# 一种简便的低浓度配气法

## ——气液平衡配气法

李贵方　潘大健
(四川维尼纶厂)

### 一、方法原理

一定温度下，物质在气液两相的浓度(单位体积的重量)符合分配定律. 向恒体积密闭容器内加入一定体积已知浓度 ($C_L^0$) 的溶液，恒温下使两相平衡；气、液相的体积比 $r\left(r=\frac{V_G}{V_L}\right)$可准确测量，如果分配系数 $k$ 已知，可按下式求出相应气相浓度 ($C_G$). 平衡气相可作色谱标准气使用.

$$C_G=\frac{C_L^0}{k+r} \qquad (1)$$

向含有底气和组份气的恒体积密闭容器内加入一定体积纯溶剂，平衡时若无气相损失，解物料恒算式 $C_G^0V_G=C_GV_G+C_LV_L$ 得:

$$k=r\left(\frac{C_G^0-C_G}{C_G}\right)=r\left(\frac{S_G^0-S_G}{S_G}\right) \qquad (2)$$

式中，$C_G^0$、$S_G^0$ 分别表示起始气相浓度和色谱信号大小. $C_G$、$S_G$ 分别表示加入溶剂后平衡气相浓度和色谱信号大小. 这样，根据加入溶剂前后测得的色谱信号由(2)式算出分配系数，使方法同样适合于分配系数未知的物质.

### 二、实验部分

1. 仪器　国产 103 型气相色谱仪 (作如图 1 的变动).

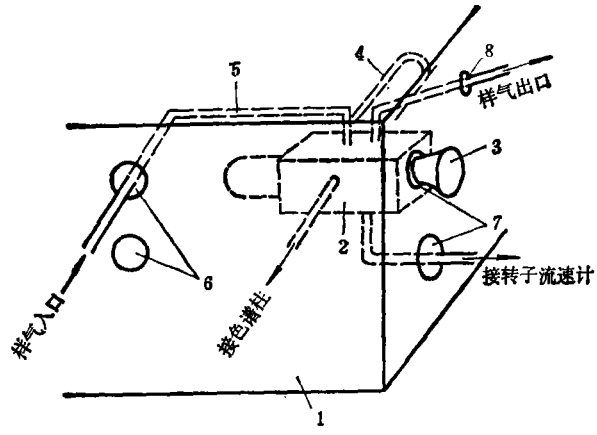


图 1　进样气路示意图

1.柱烘箱　2.拉杆阀　3.拉杆头　4.定量管　5.聚四氟乙烯管　6.进样口　7.热导池固定孔　8.温度计孔

CS-501 超级恒温水浴.

平衡进样器：由校正过刻度的 100 毫升医用注射器加一玻璃夹套组成(见图 2).

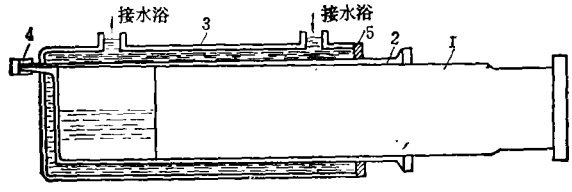


图 2　平衡进样器示意图

1.注射器推塞　2.注射器外筒　3.夹水套　4.硅橡皮罩　5.用环氧树脂密封的胶塞

2. 操作　(1) 分配系数的测定：向体积约为 10000 毫升已抽成负压的配气瓶中注入约 20 微升欲测物质，让其完全气化. 用底气充成正压，摇匀，得浓度为 $C_G^0$ 的混合气(难气

化物质可用其饱和蒸气稀释). 用平衡器吸入此混合气，恒温 10 分钟后注入色谱仪，测得信号大小为 $S_G^0$. 再准确吸入 100 毫升混合气，用帽罩紧. 从硅橡皮塞注入适量溶剂(溶剂体积等于加入重量除以平衡温度下的比重)，同样温度下恒温30分钟使两相平衡. 把气相注入色谱仪，相同条件下测得信号大小 $S_G$，由 2 式计算分配系数. (2) 标准气的配制：根据欲配气体浓度和分配系数预算出相应溶液浓度 $C_L^0$，准确配制浓度为 $C_L^0$ 的溶液，取适当体积该溶液注入平衡进样器内筒，恒温平衡 10 分钟. 这时，平衡气相浓度可由 (1) 式计算. 用含有多组份的溶液平衡还可得到相应组分的混合气.

3. 结果　笔者实测了 9 种物质的分配系数与文献值相符，并用此法配制 24 种标准气与普通常压配气法比较，两种方法相差 10% 以内(实验数据略).

## 三、讨　论

提高分配系数测定准确度和严格控制温度是保证配气准确度的关健. 为此，须提高信号测量特别是小峰测量 $S_G$ 的精度，大小峰应有足够的差别，溶剂加入量不宜太少，因针筒壁渗入少量溶剂会引起误差. 若平衡温度与室温相差 30℃ 之内，针筒内达到恒温水浴同样温度的滞后时间 < 5 分钟.

此外，还须注意以下几点：

1. 吸附和其它损失对配气的影响　如果物质因吸附等原因在气相造成损失，这时，物料恒算式为：

$$V_L C_L + V_G C_G = V_L C'_L + V_G C'_G + q \quad (3)$$

式中，$C_G$, $C_L$ 和 $C'_G$, $C'_L$ 分别表示有无气相损失时气相和液相的浓度. $q = V_G \Delta C_G$ 表示物质在气相的损失量，其中 $\Delta C_G$ 表示气相损失引起的气相浓度变化. 代入 $k$ 值由 3 式导出要配制一定准确度的标准气，$k$、$r$ 值满足下式即可：

$$\frac{k}{r} \geqslant \frac{\delta'}{\delta} - 1 \quad (4)$$

式中，$\delta$ 表示配气允许误差，

$$\delta' = \frac{\Delta C}{C_G}$$

表示气相损失在该浓度引起的相对误差.

2. 液相浓度的影响　分配定律适用于稀溶液，浓度增加分配系数略有变化. 但在某一浓度范围可认为是常数. 对严格的分析，从文献查找或实测分配系数时应注意相应的浓度范围.

3. 气相使用体积　用 1 毫升定量管每次进样约消耗 15 毫升气体，使用 100 毫升医用注射器作平衡进样器已能满足色谱分析的要求. 如果还要增大气体使用体积，平衡气相用完后可重新吸入底气多次使用. 最大允许的使用次数 $P$ 可由〈1〉式导出：

$$P \leqslant \frac{\lg(1-\delta)}{\lg\left(\frac{k}{k+r}\right)} \quad (5)$$

# 湖泊环境科学学术讨论会在杭州召开

我国第一次湖泊环境科学学术讨论会，于 1982 年 10 月 15 日至 20 日在杭州举行. 这次会议是受中国科学院环境科学委员会委托，由中国科学院南京地理研究所和杭州市环境保护科学研究所联合召开. 参加这次会议的，有全国从事湖泊环境保护工作的科研、教学、监测和管理部门共 46 个单位的 77 名代表.

会议收到有关湖泊监测、湖泊综合调查与评价、湖泊水质富营养化、湖泊的农药和重金属污染、湖泊的环境生态、水利工程对湖泊环境的影响、湖泊水质标准和水质规划以及湖泊污染防治技术等方面内容的论文和报告共 55 篇，比较全面地反映了当前我国湖泊环境科学研究工作的进展. 会议建议 1984 年在武汉市召开第二次讨论会. (顾丁锡 舒金华 供稿)