时间。Ac⁻ 和 Br⁻ 的保留时间分别为 3 182 min 和 5. 998 min 降水中常见的阴离子 F⁻、Cl⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻ 的保留时间分别为 2 815 min、4 065 min、6 715 min、11. 815 min 表明各种离子可完全分离。离子色谱峰见图 1。

2 3 校准曲线

配制 0 00 mg/L ~ 50. 00 mg/L Ac⁻ 和 0 00 mg/L ~ 15 00 mg/L Br⁻ 标准系列, 绘制校准曲线。Ac⁻ 校准曲线方程为: $Y = 5\,077 \times 10^4 X - 11\,627$, $r = 0.999\,2$ Br⁻ 校准曲线方程为: $Y = 7\,665 \times 10^4 X - 4\,417$, $r = 0.999\,6$

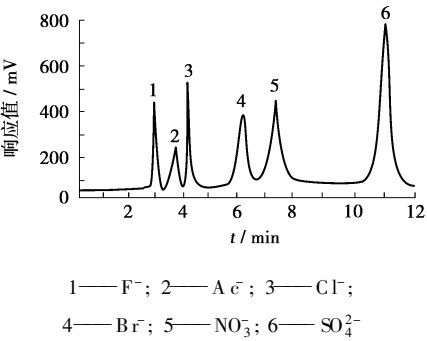


图 1 离子色谱峰

2 4 检出限

重复测试 1 00 mg/L Ac⁻ 和 1 00 mg/L Br⁻ 20 次, 按《水和废水监测分析方法指南》中的方法, 计算出 Ac⁻ 和 Br⁻ 的检出限分别为 0 20 mg/L 和 0 67 mg/L。当采样体积为 60 L 时, 空气中乙酸和溴化氢的检出限分别为 0 03 mg/m³ 和 0 11 mg/m³。

2 5 精密度

重复测试 2 00 mg/L Ac⁻ 和 1 00 mg/L Br⁻ 10 次, RSD 分别为 1 9% 和 1 7%, 精密度较好。

2 6 加标回收试验

测定某 PTA 化工厂水样, 并进行加标回收试验, 结果见表 1。

表 1 加标回收试验结果

样品号	测定值 ρ/(mg• m ⁻³)		加标量 ρ/(mg• m ⁻³)		加标后测定值 ρ/(mg• m ⁻³)		回收率 %	
	乙酸	溴化氢	乙酸	溴化氢	乙酸	溴化氢	乙酸	溴化氢
1	0 487	0 115	0 333	0 167	0 787	0 278	90 1	97 6
2	0 467	0 093	0 333	0 167	0 788	0 260	96 4	100
3	0 550	0 103	0 333	0 167	0 864	0 267	94 3	98 2
4	0 310	0 123	0 333	0 167	0 650	0 287	102	98 2

3 结论

用同一吸收液采集、离子色谱法测定空气中的乙酸和溴化氢, 与 F⁻、Cl⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻ 等能完全分离, 具有较高的灵敏度和稳定性, 精密度和准确度均能满足要求。

[参考文献]

[1] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002 268- 271.

本栏目责任编辑 姚朝英