

1980年7月18日2、7时探空资料为:

$$\frac{1.0 \times 288 \times 1.7 \times L}{298 \times 1 \times H} = 1.64 \frac{L}{H},$$

对应19日全市13个环境监测点的SO₂平均浓度为0.0612毫克/米³。

1.64:0.0612 = 0.63:x, x = 0.024毫克/米³
即可预报1982年7月10日全市区SO₂平均浓度值为0.024—0.025毫克/米³。但从历史资料看,最低值为0.03毫克/米³,故预报10日全市区SO₂平均浓度值为0.03毫克/米³(实况0.023毫克/米³)。

例2 1982年1月8日和预测的9日的天气形势与1978年1月20日和21日天气形势和气象条件相似,将其值代入(1)式。1978

年1月20日2、7时值求得 $M_i = 13.7 \frac{L}{H}$,

全市区7个环境监测点测得21日SO₂平均浓度值为0.156毫克/米³。1982年1月8日

2、7时值求得 $M_i = 14.4 \frac{L}{H}$, 即:

$$13.7:0.156 = 14.4:x, x = 0.164 \text{ 毫克/米}^3$$

根据统计,13个环境监测点的平均值比7个环境监测点的平均值低。故预报1982年1月9日全市SO₂平均浓度值为0.155毫克/米³(实况0.164毫克/米³)。

用上述比较法找相似再加上计算是一种行之有效的方法,能使我们的预报大体上符合实际情况。

橡胶工业中炼胶(素炼)烟气组份的初步分析*

胡振元 钱锡兴 陈 瑛 严鸿才**

(中国科学院上海有机化学研究所)

轮胎厂的炼胶车间在对生橡胶加热到180℃后,置于密炼机上进行轧炼时,有大量气体放出,严重污染环境,但其组成国内尚未见报道。本文采用冷冻浓集法采样,富集气体样品在102G气相色谱仪上用氢火焰检测器测得42个峰的色谱图,经色-质谱定性初步鉴定了46个化合物,主要是烷烃、烯烃和芳香烃等聚异戊二烯橡胶的裂解产物。

实 验 部 分

一、采样 烟气样品通过无水碳酸钾干燥管(φ12×350玻璃管),吸除气样中的水蒸气,然后进入置于液空冷阱中的装有玻璃小球的富集管(φ8×150U形玻璃管)。采样流速由大气采样器控制在0.8—1.0升/分,气样进口放置在密炼机操作岗位离地1.7米高度。采气样总体积20升。

解吸 采样后从冷阱中取出富集管,置于加热炉中。原进口端接上100毫升针筒,出口端接上氮气。加热炉升温到180—200℃并保持30分钟后,徐徐通入氮气(流速约10毫升/分),此时所富集的有机物质进入100毫升针筒。收集解吸气体60毫升,此针筒保持60—80℃,气样即可供气相色谱仪分析用,富集率约300倍。

系统空白试验 采样前进行空白试验,先把采样系统置于室外空场,采20升大气样品,以同样方式解吸。系统空白试验未出现色谱峰响应。此外在采20升大气样时加入一定量的丁二烯和苯标准气体,然后富集解吸和气相色谱分析,从丁二烯和苯的色谱峰

* 本工作得到上海试剂一厂吴清豪同志的帮助,谨此致谢。

** 在上海职业病防治研究所工作。

算出富集效率。

二、气相色谱条件

色谱柱：3m × 4mm (内径) 玻璃柱，10% 阿匹松 L/上试 201 硅烷化担体，60—80 目。

载气：氮气，25 毫升/分。

柱温：60℃ $\xrightarrow[程序升温]{2^\circ\text{C}/\text{分}}$ 120℃ 保持恒温。

进样温度：150℃。

氢火焰检测器：灵敏度 10000、衰减 1/8，氢气 35 毫升/分、空气 600 毫升/分。

进样量：2 毫升。

结 果 和 讨 论

一、采样 素炼的原料是天然橡胶、氧化锌和 2-硫醇基苯骈噻唑，在 180℃ 密闭搅拌后，密炼机上敞开轧炼，伴随放出大量烟气，其组成复杂，但含量较低，直接取气体进样，得不到色谱响应。曾试验了以硅胶 (Davco) 或 GDX-105 为吸附剂的低温吸附富集法(干冰+丙酮为冷阱)，发现硅胶解吸困难，重现性差，而 GDX-105 在系统空白试验时本底较大，两者都难以符合富集之要求。

装有 40—60 目玻璃小球的 U 形富集管，

表 1 炼胶烟气的主要成份*

峰号	分子量	化合物	峰号	分子量	化合物
1		未知	23	112	二甲基环己烷
2		未知	24	126	三甲环己烷
3	72	2-甲基丁烷	25	106	二甲苯
4	72	正戊烷	26	128	异壬烷
5	74	乙醚			(十二甲苯)
6	84	二氯甲烷	27	126	甲基乙基环己烷
7	86	正己烷	28	128	异壬烷
8	56	丁烯-1	29	128	3-甲基辛烷
8	86	异戊醇	29	106	乙苯
9	86	异戊烷	30	126	壬烯
		(1-氯丙烯)	31	98	异己烯酮
10	100	2,4-二甲基戊烷	32	142	2,6-二甲基辛烷
11	84	甲基环戊烷	32	140	4-乙基辛烯-2
12	119	氯仿	33	120	丙苯
13	100	2-甲基己烷	34	142	异癸烷
14	100	异庚烷	34	120	甲乙苯
15	114	正辛烷	35	140	异癸烯
16	112	辛烯	36	120	1,2,3-三甲苯
17	98	1,1,2,2-四甲基环丙烷	37	120	三甲苯
18	114	异辛烷	38	134	二乙苯
19	114	异辛烷	39	134	丁苯
20	114	异辛烷	40	-	未知
21	112	1,2-二甲基环己烷	41	134	丁苯
21	92	甲苯	42	156	十一碳烷
22	126	正壬烷	42	134	1,4-二乙苯

* 质谱定性的化合物都未经标样进一步核对。

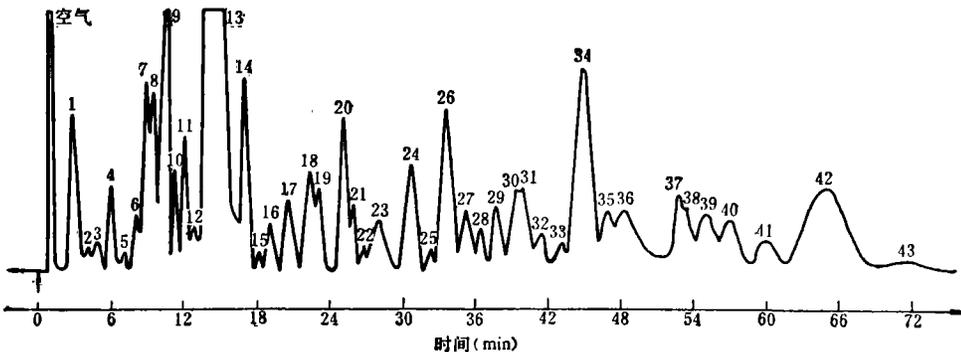


图 1 炼胶烟气的色谱图。

色谱柱：10%阿匹松L/上试201硅烷化担体(60~80目)，3m × 4mm (内径)玻璃柱。

载气：He, 20ml/分 柱温：60℃ $\xrightarrow[程序升温]{2^\circ\text{C}/\text{分}}$ 120℃ (恒温)，进样温度 215℃，分离器温度 186℃，

管道温度 184℃。纸速 1cm/分。MAT-111 GC-MS 电子电离能量 70eV。

置于液空冷阱中,冷却富集样品再加热解吸,气相色谱进样。色谱图上出现 42 个色谱峰,数十次实验结果表明,重现性较好。

解吸温度取 180—200℃,低于此温度解吸不完全。解吸时,富集管在此温度保持 30 分钟,即可定量解吸。

二、气相色谱分析 试验了 5% SE-52/上试 201 担体(60—80 目),10% 角鲨烷/上试 201 担体(60—80 目),10% 甲基乙烯基硅橡胶/上试 201 硅烷化担体(60—80 目),10%

阿匹松 L/上试 201 硅烷化担体(60—80 目)等固定相,其中以 3 米×4 毫米(内径)玻璃柱 10% 阿匹松 L/上试 201 硅烷化担体(60—80 目)为固定相比较好,共分得 42 个色谱峰。

三、色谱-质谱定性 在 MAT-111 色谱-质谱仪上得色谱图如图 1 所示,测得 90 张质谱图中,初步鉴定出了 46 个化合物(表 1),主要是烷烃、烯烃和芳烃等聚异戊二烯橡胶的裂解产物。

大气飘尘中多环芳烃的气相色谱测定*

洪伟雄 杨小贝

(北京市环境保护科学研究所)

多环芳烃主要来自煤和石油等有机物的不完全燃烧,是较为广泛存在的环境污染物,也是目前人们所发现的致癌物中较强的一类^[1],随着工业的不断发展,多环芳烃的产生和积累速率不断上升^[2]。

我们采用弹性石英毛细管气相色谱成功地分离了 15 种多环芳烃混合物,其中包括菲和蒽、苯并(a)蒽和蒽、苯并(e)芘和苯并(a)芘等三对难分离异构物质对,并应用该法测定了北京市不同功能区大气飘尘中 16 种多环芳烃的含量。所测定的 16 种多环芳烃均用气相色谱/质谱联用仪(GC/MS)进行确证。

一、主要仪器

1. 气相色谱仪 日本岛津公司 GC-7AG 气相色谱仪,配有氢火焰离子化检测器和 C-RIA 型数据处理器。

2. 4510 型 GC/MS 美国 Finnigan 公司。

二、大气飘尘样品

使用大流量采样器,以 60 米³/小时的流量采集飘尘样品。共采集 8 个样品, S-01,

清洁对照区(圆明园蓬岛瑶台)冬季样品(7516 米³)。S-02, 清洁对照区夏季样品(6396 米³)。S-03, 居民区(东城区卫生防疫站院内)冬季样品(8003 米³)。S-04, 居民区夏季样品(7749 米³)。S-05, 商业区(西单十字路口)冬季样品(8165 米³)。S-06, 商业区夏季样品(8003 米³)。S-07, 工业区(石景山区卫生防疫站院内)冬季样品(9108 米³)。S-08, 工业区夏季样品(7862 米³)。

三、样品前处理

样品进行常规前处理,色谱柱为直径 3.0 厘米,长 35 厘米的玻璃柱,内装 100 克 60—80 目硅胶,装柱前硅胶用甲醇洗涤置于 150℃ 烘箱中活化 18 小时。

四、气相色谱分离与测定

色谱条件 色谱柱: 弹性石英毛细管柱,长 24 米,内径 0.21 毫米; 检测器: FID; 柱温: 150℃,保持 2 分钟,然后以 4℃/分速

* 本工作得到赵振华工程师指导,样品由北京市卫生防疫站协助采集,全文熠、许征帆、田德海、马丹同志参加部分试验,在此一并致谢。