



普通高等教育“十一五”国家级规划教材

环境化学实验

(第二版)

董德明 朱利中 主编



高等教育出版社
Higher Education Press

普通高等教育“十一五”国家级规划教材

环境化学实验

第二版

董德明 朱利中 主编

高等教育出版社

内容提要

本书是普通高等教育“十一五”国家级规划教材,也是普通高等教育“十一五”国家级规划教材《环境化学》(第二版)(高等教育出版社,2006)的配套教材。

本书根据第一版的教学使用情况,以及学科发展的现状,在第一版的基础上增加了一些新的实验内容和方法。为使学生通过实验课程得到更加全面、系统的科研训练,在注重传统的基本训练的同时,加大了综合性实验的比例。全书包括29个实验,其内容涵盖空气、水、土壤以及生物样品中无机或有机污染物的浓度水平、存在形态、迁移转化规律以及重要的污染控制化学原理和方法。本教材既注重对学生在环境化学领域基本实验技能的培养和锻炼,同时也反映了环境化学领域当前国际最新研究动态和研究方法,具有内容丰富、选材新颖、涉及面广和适应性强等特点。

本书可作为高等学校环境科学专业与环境工程专业本科生或研究生的专业教材,也可以作为环境科学工作者从事科学研究工作的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

环境化学实验/董德明,朱利中主编.—2版.—北京:
高等教育出版社,2009.1
ISBN 978-7-04-025234-7

I. 环… II. ①董…②朱… III. 环境化学-化学
实验-高等学校-教材 IV. X13-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2008)第176384号

策划编辑 陈文 责任编辑 谭燕 封面设计 于文燕
责任绘图 尹莉 版式设计 张岚 责任校对 胡晓琪
责任印制 朱学忠

出版发行 高等教育出版社
社址 北京市西城区德外大街4号
邮政编码 100120
总机 010-58581000

经销 蓝色畅想图书发行有限公司
印刷 北京明月印务有限责任公司

开本 787×960 1/16
印张 9.25
字数 170 000

购书热线 010-58581118
免费咨询 800-810-0598
网址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landrace.com>
<http://www.landrace.com.cn>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

版次 2002年7月第1版
2009年1月第2版
印次 2009年1月第1次印刷
定价 13.20元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究
物料号 25234-00

第二版前言

《环境化学实验》第一版(高等教育出版社,2002)自出版发行以来,被全国众多高等学校广泛采用。六年来,随着环境科学的迅速发展,环境化学的研究内容、研究方法以及实验技术又有了新的发展。为进一步完善《环境化学实验》一书,在广泛听取读者意见的基础上,我们对该书进行了修订。由于《环境化学实验》(高等教育出版社,2002)一书是《环境化学》(高等教育出版社,1997)的配套教材,而后者已于2006年修订后发行了第二版,因此《环境化学实验》在修订时注意密切配合新版《环境化学》第二版(高等教育出版社,2006)的内容,增加了一些新的实验内容和方法。同时,为使学生通过实验课程得到更加全面、系统的科研训练,在注重传统的基本训练的基础上,本书还加大了综合性实验的比例。修订后的教材增加了实验数目,使得教学单位的选择余地进一步增大。《环境化学实验》(第二版)内容仍然包括了污染物在空气、水、土壤、生物体系中的迁移转化规律的研究以及环境中重要污染物和一些重要污染指标的分析、监测和评价,此外还增加了污染物污染控制的化学原理和实验方法。

本次修订工作仍然由吉林大学环境与资源学院和浙江大学环境与资源学院共同完成。书中实验一、二、三、六、七、八、十、十九、二十、二十二、二十三和二十四由浙江大学环境与资源学院朱利中教授、陈宝梁教授和沈学优教授修订和编写,实验四、五、九、十一、十二、十三、十四、十五、十六、十七、十八、二十一、二十五、二十六、二十七、二十八、二十九及附录部分由吉林大学环境与资源学院董德明教授、康春莉教授和花修艺副教授修订和编写。全书由董德明教授和朱利中教授修改定稿。

在教材的编写过程中,编者还参考、借鉴了其他兄弟学校的环境化学实验教材,如书中的实验四、二十九的主要内容摘自南京大学出版社出版的《环境化学实验》一书,实验十六、十七、二十一的部分内容也重点参考了该书。在此,向该书的作者表示衷心的感谢。

此外,在本书的修订再版过程中,高等教育出版社陈文副编审再一次给予了大力的支持和帮助,提出了许多宝贵的建议,在此一并致谢。

由于编者水平有限,书中错误在所难免,敬请读者批评指正。

编者

2008年6月

第一版前言

环境化学是一门综合性非常强的学科,它所涉及的理论知识和实验技能的范围都是非常广泛的。掌握必要的环境化学的实验技能对于我们理解和认识环境化学的有关理论,从事环境化学的研究工作有着非常重要的意义。

由于环境科学的不断发展,环境化学的研究内容日益丰富,所涉及的实验方法和实验手段也在不断地改进。为了满足人们学习和掌握环境化学实验技能的迫切要求,在教育部高等学校环境科学教学指导委员会和高等教育出版社的帮助和支持下,我们完成了《环境化学实验》的编写。本教材既注重对学生基本实验技能的培养和锻炼,同时也反映了本学科当前国际最新研究动态和研究方法。

本书的实验内容主要包括污染物在大气、水、土壤以及生物中的迁移转化规律的研究,考虑到课程体系的完整性,部分实验内容也涉及了环境中重要污染物和一些重要污染指标的分析、监测和评价。此外,为保证学生对有关知识的整体认识,书中部分实验内容较多,需时较长,教师可根据具体情况进行安排。

本书是由吉林大学环境与资源学院和浙江大学环境与资源学院在各自的环境化学实验教材和讲义的基础上共同编写的。因此,它是两所学院众多教师集体智慧的结晶。书中实验一、二、五、六、七、九、十六、十八、十九和二十由浙江大学环境与资源学院朱利中、沈学优和陈宝梁编写,实验三、四、八、十、十一、十二、十三、十四、十五、十七、二十一、二十二、二十三以及附录部分由吉林大学环境与资源学院董德明和康春莉编写,最后由董德明和朱利中对全部书稿进行了审阅和修改。

本书编写过程中,编者还参考、借鉴了其他兄弟学校的环境化学实验教材,如书中的实验三、十七主要参考和借鉴了南京大学出版社出版的《环境化学实验》一书。在此,向该书的作者表示衷心的感谢。

此外,在本书的编写过程中,高等教育出版社陈文同志也给予了大力的支持和帮助,提出了许多宝贵的建议,在此一并致谢。

由于编者水平所限,书中错误在所难免,敬请读者批评指正。

编者

2001年10月

目 录

实验一	空气中氮氧化物的日变化曲线	1
实验二	公共场所空气中苯系物的污染现状调查	5
实验三	室内空气中甲醛的浓度水平	11
实验四	丙烯-二氧化氮-空气体系中光化学烟雾的模拟实验	17
实验五	环境空气中烷烃的光催化氧化	21
实验六	室内空气中多环芳烃的浓度水平及形态分布	24
实验七	水体自净程度的指标	29
实验八	水体富营养化程度的评价	36
实验九	水中重金属的污染评价	43
实验十	水中氟化物的测定与评价	47
实验十一	废水中有机污染综合指标评价与分析	51
实验十二	水中痕量有毒有机污染物的分析	59
实验十三	水中苯系物的挥发速率	62
实验十四	有机物的正辛醇-水分配系数	67
实验十五	苯酚的光降解速率常数	70
实验十六	对硝基苯甲腈水解速率常数的测定	73
实验十七	腐殖酸对汞(Ⅱ)的配位作用	77
实验十八	底泥中汞的存在形态	80
实验十九	底泥对苯酚的吸附作用	84
实验二十	菲在土壤上的有机碳标化吸附系数	89
实验二十一	土壤对铜的吸附	93
实验二十二	土壤中砷的污染分析	97
实验二十三	土壤中农药的残留	101
实验二十四	重金属在土壤-植物体系中的迁移	104
实验二十五	农药在土壤中的迁移	108
实验二十六	鱼体内氯苯类有机污染物的分析	111
实验二十七	邻苯二甲酸酯的微生物降解	114
实验二十八	Fenton 试剂催化氧化酸性大红 GR 染料	117

实验二十九 活性炭对染料甲基绿的吸附作用	119
附录	122
参考文献	141

实验一

空气中氮氧化物的日变化曲线

大气中氮氧化物(NO_x)主要包括一氧化氮和二氧化氮,主要来自天然过程,如生物源、闪电等。 NO_x 的人为源绝大部分来自化石燃料的燃烧过程,包括汽车及一切内燃机所排放的尾气,一部分来自生产和使用硝酸的化工厂、钢铁厂、金属冶炼厂等排放的废气,其中以工业窑炉、氮肥生产和汽车排放的 NO_x 量为最多。城市大气中 2/3 的 NO_x 来自汽车尾气等的排放,交通干线空气中 NO_x 的浓度与汽车流量密切相关,而汽车流量往往是变化的,因此,交通干线空气中 NO_x 的浓度往往随时间而变化。

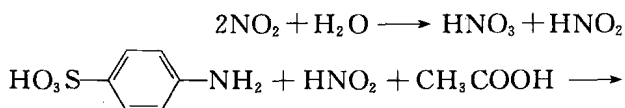
NO_x 对呼吸道和呼吸器官有刺激作用,是导致目前支气管哮喘等呼吸道疾病不断增加的原因之一。二氧化氮、二氧化硫、悬浮颗粒物共存时,对人体健康的危害不仅比单独 NO_x 严重得多,而且大于各污染物的影响之和,即产生协同作用。大气中的 NO_x 能与有机物发生光化学反应,产生光化学烟雾。 NO_x 能转化成硝酸和硝酸盐,通过降水对水体和土壤等环境造成危害。

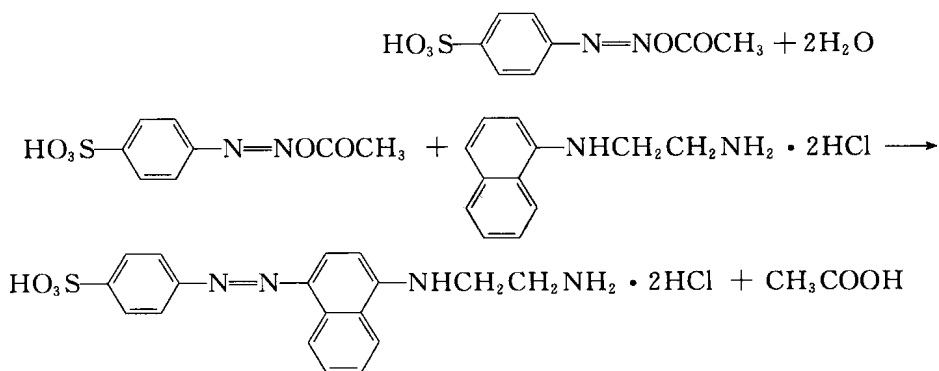
一、实验目的

1. 掌握氮氧化物测定的基本原理和方法。
2. 绘制城市交通干线空气中氮氧化物的日变化曲线。

二、实验原理

在采集 NO_x 时,先用三氧化铬将一氧化氮等低价氮氧化物氧化成二氧化氮;二氧化氮被吸收在溶液中形成亚硝酸,与对氨基苯磺酸发生重氮化反应,再与盐酸萘乙二胺偶合,生成玫瑰红色偶氮染料,用比色法测定。方法的检出限为 $0.05 \mu\text{g}/\text{mL}$ (按与吸光度 0.01 相应的亚硝酸盐含量计)。当采样体积为 6 L 时, NO_x 的最低检出浓度为 $0.01 \text{ mg}/\text{m}^3$ 。线性范围为 $0.03 \sim 1.6 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。盐酸萘乙二胺盐比色法的有关反应式如下:





玫瑰红色偶氮染料

采集并测定一天内不同时间段交通干线空气中氮氧化物的浓度,可绘制空气中氮氧化物浓度随时间的变化曲线。

三、仪器与试剂

1. 仪器

- (1) 大气采样器(流量范围 0.0~1.0 L/min)。
- (2) 分光光度计。
- (3) 棕色多孔玻璃吸收管。
- (4) 双球玻璃管(装氧化剂)。
- (5) 干燥管。
- (6) 比色管:10 mL。
- (7) 移液管:1 mL。

2. 试剂

(1) 吸收液:称取 5.0 g 对氨基苯磺酸于 500 mL 烧杯中,将 50 mL 冰醋酸与 900 mL 水的混合液,分数次加入烧杯中,搅拌,溶解,并迅速转入 1000 mL 容量瓶中,待对氨基苯磺酸完全溶解后,加入 0.050 g 盐酸萘乙二胺;溶解后,用水定容至刻度。此为吸收原液,贮于棕色瓶中,低温避光保存。采样液由 4 份吸收原液和 1 份水混合配制。

(2) 三氧化铬-石英砂氧化管:取约 20 g 20~40 目的石英砂,用(1:2)盐酸溶液浸泡一夜,用水洗至中性,烘干。把三氧化铬及石英砂按质量比 1:40 混合,加少量水调匀,放在红外灯或烘箱里于 105 °C 烘干,烘干过程中应搅拌几次。制好的三氧化铬-石英砂应是松散的;若粘在一起,可适当增加一些石英砂重新制备。将此砂装入双球氧化管中,两端用少量脱脂棉塞好,放在干燥器中保存。使用时氧化管与吸收管之间用一小段乳胶管连接。

(3) 亚硝酸钠标准溶液:准确称取 0.1500 g 亚硝酸钠(预先在干燥器内放置

24 h),溶于水,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,即配得 $100 \mu\text{g}(\text{NO}_2^-)/\text{mL}$ 溶液,贮于棕色瓶,在冰箱中保存可稳定 3 个月。使用时,吸取上述溶液 25.00 mL 于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,即配得 $5 \mu\text{g}(\text{NO}_2^-)/\text{mL}$ 工作液。

所有试剂均需用不含亚硝酸盐的重蒸水或电导水配制。

四、实验步骤

1. 氮氧化物的采集

用一个内装 5 mL 采样液的多孔玻璃板采样管,接上氧化管,并使管口微向下倾斜,朝向风向,避免潮湿空气将氧化管弄湿,而污染吸收液,如图 1-1 所示。以每分钟 0.3 L 的流量抽取空气 30~40 min。采样高度为 1.5 m,如需采集交通干线空气中的氮氧化物,应将采样点设在人行道上,距马路 1.5 m。同时统计汽车流量。若氮氧化物含量很低,可增加采样量,避光采样至吸收液呈浅玫瑰色为止。记录采样时间和地点,根据采样时间和流量,算出采样体积。把一天分成几个时间段进行采样 6~9 次,如 7:00~7:30、8:00~8:30、9:00~9:30、10:30~11:00、12:00~12:30、13:30~14:00、15:00~15:30、16:30~17:00、17:30~18:00。

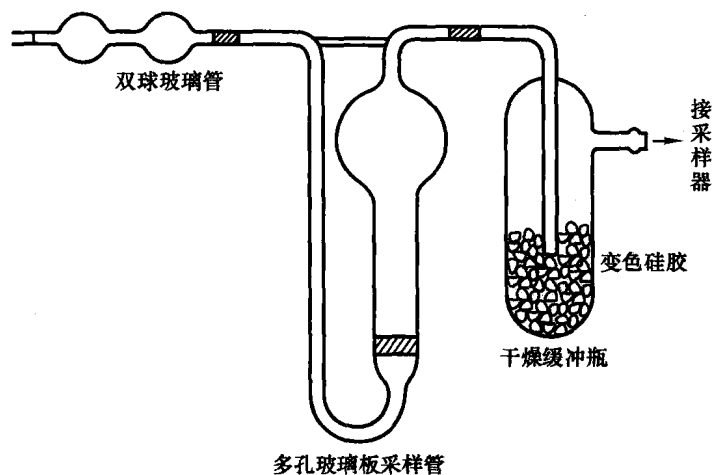


图 1-1 氮氧化物采样装置的连接图示

2. 氮氧化物的测定

(1) 标准曲线的绘制:取 7 支 10 mL 比色管,按表 1-1 配制标准溶液系列。

将各管摇匀,避免阳光直射,放置 15 min。以蒸馏水为参比,用 1 cm 比色皿,在 540 nm 波长处测定吸光度。

表 1-1 标准溶液系列

编 号	0	1	2	3	4	5	6
NO ₂ ⁻ 标准溶液(5 μg/mL)/mL	0.00	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60
吸收原液/mL	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00
水/mL	1.00	0.90	0.80	0.70	0.60	0.50	0.40
NO ₂ ⁻ 含量/μg	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0
吸光度							

(2) 样品的测定: 采样后, 放置 15 min, 将吸收液直接倒入 1 cm 比色皿中, 在 540 nm 处测定吸光度。

五、数据处理

用最小二乘法计算标准曲线的回归方程式:

$$y = bx + a$$

式中: y —— $y = A - A_0$, 标准溶液吸光度(A)与试剂空白吸光度(A_0)之差;

x ——NO₂⁻ 含量, μg;

a 、 b ——回归方程式的截距和斜率。

$$\rho_{\text{NO}_2} = \frac{(A - A_0) - a}{b \times V \times 0.76}$$

式中: ρ_{NO_2} ——氮氧化物浓度, mg/m³;

A ——样品溶液吸光度;

V ——换算为参比状态下(25°C, 1.01 × 10⁵ Pa)的采样体积;

0.76——NO₂(气)转换成 NO₂⁻(液)的转换系数;

A_0 、 a 、 b 表示的意义同上。

在实验的基础上, 计算出空气中氮氧化物的浓度, 绘制氮氧化物浓度随时间变化的曲线, 并说明汽车流量对交通干线空气中氮氧化物浓度变化的影响。

六、思考题

1. 氮氧化物与光化学烟雾有什么关系? 光化学烟雾的形成需要哪些条件?
2. 交通干线空气中氮氧化物的污染状况如何?
3. 空气中氮氧化物日变化曲线说明什么?

实验二

公共场所空气中苯系物的污染现状调查

苯系物是环境空气中普遍存在的一类挥发性有机化合物,主要包括苯(benzene)、甲苯(toluene)、乙苯(ethylbenzene)、(邻、间、对)二甲苯(xylene)等单环芳烃化合物,简称 BTEX。苯系物具有毒性、刺激性和致癌作用,其中苯是强致癌物质。

商场、超市、宾馆、酒店、电影院、车站等公共场所空气中苯系物污染比较严重。一方面,室外的污染物(如有机化工原料的加工和使用过程、汽车尾气的排放等)可以进入公共场所;另一方面,室内本身有许多污染源,如烟草的燃烧过程及装饰材料(胶黏剂、油漆、涂料等)的挥发等。公共场所人口密度高,因此,公共场所的空气质量将对人群健康产生较大影响。调查研究公共场所苯系物的浓度水平及其污染来源,有助于我们制定相应的污染控制对策。

一、实验目的

1. 了解公共场所空气中苯系物的浓度水平及污染特征。
2. 了解气相色谱法测定苯系物的原理,掌握其基本操作。

二、仪器与试剂

1. 仪器

- (1) 容量瓶:5 mL、10 mL。
- (2) 移液管:1 mL、2 mL、5 mL。
- (3) 微量注射器:10 μ L。
- (4) 带火焰离子化检测器(FID)气相色谱仪。
- (5) 空气采样器:流量范围 0.0~1.0 L/min。经校正流量误差不超过 5%。
- (6) 活性炭采样管:取 11 cm,内径 6 mm 的玻璃管,装入 200 mg 20~50 目的粒状椰子壳活性炭,两端用少量玻璃棉固定,然后套上塑料帽封紧管的两端。活性炭需在 300~350 $^{\circ}$ C 温度条件下在马弗炉内通氮气煅烧。此管放于干燥器中可保存 5 天。若将玻璃管熔封,此管可稳定三个月。
- (7) Tenax-TA 采样管:取长 11 cm,内径 6 mm 的硬质玻璃管,洗净烘干,

每支内装 60~80 目 Tenax—TA 吸附剂 0.2 g。两端用石英玻璃棉堵上,玻璃管两端用封口膜封好,采样前将采样管在 N₂ 保护下于 280 °C 下处理 1 h。

(8) 低噪声小体积采样泵。

2. 试剂

(1) 苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、对二甲苯、间二甲苯,均为色谱纯试剂。

(2) 二硫化碳:经含 5 % 甲醛(体积分数)的浓硫酸溶液提纯,重蒸,经查无苯系物杂峰。

(3) 苯系物标准储备液:分别取苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯的标准液体 10 μL 至装有 8 mL 经纯化的 CS₂ 的 10 mL 容量瓶中,用 CS₂ 稀释至标线,配成苯系物标准储备液(苯 876 μg/mL,甲苯 867 μg/mL,乙苯 867 μg/mL,邻二甲苯 864 μg/mL,间二甲苯 864 μg/mL,对二甲苯 861 μg/mL)。

储备液中苯系物含量计算公式如下:

$$\rho_{\text{苯系物}} = \frac{10}{10^3} \times \frac{1}{10} \times \rho \times 10^6$$

式中: $\rho_{\text{苯系物}}$ ——苯系物浓度,μg/mL;

ρ ——苯系物的密度,g/mL。

三、实验方法

本教材采用活性炭吸附—CS₂ 洗脱法和 Tenax 吸附—热解析两种方法采集分析空气中的苯系物。其中活性炭吸附—CS₂ 洗脱法所需要的样品量较大,采样时间长,适合测定一定时间内苯系物浓度的平均值,其检出下限较高,灵敏度较低,前处理时所用的 CS₂ 溶液有强刺激性气味,毒性较大。热解吸法检出下限较低,灵敏度较高,所需采样时间较短,对环境不会造成污染,但加热解吸系统较为复杂,对仪器和实验操作要求较高,吸附剂价格昂贵,实验成本较高。实验条件下,两种方法的分析特征见表 2-1 所示。可选择一种测定方法进行实验。

表 2-1 活性炭吸附—CS₂ 洗脱法和 Tenax 吸附—热解析方法特征比较

	采样效率/%		加标回收率/%		检测限/ng	
	活性炭法	热解析法	活性炭法	热解析法	活性炭法	热解析法
苯	92.4	89.5	94.7±3.2	90.1±4.3	5.44	0.36
甲苯	97.6	95.3	95.6±1.8	93.2±5.6	6.12	0.38
乙苯	98.9	97.6	93.4±2.6	91.7±3.2	6.97	0.42
对二甲苯	99.5	98.7	91.6±3.0	89.5±4.5	8.64	0.41
间二甲苯	99.3	97.9	90.8±2.4	90.1±2.5	9.07	0.42
邻二甲苯	98.6	99.3	91.3±3.7	89.2±1.9	8.32	0.39

(一) 活性炭吸附-CS₂ 洗脱-气相色谱法

1. 方法原理

本实验采用活性炭作为吸附剂,以主动采样方式,用小流量空气采样器富集空气中苯、甲苯、乙苯、二甲苯等挥发性有机化合物;采集后,吸附有 BTEX 的活性炭用二硫化碳洗脱后,经气相色谱分离,火焰离子化检测器测定,以保留时间定性,峰高(或峰面积)外标法定量。通过测定分析,评价公共场所室内空气中的苯系物浓度水平及污染特征。

2. 实验步骤

(1) 标准曲线的绘制:分别取上述储备液 0、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.5 mL、5.0 mL 至 5 mL 容量瓶中,用纯化过的二硫化碳稀释至标线,摇匀。取 5 μ L 标准液进样,测量保留时间及峰高。每个浓度重复 3 次,取峰高的平均值。分别以苯系物的含量(μ g)为横坐标,平均峰高为纵坐标(mm),绘制标准曲线。根据气相色谱仪特性以及所测定样品的浓度,可以对所配制的标准液浓度进行适当调整。

根据气相色谱仪的型号和性能,确定能分离测定苯系物的最佳测试条件。如:2.5%DNP+2.5%Bentone 3 m \times 3 mm 不锈钢柱,载气(N₂)50 mL/min,燃气(H₂)300 mL/min,助燃气(空气)30 mL/min,进样口温度 200 $^{\circ}$ C,柱温 65 $^{\circ}$ C,检测室温度 200 $^{\circ}$ C。

(2) 采样点选择:选择商场作为监测地点,分别在鞋类、食品类、文具类、床具类、家电类柜台前布置两个采样点,进行样品采集,或根据实际条件选择食堂、超市、商场等公共场所作为监测对象。

(3) 样品采集:取长 11 cm,内径 6 mm 玻璃管,洗净烘干,每支内装 20~50 目粒状活性炭 0.2 g(活性炭应预先在马弗炉内经 350 $^{\circ}$ C 通高纯氮灼烧 3 h,放冷后备用),分 A、B 两段,中间用玻璃棉隔开,见图 2-1。用乳胶管连接采样管 B 端与空气采样器的进气口。A 端垂直向上,处于采样位置。以 0.5 L/min 流量,采样 100~400 min。采样后,用乳胶管将采样管两端套封,样品放置不能超过 10 天。采样同时,预留两根未采样的采样管,作为空白管。

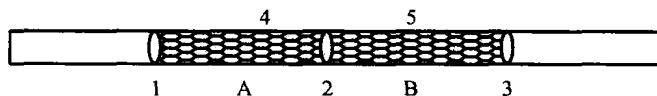


图 2-1 活性炭吸附采样管

1,2,3. 玻璃棉;4,5. 粒状活性炭

采样时要对现场情况、各种污染源、采样日期、时间、地点、数量、布点方式、

大气压力、气温、相对湿度、风速等做出详细记录,采样者签字后,随样品一同送回实验室。

(4) 样品测定:将采样管 A 段和 B 段活性炭,分别移入 2 只 5 mL 容量瓶中,加入纯化过的二硫化碳 2.00 mL,振荡 2 min。放置 20 min 后,吸取 5.0 μ L 解吸液注入色谱仪,记录保留时间和峰高(或峰面积),以保留时间定性,峰高(或峰面积)定量。

(二) Tenax 吸附-热解析-气相色谱法

1. 方法原理

该方法采用常温捕集-热解析-气相色谱法定量研究空气中苯系物的浓度水平。实验在常温下进行,用小流量空气采样器连接充填 Tenax-TA 的采样管采集空气样品,吸附空气中的苯系物,采样结束后将采样管密封带回实验室,经加热将吸附成分全量导入带火焰离子化检测器的气相色谱仪进行分析。以保留时间确定苯系物的成分,以峰面积定量。

2. 实验步骤

(1) 样品的采集:采样点布置同活性炭法,采样管见图 2-2。采用 DDY-1.5 型低噪声小体积采样泵采集空气中的苯系物,用乳胶管连接采样管一端与空气采样泵的进气口,另一端垂直向上,处于采样位置。采样流量为 0.5 L/min(经测定采样前后空气泵流量变动在 1% 以内),采样高度为 1.2~1.5 m。采样后,用封口膜将采样管两端封好,尽快带回实验室进行分析测定。若无法及时测定可将采样管低温保存,但最长保存时间不超过 36 h。采样同时,预留两根未采样的采样管,作为空白管。

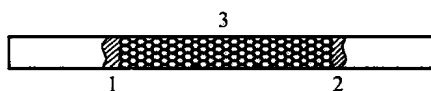


图 2-2 Tenax-TA 吸附采样管

1.2. 玻璃棉; 3. Tenax-TA 吸附剂

(2) 样品分析:将采样管放入热解析器中在 250 $^{\circ}$ C 下解析 10 min,然后进行气相色谱分析。以同样的方法分析空白采样管,做空白对照。

根据气相色谱仪的型号和性能,确定能分离测定苯系物的最佳测试条件。如:FFAP 30 m \times 0.32 mm 毛细管柱;载气(N_2) 50 mL/min;燃气(H_2) 300 mL/min;助燃气(空气) 30 mL/min;进样口温度 260 $^{\circ}$ C;检测室温度 260 $^{\circ}$ C;柱温 60 $^{\circ}$ C 保持 5 min,然后以 5 $^{\circ}$ C/min 的升温速度升至 150 $^{\circ}$ C,停留 2 min。

(3) 工作曲线绘制:分别取苯系物储备液 0、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.5 mL、5.0 mL 至 5 mL 容量瓶中,用纯化过的二硫化碳稀释至标线,

摇匀。用微量注射器各取 2.0 μL 标准溶液从采样管后侧注入,密封采样管,静置 10 min,让标准溶液充分挥发,吸附。对采样管进行热解析-气相色谱分析。以峰面积对苯系物浓度绘制工作曲线。

四、数据处理

1. 体积换算

计算浓度时应用下式将采样体积换算成标准状态下的体积:

$$V_0 = V \times \frac{T_0}{T} \times \frac{p}{p_0}$$

式中: V_0 ——换算成标准状态下的采样体积, L;

V ——采样体积, L;

T_0 ——标准状态下的热力学温度, 273 K;

T ——采样时采样点现场的温度(t)与标准状态下的热力学温度之和,
($t+273$)K;

p_0 ——标准状态下的大气压力, 101.3 kPa;

p ——采样时采样点的大气压力, kPa。

2. 活性炭法苯系物浓度计算

按下式计算苯系物各成分的浓度:

$$\rho_{\text{苯系物}} = \frac{m_1 + m_2}{V_0}$$

式中: $\rho_{\text{苯系物}}$ ——苯系物浓度, mg/m^3 ;

m_1 ——A 段活性炭解吸液中苯系物的质量, μg ;

m_2 ——B 段活性炭解吸液中苯系物的质量, μg ;

V_0 ——标准状态下的采样体积, L。

3. 热解析法苯系物浓度计算

按下式计算苯系物各成分的浓度:

$$\rho_{\text{苯系物}} = \frac{m}{V_0}$$

式中: m ——A 段活性炭解吸液中苯系物的质量, μg ;

V_0 ——标准状态下的采样体积, L。

五、思考题

1. 根据测定的结果,评价环境空气中苯系物的污染状况。

2. 试根据分析结果,阐述影响公共场所空气中苯系物浓度的主要因素。

3. 活性炭采样法中,为何分 A、B 两段活性炭并分别测定? 如何据此评价采样效率?
4. 比较活性炭吸附法与热解析法测定苯系物的优缺点。