

活性炭管-气相色谱法测定空气中的苯及其同系物的研究

叶能权 陆展荣 童映芳 陈利萍

(广东省劳动卫生职业病研究所)

气相色谱法测定空气中的苯、甲苯、二甲苯已经广泛应用,过去多用注射器采样,注射器的壁对有机气体容易吸附,样品在注射器中不稳定,采样后必须迅速测定,否则会使结果偏低。近年来国外多用固体吸附剂采集有机蒸气及农药等有害物质^[1-4],然后用有机溶剂如二硫化碳解脱,再用气相色谱法测定。本文讨论用不同的固体吸附剂对苯及其同系物的吸附效果进行初步筛选,并对活性炭管采集空气中的苯、甲苯、二甲苯的采样效率、样品在活性炭中的稳定时间、二硫化碳对苯、甲苯、二甲苯的解吸效率进行试验。

一、实验方法

1. 主要仪器及试剂

(1) 采样管 长 8—10 厘米,内径为 4 毫米的玻璃管。

(2) 气相色谱仪 2305 全型,氢火焰离子鉴定器。

(3) 活性炭 (20—40 目) 上海活性炭厂 (色谱分析用) 产。提纯方法: 于 300—400℃ 中通氮气 4—5 小时,置于洁净的瓶子中盖紧备用。

(4) 二硫化碳 取 2 微升在气相色谱的测定条件下进样,苯、甲苯、二甲苯的峰高不能大于信噪比的 5 倍,否则应提纯。

(5) 玻璃棉 200℃ 中烘 2 小时。

2. 活性炭采样管的制作

将采样管两端装进活性炭,中间用少许

玻璃棉隔开,空气进口端装 150 毫克,另一端装 75 毫克,在采样管的两端各放入一小团玻璃棉,固定活性炭在管中的位置,装好后立即用橡皮套封紧管的两端备用。

3. 采样

将活性炭采样管连接于采样器的气路上,以 0.5 升/分的速度采取适量空气。

4. 样品测定

取出采样管两端的玻璃棉,将二部分的活性炭分别倒入 5 毫升的离心管中,然后,在每个管中加 1.0 毫升二硫化碳,塞紧管塞,浸泡 2—3 小时,取 2 微升样液用气相色谱法测定苯及其同系物的含量。

二、结果和讨论

1. 活性炭管对苯及其同系物的穿透容量

在活性炭,色谱担体,硅胶,分子筛等对苯及其同系物吸附效果研究的基础上,选取活性炭对苯及其同系物的穿透容量进行进一步实验,活性炭管对苯、甲苯、二甲苯的穿透容量分别为 2.6, 8.4, 8.3 毫克/150 毫克活性炭, (指一支活性炭管同时吸附苯、甲苯、二甲苯)。若上述三物在空气中的浓度分别为 40, 100, 100 毫克/立方米时 (相当于卫生标准), 用该活性炭管以 0.5 升/分的速度采样 10 分钟,所采样品中苯、甲苯、二甲苯的实际含量为 200, 500, 500 微克,分别是穿透容量的 1/13, 1/17, 1/17, 说明活性炭管对三种物质的吸附有很大的潜力,即使浓度比卫生标

准大 10 倍吸附仍是完全的。

2. 二硫化碳对苯及其同系物的解吸效率

将苯 13.2 微克, 甲苯 26.0 微克, 二甲苯 52.7 微克的标准样加到 150 毫克活性炭管中, 平衡一个晚上, 使其充分吸附, 再用 1.0 毫升二硫化碳解吸, 平均解吸率(各为 10 次测定结果) 分别为 $90.3 \pm 3.6\%$, $90.9 \pm 3.4\%$, $92.4 \pm 3.4\%$ 。再取苯(200 微克), 甲苯 500 微克, 二甲苯 500 微克的标准样, 重复以上实验, 平均解吸率(各为 8 次测定结果) 分别为 $91.4 \pm 3.8\%$, $90.3 \pm 4.1\%$, $91.7 \pm 2.9\%$, 结果表明活性炭采集苯及同系物后, 用 1.0 毫升二硫化碳浸泡 2—3 小时的解吸方法是可行的。

3. 苯及其同系物在活性炭中的稳定时间

使活性炭吸附苯 10.1 微克, 甲苯 20.7 微克, 二甲苯 48.6 微克, 在室温下放置 5 天, 测其含量, (各为 8 次测定结果) 平均为 9.3, 20.3, 46.3 微克, 浓度分别下降了 7.9%, 1.9%, 4.7%, 结果表明, 苯及同系物在活性炭中放置 5 天, 浓度没有明显变化, 它们在活性炭管中比较稳定, 样品采集后不能立即测定也不会影响测定结果。

4. 活性炭管对苯及其同系物的采样效率

以 0.5 升/分的速度现场采样 10 分钟, 当空气中苯、甲苯、二甲苯的浓度分别为 177.1—354.3, 23.1—150.3, 2.9—46.1 毫克/立方米时, 采样管进气端的活性炭(150 毫克)对三种物质的吸附率分别为 98.8—99.5%, 98.5—99.8%, 100.0%, 说明实际应用时采样管只需装 150 毫克活性炭就可达到采样要求。

三、小 结

活性炭管价廉易得, 对苯及其同系物的吸附效果良好, 样品在管子中稳定时间长, 现场采样效率高, 二硫化碳对苯及其同系物的解吸效率大于 90%, 且携带方便, 适于现场应用。用气相色谱法可同时测定样品中多种有机物。

参 考 文 献

- [1] Toshiko, H., *J. Am. Ind. Hyg. Ass.*, **40**(12), 1091(1979).
- [2] Charles, L. F., *ibid.*, **36**(4), 278(1975).
- [3] George, G. E., *ibid.*, **38**(8), 401(1977).
- [4] Bamberger, R. L., *ibid.*, **39**(9), 701(1978).

含氮交联淀粉的研制及其用于 除去重金属离子

田汝川 赵慰深 于九皋 刘 瑛 龙玉英 陈炎泉

(天津大学化工系)

概 述

淀粉是自然界中资源丰富、分布很广的一种天然多羟基高聚物。自 60 年代初期, 就有人开始研究以淀粉为骨架的离子交换剂^[1-3]。但是, 作为一种廉价的离子交换材料

被广为研究, 并用来代替、补充以石油化工原料合成的离子交换树脂, 尤其是将其用于处理重金属工业废水方面, 还是从 70 年代初期世界石油危机以后才开始的^[4-6]。其中, 美国农业部北部地区研究中心(N. R. R. C) Wing, R. E. 等人的工作尤为出色。他们先