

490-491

# 气相色谱法测定空气中非甲烷总烃与一氧化碳、甲烷、二氧化碳的改进

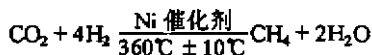
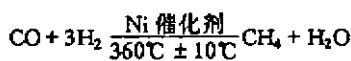
①

河南省职业病防治研究所 (郑州 450052) 孙文基 马军营 田荣彬

R122.1

X511

空气中非甲烷总烃和一氧化碳、二氧化碳含量的测定常需要两台仪器或更换色谱柱分别测定<sup>[1,2]</sup>, 甚至需要分别采样, 费时费工。本方法用净化空气和氢气作载气, 分别通入两根并联色谱柱。将同一气体样品分别注入这两根不同的色谱柱。一路随净化空气通过玻璃球填充柱进入氢火焰离子化检测器测定总烃<sup>[3]</sup>; 另一路随氢气通过碳分子筛填充柱分离后的碳氧化合物进入转化炉, 在镍催化剂的作用下转化为甲烷。依序进入同一氢火焰离子化检测器分别产生信号。测定一氧化碳、甲烷、二氧化碳。



从而得到非甲烷总烃 (总烃量与甲烷量之差即非甲烷总烃) 与一氧化碳、甲烷、二氧化碳的含量。方法简单、快速、灵敏、准确。

## 1 实验部分

1.1 仪器和试剂 色谱仪; 103 型气相层析仪 (上海分析仪器厂)。FID 检测器。镍催化转化炉 (上海分析仪器厂), 亦可自制<sup>[4,5]</sup>。管型电炉 (可控温度 500°C)。空气除烃净化管 (自制)<sup>[3]</sup>。试剂: 固定相 (1) 碳分子筛: TDX-01 (60~80 目)。(2) 玻璃微球 (40~60 目)。色标: 一氧化碳标准气: 1.14~34.21 mg/m<sup>3</sup>; 甲烷标准气: 0.65~32.7 mg/m<sup>3</sup>; 二氧化碳标准气: 630~720 mg/m<sup>3</sup>; 总烃以甲烷计。

## 1.2 测定方法

1.2.1 色谱条件 (1) 2m×3mm 不锈钢柱, 内装 40~60 目玻璃微球。(2) 2m×2mm 不锈钢柱, 内装 TDX-01 (60~80 目)。净化空气炉温度控制在 450°C±10°C (空气经 P-6201 高温催化除烃。除烃效率在 98% 以上)。镍催化转化炉温度在 360°C±10°C。柱温 60°C。汽化室温度: 70°C。检测室温度: 130°C。氢气流量: 45 ml/min (高纯氢气纯度 99.9% 以上)。净化空气流量: 玻璃球柱载气: 25 ml/min。助燃空气: 300 ml/min。

1.2.2 测定步骤 取标准气以净化空气稀释成 3~5 分种浓度的甲烷标准气, 和一氧化碳、甲烷、二氧化碳的混合标准气。分别以 1ml 定量管通过六通伐向并联

双柱分别进样。甲烷标准注入玻璃柱进入检测器测定结果标定总烃。以混合标准气注入碳分子筛柱分离后进入检测器测定结果分别标定一氧化碳、甲烷和二氧化碳。以保留时间定性。总烃出一个色谱峰保留时间为 12.5S。一氧化碳、甲烷、二氧化碳的保留时间分别为 44.5S、1min53S、4min32S。以峰高定量, 取峰高与对应的标准气质量浓度含量绘制标准曲线。以便用峰高查得对应的含量。高中低浓度范围 (见表 1) 内与峰高的相关系数大于 0.999, 线性关系良好。

1.2.3 样品测定 取样品气, 以 1ml 的定量管通过六通伐向并联色谱柱分别进样测定。

1.3 结果计算  $C = \frac{Kh}{V_0} \times 1000$

式中: C——为测定物质的浓度 (mg/m<sup>3</sup>)

K——为标准 (CH<sub>4</sub>、CO、CO<sub>2</sub>) 定量校正值 (μg/ml)

V<sub>0</sub>——换算为标准状况下的进样体积 (ml)

h——分别为测定物质的峰高 (mm)

非甲烷总烃 (mg/m<sup>3</sup>) = 总烃浓度 - 甲烷浓度

## 2 实验结果

总烃只出一个峰, 保留时间为 12.5S。按先进玻璃球柱, 紧随进碳分子筛柱, 样品在氢火焰检测器的检测中不会产生重叠性干扰。但是两次进样的先后顺序不能颠倒, 否则有可能相互干扰。各组分高中低 3 种不同浓度 6 次平行进样测定结果参数见表 1。

表 1 各组分高、中、低 3 种不同浓度测定结果参数值 (n=6)

组分	浓度 (mg/m <sup>3</sup> )	S	CV (%)	回收率 (%)
CO	1.14	0.45	4.0	102
	11.4	0.20	1.0	95
	32.2	0.20	2.0	95
CH <sub>4</sub>	0.23	0.14	2.8	106
	7.19	1.10	0.68	97.4
	19.5	0.55	1.3	100
CO <sub>2</sub>	1.80	1.09	5.1	-
	18.0	0.85	2.0	-
	54.0	1.89	3.0	100
总烃	0.23	0.48	4.7	102
	6.50	0.58	1.0	-
	19.5	0.84	1.7	96.5

从表 1 参数看出本实验方法能满足监测环境空气

质量评审和室内空气质量评价的要求。利用本方法对 某现场空气中非甲烷总烃和一氧化碳的测定值见表 2。

表 2 现场空气中非甲烷总烃、一氧化碳的测定结果

组分	样品号						
	1	2	3	4	5	6	7
CO(mg/m <sup>3</sup> )	5.04	3.98	3.53	3.16	2.83	2.81	2.39
CH <sub>4</sub> (mg/m <sup>3</sup> )	1.54	1.93	1.93	2.22	2.03	2.51	1.54
总烃(mg/m <sup>3</sup> )	3.75	5.21	5.92	2.93	2.21	2.98	1.66
非甲烷总烃(mg/m <sup>3</sup> )	2.22	3.28	3.99	0.714	0.190	0.490	0.090

### 3 讨论

3.1 总烃测定的关键是方法的灵敏度,以净化空气为载气可以消除氧效应的干扰<sup>[3]</sup>,提高灵敏度。样品气可以直接进样测出环境空气中微量的总烃含量。

3.2 注意净化气路中碱石灰变化时的更换,控制净化空气炉温在 450℃ ± 10℃,不得低于 400℃,以保持净化空气检不出烃类为合格。

3.3 一氧化碳测定的关键是一氧化碳转化为甲烷的效率。转化炉温度必须控制在 360℃ + 10℃ 的范围内。测定前需在 360℃ 通氢气 8h,使镍催化剂活化后再进行测定。另外气体流量比的选择要适当才能避去空气的干扰。

3.4 碳分子筛用一段后,应在氢气流下在 180℃ 活化 6h,以保持柱子的活性。

3.5 用铝复合膜袋采集样品可以保存 1 周对一氧化碳、二氧化碳测定没有影响。如果测定总烃应当天进

行分析测定。

3.6 本方采用氢气和空气做载气,使用预混氢焰<sup>[6]</sup>。但是氢、氧体积比低于 1:1,工作运行时气源压力恒定不会引起回火和爆鸣。但在开启仪器时应坚持通入氢气和空气就立即点火,关闭仪器时应先关掉氢气,灭火后再关掉空气。

### 参 考 文 献

1. 环境监测分析方法编写组. 环境监测分析方法. 北京:北京城乡建设环境保护部环境保护局出版,1983;208
  2. 中国预防医学科学院劳动卫生职业病研究所(主编). 车间空气监测检验方法. 北京:北京人民卫生出版社,1990:121
  3. 黄鸿恩,等. 大气中非甲烷烃的测定. 河南环境 1986;7(1、2):51
  4. 中国预防医学科学院环境卫生监测所(主编). 环境空气质量监测检验方法. 北京:北京中国科学技术出版社,1990:4
  5. 上海分析仪器厂. 103 型层析仪说明书
  6. 孙传经. 气相色谱分析原理与技术. 北京:北京化工出版社,1981:134
- (1996-11-25 收稿 1997-04-08 修回 宋艳萍编辑 张亚莲校对)

## 公共浴池水质污染状况调查

武汉市卫生防疫站(430022) 韩铁军 付秀章 李汉桥 张启生 徐云斌 李汉珍 周明乐

1996 年 4 月,对我市 15 家公共浴室池浴水质的污染状况进行了卫生学调查。

**调查方法** 15 家浴室分为两大类,甲类属现代洗浴冲浪池,乙类属普通大池。(1)采样方法:采样点在池中心点水面下 30cm 处。(2)测试方法:理化指标依照《生活饮用水标准检验方法》,细菌总数、大肠菌群依照游泳池水质检测方法,真菌检测选择马铃薯葡萄糖琼脂培养基,采用常用的平板培养法(倾注法)。

**结果和讨论** 普通大池的浊度、COD 分别为 110 度和 27.8 mg/L;普通大池细菌总数大于 30 万的占 100%,大肠菌群大于 230 个/ml 的占 100%,真菌检出率占 25%;洗浴冲浪池细菌总数大于 1000 个/ml 占 78%,大肠菌群大于 230 个/ml 的占 58%,真菌检出率 58%。有关文献<sup>[1]</sup>指出:在池浴水和池壁中分别检测

到淋球菌、滴虫和各类真菌等。由此可见,池浴污染已成为当前公共场所传播传染病(尤其是性病、皮肤病)的一大危险隐患。

由于现代浴室业的快速发展,现行的公共浴室卫生标准已表现出某些不完善性,以至不能依法严格科学地监督监测,如“标准”仅要求浊度不超过 30 度,这是不全面的,应有微生物指标的要求,才能保障其水质安全性;鉴于淋浴水均是自来水,其水质应以符合生活饮用水卫生标准为妥;洗浴冲浪池应明确其水质净化消毒的有效方法和管理要求;目前洗浴冲浪池已广泛普及,“标准”中有“不得设池浴”的提法也值得商榷。

### 参 考 文 献

1. 范春,等(主编). 环境医学进展. 第 1 版. 哈尔滨:黑龙江科学技术出版社,1995:139
- (1996-11-18 收稿 1997-01-16 修回 宋艳萍编辑 张亚莲校对)

word版下载: <http://www.ixueshu.com>

免费论文查重: <http://www.paperyy.com>

3亿免费文献下载: <http://www.ixueshu.com>

超值论文自动降重: [http://www.paperyy.com/reduce\\_repetition](http://www.paperyy.com/reduce_repetition)

PPT免费模版下载: <http://ppt.ixueshu.com>

---