

木质家具厂有机物的现场监测

成国玉 陆 杰 江苏省安全生产科学研究院

在为数众多的分析仪器中,气相色谱质谱联用仪在职业健康检测领域已被越来越多的用作挥发性有机物的分析仪器。近年来质谱技术发展很快,由于质谱分析具有灵敏度高、样品用量少、分析速度快、分离和鉴定可同时进行等优点,因此,质谱技术广泛应用于各个领域。本文根据监测实际需要,将杭州聚光科技的 Mars-400 Plus 便携式快速气相色谱-质谱联用仪用于家具厂的油漆车间空气检测,对工作场所的有毒物质进行了现场采样及分析,取得了满意的效果。

一、方法原理

Mars-400 Plus 型便携式 FGC-MS 联用仪主要由进样系统、气相色谱模块及离子阱质谱模块等组成。采用固体吸附剂的主动采样法,利用采样泵,使一定体积的空气样品通过固体吸附剂,将空气中的 VOCs 吸附在固体吸附剂上,从而达到富集的作用。经过浓缩的 VOCs 样品组分通过热脱附被解吸后,进入色谱分离模块完成样品的分离。分离后的样品依次进入质谱系统进行质谱分析,通过样品所得到的质谱图与标准质谱图进行对比和分析,得到样品化合物的定性结果。并且通过标准曲线法得到标准物质的定量结果和非标准物质的半定量参考结果。

二、仪器条件

仪器: Mars-400 Plus 便携式快速气相色谱-质谱联用仪;载气:氦气,纯度>99.999%;色谱柱: DB-5MS 快速气相色谱柱 (5m×0.1mm×0.4μm);

GC-MS 参数:

进样方式:手持探头及玻璃大注射器

进样口温度: 100℃

十通阀恒温箱温度: 150℃

气质接口温度: 150℃

分流比: 50:1

离子阱温度: 50℃

采样管温度: 50℃

升温程序: 50℃ (1min) 以 20℃/min 升至 70℃, 60℃/min 升至 220℃ (0.5min)

三、实验室标准曲线的绘制

标准曲线采用外标法,根据家具厂的毒物种类,采用气

袋配制了 9 种脂类+苯系物的混合标准气体系列,然后将气袋连接至仪器,根据设定的分析条件进行测定,点击“运行方法”仪器自动进行吸附热解吸采样、预解吸、解吸和气质联用分析,样品分析完毕后,记录实验数据和对应的标准气体浓度,得到不同浓度值化合物的数据文件,以峰面积为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线,得出相应的回归方程。9 种混合标准气体的标准曲线见表 1。

表 1 9 种混合标准气体的标准曲线

物 质	保留时间 (min)	参考离子	标 准 曲 线
丙 酮	0.541	43, 58	$Y=1.5419X+0.7480$
乙酸甲酯	0.774	43, 42	$Y=3.8715X-118.8962$
乙酸乙酯	0.914	43, 89	$Y=5.7791X-8.0306$
苯	1.241	78, 77	$Y=11.3122X-30.8311$
甲 苯	2.139	91, 92	$Y=15.6446X+1018.458$
乙酸丁酯	2.460	43, 56	$Y=11.2458X+1007.554$
乙 苯	2.766	91, 106	$Y=22.8810X+1800.013$
间乙基苯	2.819	91, 106	$Y=24.9147X+1659.837$
二 甲 苯	2.928	91, 106	$Y=23.3038X+2074.666$

四、现场样品采集

选择气体样品吸附热解吸分析方法,并激活方法,将手持采样探头连接到仪器上,通过手持探头在现场进行采样。

点击“运行方法”仪器自动进行吸附热解吸采样、预解吸、解吸和气质联用分析;样品分析完毕后,记录实验数据和对应的标准气体浓度。

五、检测结果分析

此次作业现场检测主要针对家具厂的油漆车间及涉及有机毒物的岗位,共检测企业 41 家,采集有效样本 57 个,同时也用活性炭管采集了样品做了实验室对比,检测出的有毒物质有正己烷、苯、乙酸丁酯、二甲苯、乙酸乙酯、甲苯等 10 余种,与实验室检测基本相符,测出的毒物成分符合现场实际情况。样品色谱图见图 1,样品质谱图见图 2,样品定量信息见表 2。

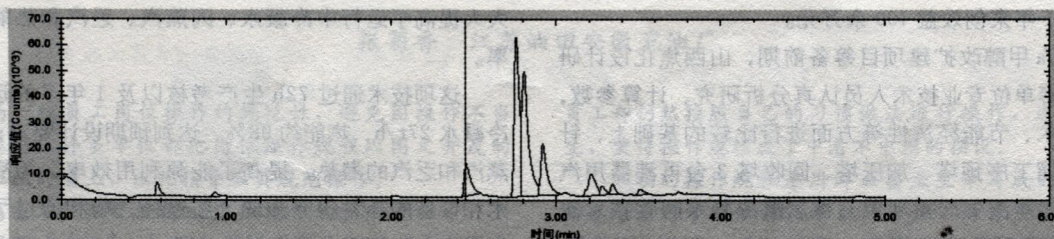


图 1 样品色谱图

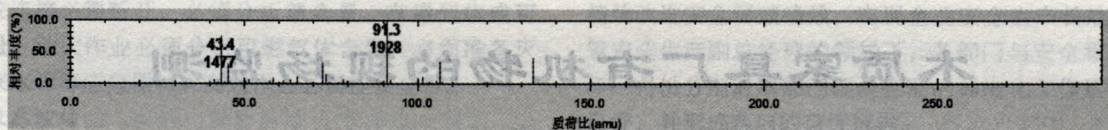


图2 样品质谱图

表2 样品定量信息

序号	保留时间 (min)	面积	峰高	物质	CAS号	含量	单位
1	0.578	8622.312	5241.947	Acetone	108247	5591.679	ppb
2	0.922	3098.860	1493.095	Ethyl Acetate	141786	537.610	ppb
3	2.450	33117.120	12957.940	Acetic acid, butyl ester	123864	2855.247	ppb
4	2.754	126700.500	61585.750	Ethylbenzene	100414	5458.694	ppb
5	2.807	140933.800	47926.970	Benzene, 1,3-dimethyl-	106423	5590.045	ppb
6	2.920	51527.220	20127.500	o-Xylene	108383	2122.079	ppb
7	3.209	26428.370	8130.712	Benzene, 1-ethyl-4-methyl	622968	1045.052	ppb
8	3.280	6793.392	3184.725	Benzene, 1-ethyl-4-methyl	622968	202.487	ppb
9	3.341	6960.614	3652.613	Benzene, 1,2,3-trimethyl-	526738	209.663	ppb
10	3.507	5283.034	2209.774	Benzene, 2-propenyl-	300572	137.676	ppb

六、总结

Mars-400 Plus 便携式气相色谱质谱联用仪有较高的灵敏度,使分析的精度更高,所测出的物质含量为 ppb 级别,而这次家具厂的监测浓度普遍较高,可以通过控制采样时间调节进样量,采集合适的现场样品量,选择对应的标准曲线进行

定量分析,得到相应的物质浓度,现场定性结果优于定量。

职业卫生现场采样时应尽量靠近工人的呼吸带,以采得现场的实际浓度,满足监测的需要。气质联用分析仪分析数据的线性范围可满足分析要求,将此款气质联用仪应用于作业场所现场有机物的监测,能简单、快速、有效地测出毒物的种类和浓度,使现场监测取得了满意的效果。□

节能减排

山西焦化蒸汽冷凝水回收 取得环保节能经济三重效益

郭慧英 李彦 山西焦化

山西焦化甲醇厂精馏工序3台再沸器用汽设备采用蒸汽冷凝水回收新技术,使资源得到循环使用,既减少能源消耗,降低生产成本,又净化生产环境,取得环保、节能、经济三重效益,投运1年来创效益400余万元。

在20万t/a甲醇改扩建项目筹备前期,山西焦化设计研究院与生产处等单位专业技术人员认真分析研究,计算参数,对工艺设备技术、节能经济性等方面进行比较的基础上,针对国内甲醇精馏工序预塔、加压塔、回收塔3台再沸器用汽设备的水量、热能流失严重现象,将蒸汽冷凝水回收技术研究成果成功运用到甲醇精馏工序设计中,突破传统技术,

利用蒸汽压力输送冷凝水,解决了以往冷凝水需动力设备输送,且带来资源浪费、污染环境等诸多难题,将工艺系统中的集水加压罐集分离、储存和输送于一体,采用自动化控制,大大提高了运行中冷凝水、闪蒸汽、乏汽和热能的回收利用。

这项技术通过72h生产考核以及1年多的运行,可回收冷凝水27t/h,热能约98%,达到预期设计要求;充分利用闪蒸汽和乏汽的潜热,提高了能源利用效率,为冷凝水回收技术和设备的开发研究开辟了新途径,顺利通过了山西省科技厅鉴定,达到国内领先水平。□