

董德明 朱利中 主编

环境化学实验

Environmental chemistry
experiment



高等教育出版社
HIGHER EDUCATION PRESS

环境化学实验

董德明 朱利中 主编

高等教育出版社

内 容 提 要

本书是“面向 21 世纪课程教材”《环境化学》的配套教材。全书包括 23 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存在行为、存在形态,以及迁移和转化的规律。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,同时也反映了本学科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。

本书可作为高等院校环境科学与环境工程类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. —北京:高等教育出版社,

2002

ISBN 7-04-010810-0

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(2002)第 028734 号

环境化学实验
董德明 朱利中 主编

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市东城区沙滩后街 55 号
邮政编码 100009
传 真 010-64014048

购书热线 010-64054588
免费咨询 800-810-0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>

经 销 新华书店北京发行所
印 刷 北京市联华印刷厂

开 本 787×960 1/16
印 张 7.25
字 数 120 000

版 次 2002 年 7 月第 1 版
印 次 2002 年 7 月第 1 次印刷
定 价 9.10 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

责任编辑 陈 文
封面设计 王 雎
责任绘图 尹 莉
版式设计 陆瑞红
责任校对 康晓燕
责任印制 杨 明

前 言

环境化学是一门综合性非常强的学科,它所涉及到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,所涉及到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,在国家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到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资源与环境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资源与环境学院朱利中、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、二十二和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、借鉴了其他兄弟院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	环境空气中挥发性有机物的污染	(5)
实验三	丙烯-二氧化氮-空气体系中光化学烟雾的模拟实验	(9)
实验四	环境空气中烷烃的光催化氧化	(13)
实验五	室内空气中多环芳烃的污染分析	(16)
实验六	水体自净程度的指标	(21)
实验七	水体富营养化程度的评价	(28)
实验八	水中重金属的污染评价	(33)
实验九	水中氟化物的测定与评价	(37)
实验十	废水中有机污染综合指标评价与分析	(41)
实验十一	水中痕量有毒有机污染物的分析	(48)
实验十二	水中苯系物的挥发速率	(51)
实验十三	有机物的正辛醇-水分配系数	(56)
实验十四	苯酚的光降解速率常数	(59)
实验十五	底泥中汞的存在形态	(62)
实验十六	底泥对苯酚的吸附作用	(65)
实验十七	土壤对铜的吸附	(69)
实验十八	土壤中砷的污染分析	(73)
实验十九	土壤中农药的残留	(77)
实验二十	重金属在土壤-植物体系中的迁移转化	(80)
实验二十一	农药在土壤中的迁移	(84)
实验二十二	鱼体内氯苯类有机污染物的分析	(87)
实验二十三	邻苯二甲酸酯的微生物降解	(90)
参考文献		(93)
附录		(94)
附录 1	环境空气质量标准 (GB 3095—1996)	(94)
附录 2	大气污染综合排放标准 (GB 16297—1996)	(95)
附录 3	地表水环境质量标准 (GHZB1—1999)	(101)
附录 4	污水综合排放标准 (GB 8978—1996)	(104)
附录 5	土壤环境质量标准 (GB 15618—1995)	(108)

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、闪电均可产生 NO_x 。 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,也有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,而汽车流量往往随时间而变化,因此,交通干线空气中 NO_x 的浓度也随时间而变化。

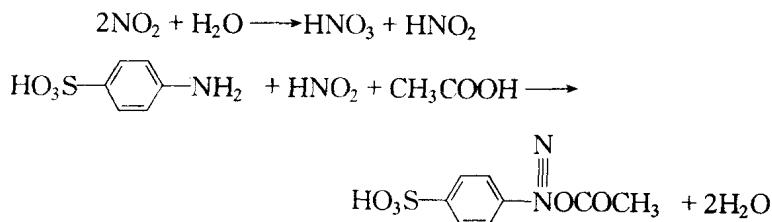
NO_x 对呼吸道和呼吸器官有刺激作用,是导致支气管哮喘等呼吸道疾病不断增加的原因之一。二氧化氮、二氧化硫、悬浮颗粒物共存时,对人体健康的危害不仅比单独 NO_x 严重得多,而且大于各污染物的影响之和,即产生协同作用。大气中的 NO_x 能与有机物发生光化学反应,产生光化学烟雾。 NO_x 能转化成硝酸和硝酸盐,通过降水对水和土壤环境等造成危害。

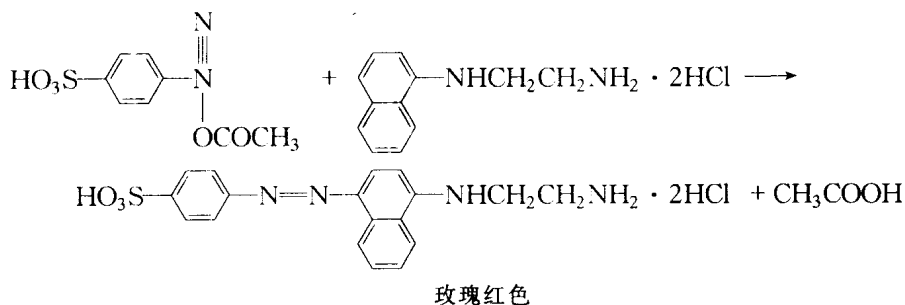
一、实验目的

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

在测定 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 $0.01 \mu\text{g}/\text{mL}$ (按与吸光度 0.01 相应的亚硝酸盐含量计)。线性范围为 $0.03 \sim 1.6 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。当采样体积为 6L 时, NO_x (以二氧化氮计)的最低检出浓度为 $0.01 \text{mg}/\text{m}^3$ 。盐酸萘乙二胺盐比色法的有关反应式如下:





采集并测定 1 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) 棕色多孔玻板吸收管。
- (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 1 000 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。采样液用吸收由 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重量比 1:40 混合,加少量水调匀,放在红外灯或烘箱里于 105℃ 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 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,即配得 100 μg/mL 亚硝酸根溶液,将其贮于棕色瓶,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 $5 \mu\text{g}/\text{mL}$ 亚硝酸根工作液。

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 采样液用吸收的多孔玻板吸收管,接上氧化管,并使管口微向下倾斜,朝上风向,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,采样至吸收液呈浅玫瑰红色为止。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。

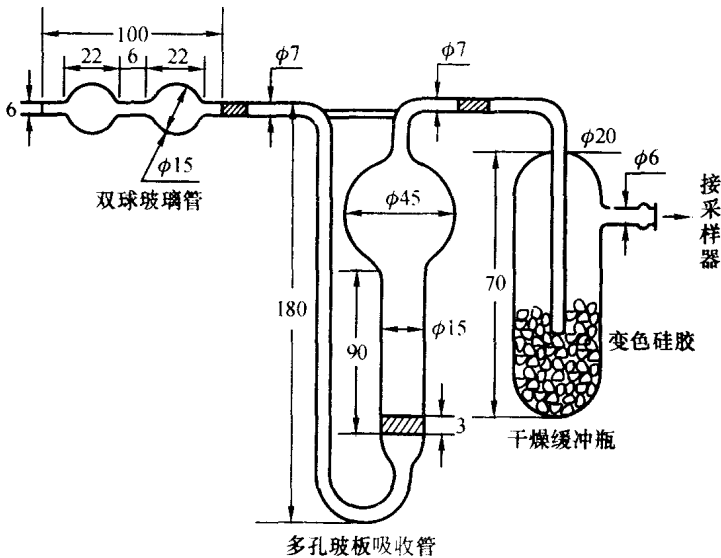


图 1-1 氮氧化物采样装置的连接图示

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。根据吸光度与浓度的对应关系,用最小二乘

法计算标准曲线的回归方程式:

$$y = bx + a$$

式中: 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 —— NO_2^- 含量, μg ;

a 、 b ——回归方程式的截距和斜率。

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

式中: ρ_{NO_x} ——氮氧化物浓度, mg/m^3

A ——样品溶液吸光度;

A_0 、 a 、 b 表示的意义同上;

V ——标准状态下(25°C , 760 mmHg)的采样体积, L ;

0.76—— NO_2 (气)转换成 NO_2^- (液)的转换系数。

表 1-1 标准溶液系列

编 号	0	1	2	3	4	5	6
NO_2 标准溶液($5\mu\text{g}/\text{mL}$)/ 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

(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

根据标准曲线回归方程和样品吸光度值, 计算出不同时间空气样品中氮氧化物的浓度, 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? 产生光化学烟雾需要哪些条件?
2. 通过实验测定结果, 你认为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 环境空气中挥发性有机物的污染

挥发性有机化合物(volatile organic compounds,简称 VOCs)是指沸点在 50~260℃之间、室温下饱和蒸气压超过 1 mmHg 的易挥发性化合物,是室内外空气中普遍存在且组成复杂的一类有机污染物。它主要来自有机化工原料的加工和使用过程,木材、烟草等有机物的不完全燃烧过程,汽车尾气的排放。此外,植物的自然排放物也会产生 VOCs。

随着工业迅速发展,建筑物结构发生了较大变化,使得新型建材、保温材料及室内装潢材料被广泛使用;同时各种化妆品、除臭剂、杀虫剂和品种繁多的洗涤剂也大量应用于家庭。其中有的有机化合物可直接挥发,有的则可在长期降解过程中释放出低分子有机化合物,由此造成环境空气有机物的污染极其普遍。由于 VOCs 的成分复杂,其毒性、刺激性、致癌作用等对人体健康造成较大的影响。因此,研究环境中 VOCs 的存在、来源、分布规律、迁移转化及其对人体健康的影响一直受到人们的重视,并成为国内外研究的热点之一。

一、实验目的

1. 了解 VOCs 的成分、特点。
2. 以苯系物为代表了解气相色谱法测定环境中 VOCs 的原理,掌握其基本操作。

二、实验原理

活性炭对有机物具有较强的吸附能力,而二硫化碳能将其有效地洗脱下来。本实验将空气中苯、甲苯、乙苯、二甲苯等挥发性有机化合物吸附在活性炭采样管上,用二硫化碳洗脱后,经气相色谱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。

本法检出限:苯 1.25 ng;甲苯 1.00 ng;二甲苯(包括邻、间、对)及乙苯均为 2.50 ng。当采样体积为 100 L 时,最低检出浓度苯为 0.005 mg/m³;甲苯为 0.004 mg/m³;二甲苯(包括邻、间、对)及乙苯均为 0.010 mg/m³。

三、仪器和试剂

1. 仪器

- (1) 容量瓶:5 mL,100 mL。

(2) 移液管:1 mL,5 mL,10 mL,15 mL 及 20 mL。

(3) 微量注射器:10 μL 。

(4) 气相色谱仪:带火焰离子化检测器(FID)。

(5) 空气采样器:流量范围 0.0~1.0 L/min。

(6) 采样管:取长 10 cm,内径 6 mm 玻璃管,洗净烘干,每支内装 20~50 粒状活性炭 0.5 g(活性炭应预先在马福炉内(350 $^{\circ}\text{C}$)通高纯氮灼烧 3 h,冷却后备用)分 A、B 二段,中间用玻璃棉隔开,见图 2-1。

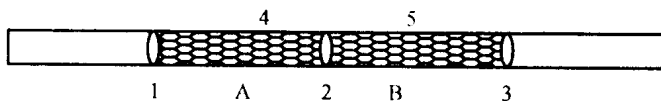


图 2-1 活性炭吸附采样管

1,2,3 玻璃棉; 4,5 粒状活性炭

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:使用前需纯化,并经色谱检验。进样 5 μL ,在苯与甲苯峰之间不出峰方可使用。

(3) 苯系物标准储备液:分别吸取苯、甲苯、乙苯和邻、间、对二甲苯各 10.0 μL 至装有 90 mL 二硫化碳的 100 mL 容量瓶中,用二硫化碳稀释至标线,再取上述标液 10.0 mL 至装有 80 mL 二硫化碳的 100 mL 容量瓶中,并稀释至标线,摇匀。此储备液含苯 8.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$;乙苯 8.7 $\mu\text{g}/\text{mL}$;甲苯 8.7 $\mu\text{g}/\text{mL}$;对二甲苯 8.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$;间二甲苯 8.7 $\mu\text{g}/\text{mL}$;邻二甲苯 8.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$;在 4 $^{\circ}\text{C}$ 可保存一个月。

储备液中苯系物含量计算公式如下:

$$\rho_{\text{苯系物}} = \frac{10}{10^5} \times \frac{10}{100} \times \rho \times 10^6$$

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

ρ ——苯系物的密度, g/mL 。

四、实验步骤

1. 采样

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。

2. 标准曲线的绘制

分别取苯系物贮备液 0、0.5、10.0、15.0、20.0、25.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用纯化过的二硫化碳稀释至标线,摇匀。其浓度见表 2-1。另取 6 只 5 mL 容量瓶,各加入 0.25 g 粒状活性炭及 1~6 号的苯系物标液 2.00 mL,振荡 2 min,放置 20 min 后,进行色谱分析。色谱条件如下:

色谱柱:长 2 m,内径 3 mm 不锈钢柱,柱内填充涂附 2.5% DNP 及 2.5% Bentone 的 Chromosorb W HP DMCS。

柱温:64℃;气化室温度:150℃;检测室温度:150℃。

载气(氮气)流量:50 mL/min;燃气(氢气)流量:46 mL/min;助燃气(空气)流量:320 mL/min。

进样量 5.0 μL。测定标样的保留时间及峰高(或峰面积),以峰高(或峰面积)对含量绘制标准曲线。

表 2-1 苯系物标准溶液的配制

编 号	1	2	3	4	5	6	样品
苯系物标准贮备液体积/mL	0	5.0	10.0	15.0	20.0	25.0	
稀释至体积/mL	100	100	100	100	100	100	
苯、邻二甲苯的浓度/μg·mL ⁻¹	0	0.44	0.88	1.32	1.76	2.20	
甲苯、乙苯、间二甲苯的浓度/μg·mL ⁻¹	0	0.44	0.87	1.31	1.74	2.18	
对二甲苯溶液的浓度/μg·mL ⁻¹	0	0.43	0.86	1.29	1.72	2.15	

3. 样品测定

将采样管 A 段和 B 段活性炭,分别移入两只 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 μL 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。

五、数据处理

按下式计算苯系物各成分的浓度:

$$\rho_{\text{苯系物}} = \frac{W_1 + W_2}{V_n}$$

式中: $\rho_{\text{苯系物}}$ ——苯系物浓度,mg/m³;

W_1 ——A 段活性炭解吸液中苯系物的含量,μg;

W_2 ——B 段活性炭解吸液中苯系物的含量,μg;

V_n ——标准状态下的采样体积,L。

六、思考题

1. 根据测定的结果,评价环境空气中 VOCs(苯系物)的污染状况。

2. 采样管为何用 A、B 两段活性炭并分别测定？如何据此评价采样效率？
3. 除气相色谱外, 还有哪些方法可以测定 VOCs, 它们各有哪些特点？

实验三 丙烯 - 二氧化氮 - 空气体系中 光化学烟雾的模拟试验

光化学烟雾是大气污染化学中的一种重要的污染现象。当汽车尾气向大气中排放大量的氮氧化物和碳氢化合物时,如果大气湿度较低,并有强烈的太阳光照射时,氮氧化物和碳氢化合物之间会发生一系列的化学反应,形成的一系列产物包括臭氧和过氧乙酰基硝酸酯(PAN)以及醛类,由此导致了光化学烟雾的形成。

光化学烟雾具有强烈的氧化性和刺激性,对人体健康和生态环境有严重的危害。因此,了解光化学烟雾的形成原因、形成机理对于控制大气污染有着非常重要的意义。

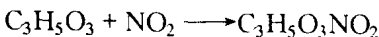
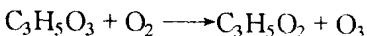
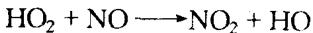
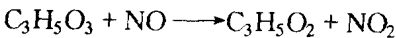
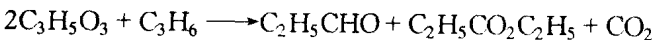
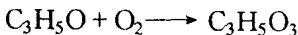
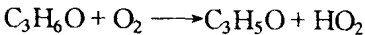
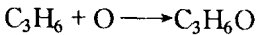
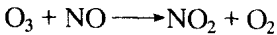
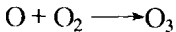
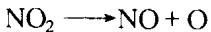
一、实验目的

1. 了解光化学烟雾的形成原因和形成机理。
2. 掌握光化学烟雾室内模拟实验的条件和方法。

二、实验原理

由于现场研究光化学烟雾很困难,因此通常需要借助于室内模拟方式。本实验用丙烯 - 二氧化氮 - 空气体系模拟大气条件,利用紫外光进行照射,由此导致了光化学烟雾的产生。然后,间隔一定时间取样,利用气相色谱分析测定体系中丙烯、二氧化氮及生成物的浓度。

在该体系中,产生光化学烟雾的反应如下:



三、仪器和试剂

1. 仪器

(1) 光化学烟雾箱:光化学烟雾箱的结构如图 3-1 所示。光源是由 16 盏 20W 黑光灯组成。烟雾箱为圆柱形,底面直径约 1.1m,高约 1.25m,由聚四氟乙烯(FEP)塑料薄膜制成。通过滑轮,绳子的牵动,可控制反应室升降,以便充气 and 排气。在反应室底面距中心约 20cm 处,有两个聚四氟乙烯导管,分别与气路系统和检测系统连接。

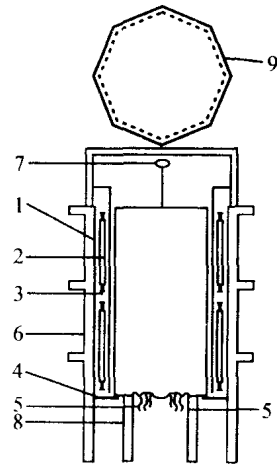


图 3-1 光化学烟雾箱和光源系统示意

1. 挡光屏 2. 黑光灯 3. FEP 膜反应室
4. 八角形铝板平台 5. 聚四氟乙烯导管
6. 扁钢灯架 7. 滑轮 8. 平台支架 9. 灯座

(2) 空气净化系统:空气净化系统的结构如图 3-2 所示。由空压机压缩的空气依次经过活性炭净化器、钯催化清除烃类反应器(钯催化剂是将 0.5% 钯涂在直径为 3.2mm 的三氧化二铝球上)、螺旋管冷却器、5A 分子筛净化器、活性炭净化器、纤维净化器和转子流量计后进入反应室。各级净化装置均由不锈钢制成。各装置间采用直径为 12mm 铜管或聚乙烯管连接。

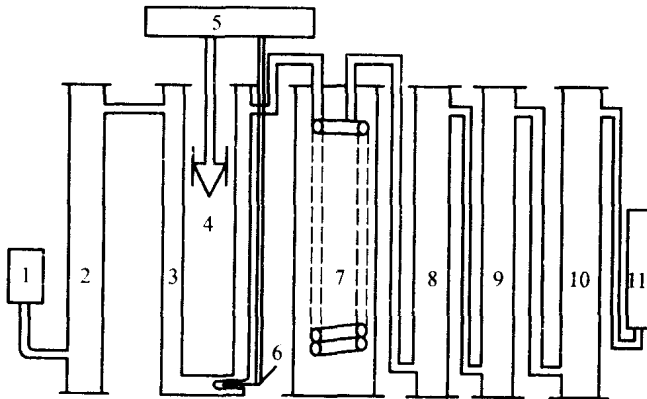


图 3-2 空气净化系统示意图

1. 空压机 2. 活性炭净化器(A) 3. 催化除烃反应器 4. 电热和玻璃布绝缘层 5. 温度控制器
6. 热电偶 7. 冷却器 8. 5A 分子筛净化器 9. 活性炭净化器 10. 纤维净化器 11. 流量计

(3) 臭氧供给装置:臭氧由装在石英管内的 30W 紫外灯照射净化空气产生,经气路系统导入反应室。

(4) 氮氧化物测定仪。

(5) 带有氢火焰检测器的气相色谱仪。

(6) 臭氧测定仪。

2. 试剂

(1) 1 000mL/m³ 二氧化氮(由气瓶供气)。

(2) 1 000mL/m³ 丙烯(由气瓶供气)。

四、实验步骤

1. 反应室的清洗

打开空气净化系统的加热装置,待温度升到 250~300℃时,开启空压机、冷却水,调节流量为 5L/min。开启 30W 紫外灯,持续光照 4h。产生的臭氧可降低反应室内壁的化学活性。每半小时缓慢提拉一次绳子,总共 5~8 次。反应室鼓起并达到最高位置后固定绳子。

关掉空压机及紫外灯,松开绳子以排尽反应室内空气。打开空压机(调节流量为 10L/min),充气 1h 后关掉,再排尽反应室内空气。如此重复 2~3 次。

2. 光化学反应前丙烯、臭氧和氮氧化物的测定

向反应室内充入净化空气,流量为 10L/min。充气 2h 后,用 100mL 注射器分别抽满 1 000mL/m³ 二氧化氮和丙烯,从反应室与气路系统的连接处注入,并随净化空气带入反应室。再充气半小时,停止加热,关空压机及冷却水。

用与反应室连接的氮氧化物测定仪和臭氧测定仪自动测定氮氧化物和臭氧的初始浓度。用微量进样器从反应室与检测系统连接处抽取 2 μL 气体,在气相色谱仪上进样,测定丙烯的浓度。色谱条件如下:色谱柱内为三氧化二铝球,球面涂有 17% β, β' - 一氧二丙酮固定液,柱温 20~25℃;检测室温度 120℃;气化室温度 100℃;载气(氮)流量为 45 mL/min;燃气(氢)流量为 35 mL/min;助燃气(空气)流量为 400 mL/min;检测器:氢火焰离子化检测器。

3. 光化学反应后氮氧化物、臭氧、丙烯的测定

打开黑光灯照射反应室,每半小时取样测定丙烯浓度,共 6~8 次。同时测定氮氧化物和臭氧的浓度。

五、数据处理

根据标准样的浓度分别计算出不同时间反应体系中丙烯、二氧化氮、一氧化氮和臭氧的浓度,绘制四种化合物随光化学反应时间的变化曲线。