

橡胶炼胶烟气及硫化烟气中含硫化合物的GC/MS分析

高天荣* 刘剑虹

(云南师范大学分析测试中心 昆明 650092)

李卫军

(云南省职业病防治研究所 昆明)

[摘要]在KYKY-QP1000A GC/MS上,通过气体直接进样方式,对橡胶烟气中含硫化合物进行质谱分析,能避免样品在分子分离器接口的流失,有利于检出样品的微量成分。

关键词:直接进样 气相色谱/质谱 灵敏度

1 前言

炼胶烟气、硫化烟气是橡胶炼制和硫化过程中橡胶与各种化工添加剂在加温、加压条下发生复杂化学反应所生成的气体产物。其中有氮氧化物、碳氧化物、水蒸汽和硫化物等。硫化物多有强刺激和恶臭气味,空气中含有极少量的硫化物就能令人恶心、呕吐,对人体呼吸系统、眼睛及神经系统都有强侵蚀作用,还有致畸作用,是职业性肿瘤的重要诱发因素之一。

目前,多数橡胶行业仅对烟气中的有限成分制定了监测方法,原因之一是企业缺乏检测烟气中有害成分的手段和能力,也就难于制定相应的劳保措施。

我们利用KYKY-QP1000A GC/MS对几个厂家橡胶炼胶烟气和硫化烟气进行了质谱分析,确定了烟气中的主要成分,其中包括硫化氢、二氧化硫、羰基硫和甲硫醇等。

2 实验部分

2.1 实验方法

在敞开条件下直接抽取的烟气样品,其中极大部分为空气、水蒸汽,硫化物仅为千分之几到万分之几,这种样品直接通过GC送入MS检测是不行的,当样品通过分子分离器时大部分样品会被抽走,样品中相对含量少的组分就很难送到质谱计离子源。将一根长1m的毛细管插入离子源,另一端连于气相色谱进样口,由进样口注入1mL烟样品后,由

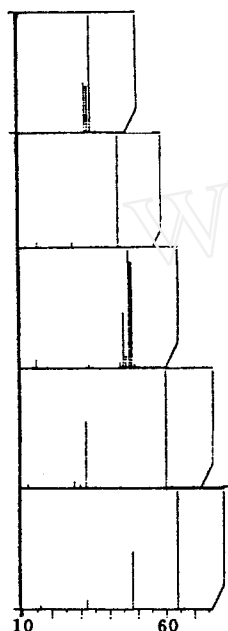
1994年3月10日收

* 通讯联系人

于离子源负压的作用,样品会直接进入离子源,这就是所谓的气体直接进样方式。

对通常条件下以气态形式存在的含硫化合物标准质谱进行比较后,发现各自特征质荷比不会相互重叠。我们完全可以在不经分离的条件下,从一张混合样品质谱图上确定它们的存在。这就是我们对烟气样品直接进样分析的基础(见图 1)。

LIBRARY SPECTRA



CAS: 7783-6-4	MW: 34	MF: H ₂ S
HYDROGEN SULFIDE (H ₂ S) (8CI9CI)		
CAS: 124-38-0	MW: 44	MF: CO ₂
CARBON DIOXIDE (8CI9CI)		
CAS: 74-93-1	MW: 48	MF: CH ₄ S
METHANETHIOL (8CI9CI)		
CAS: 463-58-1	MW: 60	MF: COS
CARBON OXIDE SULFIDE (COS) (9CI)		
CAS: 7446-9-5	MW: 64	MF: O ₂ S
SULFUR DIOXIDE (DOT) (8CI9CI)		

图 1 几种硫化物标准谱

2.2 实验条件

仪器: KYKY-QP1000A GG/MS

离子源温度: 250°C, 分离器温度: 200°C, 柱温: 100°C; EI 方式, 电子能量: 70eV。

3 结果与讨论(气体进样量 1mL)

当采集样品谱时,把质量范围设定为 30~68 m/z^+ ,避开丰度较大的水(18 m/z^+)、氮气(28 m/z^+)及 68 m/z^+ 以上的本底残留,适当加大增益,可得如下质谱(见图 2)。由于是直接进样未经色谱柱分离,不能得到较好的总离子色谱图,本文不附 TII 图。其中 O₂ 32 m/z^+ 、H₂S 34 m/z^+ 、CO₂ 44 m/z^+ 、CH₄S 48 m/z^+ 、COS 60 m/z^+ 、SO₂ 64 m/z^+ 。

```
.....
FILENAME: SMOKE. 01
COMMENT: DI
MODE: EI
EV: 70 GAIN: 3.0
IS TEMP: 250 SCAN SPEED: 5
COL TEMP: 99
```

DATA	R. T.	PEAK	MASS RANGE	BASE PEAK	TOTAL	RAWB. G.
3	3	33	31-68	19140(32)	47643	0-0
		1	32-32	19149(32)	19140	0-0

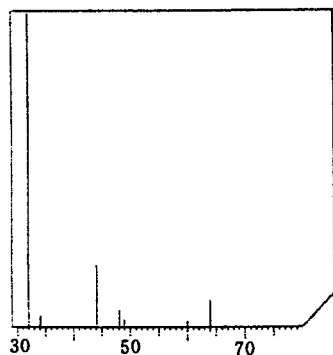


图2 所得质谱图

用气体直接进样法,在分子分离器型GC/MS上进行分析,可以避免被测组分流失,并提高检测灵敏度,特别有利于微量成分的质谱分析。

参 考 文 献

- 1 F W 麦克拉弗蒂 著. 王光辉等译. 质谱解析. 北京:化学工业出版社,1990

GC/MS Analysis of Sulphide in the Smoke of Processing and Vulcanizing Rubber

Gao Tianrong, Liu Jianhong

(Analysis and Testing Center of Yunnan Normal University, Kunming 650092, China)

Li Weijun

(Yunnan Institute of the Occupational Disease for the Prevention and Cure, Kunming, China)

Received 1994-03-10

Abstrac

Mass spectrometry analysis of sulphide in the smoke of rubber by way of direct sampling is described. The method can avoid the lose of sample through the joint hole of separator and is advantageous to determine microcomposition.

Key Words: direct injection(DI), gas chromatograph/mass spectrometry, sensitivity.