

卫星厂房中总烃含量的测定

李志鲲 彭清涛 丛继信 胡文祥

(总装备部军事医学研究所 北京 100101)

摘要 本文采用气相色谱法测定某卫星厂房中的总烃,色谱柱为 GDX-403 填充柱(2m×3mm),柱温 180℃。氢火焰离子检测器,检测室温度为 250℃。氮气作载气,流速 55mL/min。实验表明,该方法准确可靠,可用作环境空气中总烃的测定。

关键词 总烃 气相色谱 卫星测试厂房

1 前言

碳氢化合物是炼油装置中的高温裂解和催化裂解、炼焦和汽车废气的产物。也存在于天然气、油田气中。对大气造成污染的一般是具有挥发性的碳氢化合物。目前引起人们注意的是大气中二氧化氮与碳氢化合物在紫外光照射下,经复杂的光化学反应所产生的光化学烟雾。考虑到产生的光化学烟雾对卫星上设备的影响,必须控制厂房内空气中总烃的含量。

2 实验部分

2.1 仪器与标准气体

HP6890N 气相色谱仪, FID, Agilent 化学工作站。

催化除烃反应管:长 120mm,内径 8~9mm 不锈钢管内装数克钯/6201 催化剂,在进气管前按 1m 长,内径为 4mm 的不锈钢预热管;管形电炉:最高使用温度不小于 500℃,可自动控温,用于催化除烃反应管加热。

空气过滤净化器:净化管内分别装硅胶,5A 分子筛、碱石棉;注射器:1mL(气密注射器)、100mL。

钯/6201 催化剂:取一定量的氯化钯(PdCl_2),在酸性条件下用去离子水将其溶解。溶液用量要能浸没 10g 60~80 目 6201 担体为宜。放置 2h,在轻轻搅拌下将其蒸干,然后装入 U 型管内,置于加热炉中,在 100℃通入空气烘干 30min。再升温至 500℃灼烧 4h,然后将温度降低至 400℃,用氮气置换 10min 后,再通入氢气还原 9h。再用氮气置换 10min 即得到黑褐色钯-6201 催化剂。

除烃净化空气:经硅胶、5A 分子筛、碱石棉过滤净化后导入管式电炉加热 450~500℃范围的催化除烃反应管,流出气即为除烃空气(总烃含量小于 $0.01\text{mg}/\text{m}^3$)。

甲烷标准气:钢瓶装 $7.14\text{mg}/\text{m}^3$ 。使用时,用 100mL 注射器逐级用高纯氮气稀释成 $0.36\sim 7.14\text{mg}/\text{m}^3$ 的甲烷标准气体。

2.2 气相色谱分析条件

色谱柱:GDX-403,柱长 2m,内径 3mm 不锈钢柱。柱温:80℃。汽化室温度:100℃。检测室温度:250℃。

载气:氮气,恒流 55mL/min。氢气流量:45mL/min。助燃空气流量:500mL/min。

色谱柱的老化:将填好的色谱柱一端接到进样口上,另一端不接检测器,用流速的载气通入,柱温升温至 220℃老化 24h,然后将色谱柱接入色谱系统,待基线走平直为止。

2.3 样品采集

用 100mL 注射器抽取现场空气,冲洗注射器 3~4 次,然后采气样 100mL,密封进气口,垂直放置,带回实验室分析。样品在 12h 之内测定。

2.4 标准曲线及测定方法

绘制标准曲线:用净化去烃空气将已知浓度甲烷钢瓶气体逐级稀释配制浓度为 $0.36\sim 7.14\text{mg}/\text{m}^3$

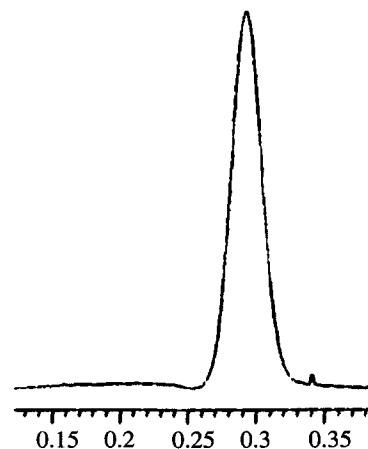


图 1 甲烷标准气相色谱图

范围内 4 个浓度点甲烷标准气,另取净化去烃空气为零浓度点气。取各个浓度点标准气体,用 1mL 气密注射器按气相色谱测试条件进样测定色谱图(见图 1),得各个浓度点的色谱峰和保留时间,每个浓度点重复进样 3 次,测量峰面积的平均值。以甲烷含量(mg/m^3)为横坐标,平均峰面积为纵坐标,绘制总烃标准曲线。分别测定样品的峰面积及除烃净化空气峰面积,以下式计算总烃的含量。

$$C_T = E \times (A_i - A_n) / A_s$$

C_T —气样中总烃浓度(以甲烷计) mg/m^3 ;

E —甲烷标准气浓度, mg/m^3 ;

A_i —样品中总烃的峰面积;

A_n —除烃净化空气峰面积;

A_s —甲烷标准气的峰面积。

2.5 方法精密度和回收率

分别做三个浓度 1.0mL 甲烷标准气 (0.21~7.14 mg/m^3) 通过气密注射器进 GDX-403 柱进行测定,重复进行 6 次测定,RSD=2.1%。总烃回收率在甲烷浓度 0.21 mg/m^3 和 3.60 mg/m^3 时回收率为 102%和 98%。

3 结果和讨论

由于空色谱柱在测定条件下保留时间很短,不

利于测定色谱峰的面积,我们采用 GDX-403 填充柱以增加柱阻尼,使总烃峰保留时间延长为 0.3min。对于 FID 来说,氢氮比为 1:1.2 可获得最佳响应值,当氢气流速 45 mL/min 时,载气(N_2)流量 55 mL/min 已足够大,不必再增加尾吹氮气。同时作为助燃气的压缩空气必须进行净化处理,否则在样品测定时会出现倒峰,影响定量结果。钨/6201 催化剂使用前如果不进行充分的活化处理,将得不到理想的除烃效果。

我们用建立起来的总烃测定方法对某卫星厂房的室内外 9 个空气样品进行测定,结果如下。

表 1 厂房样品测定结果

编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
测试结果 mg/m^3	1.4	1.2	0.8	0.7	1.1	1.6	1.0	1.3	1.2
平均值 mg/m^3				1.1			1.2		

备注:1#—6# 样为卫星测试间样品,7#、8# 为 BS2 大厅样品,9# 为室外大气样品。

参考文献

- 1 刘虎威. 气相色谱方法及应用,北京:化学工业出版社,2001
- 2 吴方迪. 色谱仪器维护与故障排除,北京:化学工业出版社,2001

Determination of total hydrocarbons in air by gas chromatography

Li Zhikun Peng Qigtao Cong Jixin Hu Wenxiang

(Institute of Military Medicine, Headquarters of General Equipment, Beijing 100101)

Abstract In this paper, we established a GC with FID method to determine total hydrocarbons in air. GDX-403 Packed column (2m×3mm) was selected and the temperature of column was 80 °C. As the carrier gas, N_2 flowed at 55 mL/min, The method is accurate and reliable. We discussed a few of factors which affected the results of determination as well.

Key words Total hydrocarbons Gas chromatography Satellite testing workshop

中国科学器材产销联合会赵春山理事长会见 日本科学机器团体联合会访华代表团

9月3日下午4时在上海东锦江大酒店,中国科学器材产销联合会理事长、中国科学器材进出口总公司常务副总经理赵春山先生会见了日本科学机器团体联合会访华代表团(共60余人)。在亲切友好的气氛中,首先赵春山理事长致词表示欢迎,随后日本科学器材联合会、国际委员会委员长竹田启司先

生介绍该会的相关情况,赵理事长非常愉快地回答了日本科学机器联合会国际委员会副委员长长谷川寿一先生所提出的几个问题,并且还向客人们介绍了中国改革开放的发展情况,以及中国加入世界贸易组织后的相关情况。双方均表示了交流合作的意向,在热烈的掌声中双方互赠了纪念品。