

前　　言

为贯彻执行《公共场所卫生管理条例》和 GB 9663～9673—1996、GB 16153—1996《公共场所卫生标准》，加强对公共场所卫生监督管理，特制定本标准。本标准中的方法是与 GB 9663～9673—1996、GB 16153—1996 相配套的监测检验方法。

本标准第一法为仲裁法。

本标准为首次发布。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准起草单位：中国预防医学科学院环境卫生监测所、成都市卫生防疫站。

本标准主要起草人：曲建翹（不分光红外线分析法）、段伟明（气相色谱法）、李宝成（汞置换法）。

中华人民共和国国家标准
公共场所空气中一氧化碳测定方法

GB/T 18204.23—2000

Methods for determination of carbon monoxide
in air of public places

1 范围

本标准规定了公共场所空气中一氧化碳浓度的测定方法。

本标准适用于公共场所空气中一氧化碳浓度测定。

第一法 不分光红外线气体分析法

2 原理

一氧化碳对不分光红外线具有选择性的吸收。在一定范围内,吸收值与一氧化碳浓度呈线性关系。根据吸收值确定样品中一氧化碳的浓度。

3 试剂和材料

3.1 变色硅胶:于120℃下干燥2 h。

3.2 无水氯钙:分析纯。

3.3 高纯氮气:纯度99.99%。

3.4 霍加拉特(Hopcalite)氧化剂:10~20目颗粒。霍加拉特氧化剂主要成分为氧化锰(MnO)和氧化铜(CuO),它的作用是将空气中的一氧化碳氧化成二氧化碳,用于仪器调零。此氧化剂在100℃以下的氧化效率应达到100%。为保证其氧化效率,在使用存放过程中应保持干燥。

3.5 一氧化碳标准气体:贮于铝合金瓶中。

4 仪器和设备

4.1 一氧化碳不分光红外线气体分析仪

4.1.1 仪器主要性能指标如下:

测量范围:0~30 ppm(0~37.5 mg/m³);0~100 ppm(0~125 mg/m³)两档;

重现性: $\leqslant 0.5\%$ (满刻度);

零点漂移: $\leqslant \pm 2\%$ 满刻度/4 h;

跨度漂移: $\leqslant \pm 2\%$ 满刻度/4 h;

线性偏差: $\leqslant \pm 1.5\%$ 满刻度;

启动时间:30 min~1 h;

抽气流量:0.5 L/min;

响应时间:指针指示或数字显示到满刻度的90%的时间<15 s;

4.2 记录仪 0~10 mV;

5 采样

用聚乙烯薄膜采气袋,抽取现场空气冲洗3~4次,采气0.5 L或1.0 L,密封进气口,带回实验室分析。也可以将仪器带到现场间歇进样,或连续测定空气中一氧化碳浓度。

6 分析步骤

6.1 仪器的启动和校准

6.1.1 启动和零点校准:仪器接通电源稳定30 min~1 h后,用高纯氮气或空气经霍加拉特氧化管和干燥管进入仪器进气口,进行零点校准。

6.1.2 终点校准:用一氧化碳标准气(如30 ppm)进入仪器进样口,进行终点刻度校准。

6.1.3 零点与终点校准重复2~3次,使仪器处在正常工作状态。

6.2 样品测定

将空气样品的聚乙烯薄膜采气袋接在仪器的进气口,样品被自动抽到气室中,表头指出一氧化碳的浓度(ppm)。如果仪器带到现场使用,可直接测定现场空气中一氧化碳的浓度。仪器接上记录仪表,可长期监测空气中一氧化碳浓度。

7 结果计算

一氧化碳体积浓度(ppm),可按公式(1)换算成标准状态下质量浓度(mg/m³)。

$$c_1 = \frac{c_2}{B} \times 28 \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中:c₁——标准状态下质量浓度,mg/m³;

c₂——一氧化碳体积浓度,mL/m³;

B——标准状态下的气体摩尔体积,当0℃,101 kPa时,B=22.41,当25℃,101 kPa时,B=24.46;

28——一氧化碳分子量。

8 测量范围、精密度和准确度

8.1 测量范围

0~30 ppm(0~37.5 mg/m³);0~100 ppm(0~125 mg/m³)两档。

8.2 检出下限

最低检出浓度为0.1 ppm(0.125 mg/m³)。

8.3 干扰和排除

环境空气中非待测组分,如甲烷,二氧化碳,水蒸气等能影响测定结果。但是采用串联式红外线检测器,可以大部分消除以上非待测组分的干扰。

8.4 重现性小于1%,漂移4 h小于4%。

8.5 准确度取决于标准气的不确定度(小于2%)和仪器的稳定性误差(小于4%)。

第二法 气相色谱法

9 原理

一氧化碳在色谱柱中与空气的其他成分完全分离后,进入转化炉,在360℃镍触媒催化作用下,与氢气反应,生成甲烷,用氢火焰离子化检测器测定。



17 试剂

17.1 变色硅胶:于 120℃下干燥 2 h。

17.2 活性炭:20~40 目颗粒状,于 120℃烘干 4 h。

17.3 5A 分子筛和 13X 分子筛:球状,于 350~400℃下活化 4 h。

17.4 氧化汞(黄色):直径为 0.3~0.8 mm 颗粒。

黄色氧化汞的制备:

称 10 g 二氯化汞($HgCl_2$),在加热下溶于 100 mL 水中。再称取 6 g 氢氧化钠溶于 100 mL 水中。待两液冷却到 30℃后,取 65 mL 氢氧化钠溶液,在搅拌下加入到 100 mL 二氯化汞溶液中(不要反过来加)。生成氧化汞沉淀放置室温下约 1 h,中间搅拌两次,然后用去离子水洗涤至无氯离子为止(用 1% 硝酸银溶液检验)。抽滤,将沉淀于 40℃下干燥,干燥后在暗处切成直径为 0.3~0.8 mm 颗粒,于棕色瓶中密封保存备用。

17.5 霍加拉特氧化剂:10~20 目颗粒。

17.6 碘活性炭:称 1 份碘,2 份碘化钾和 20 份重量水配成溶液,然后,加入约 10 份活性炭,用力搅拌至溶液脱色后,用布把溶液滤去,取出活性炭,然后在 110℃下烘 1~2 h,取出于棕色瓶中密封保存备用。

17.7 一氧化碳标准气(贮于铝合金钢瓶中):不确定度小于 2%。浓度为 1.25 mg/m³,12.5 mg/m³,31.3 mg/m³ 和 62.5 mg/m³(相当于 1,10,25 和 50 ppm),或用动态方法配制所需浓度的一氧化碳标准气体。

18 仪器

18.1 一氧化碳测定仪

18.1.1 仪器气路流程如图 1 所示。

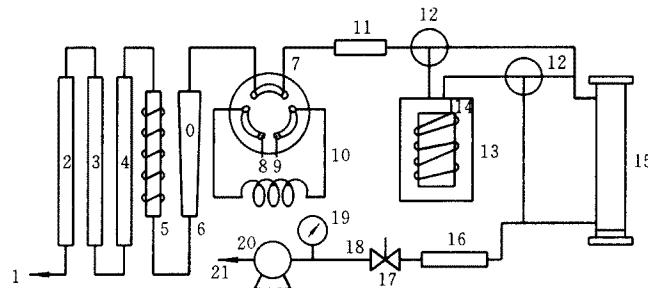


图 1 一氧化碳测定仪气路流程

1—进气口;2—分子筛过滤管;3—活性炭过滤管;4—硅胶过滤管;5—霍加拉特氧化管;
6—气体流量计;7—六通阀;8—进样口;9—出样口;10—定量管;11—分子筛小管;12—
三通转换阀;13—反应炉;14—氧化汞反应室;15—吸收池;16—碘活性炭管;17—量
调节阀;18—毛细孔;19—真空表;20—真空泵;21—出气口

18.1.2 氧化汞反应室结构如图 2 所示。

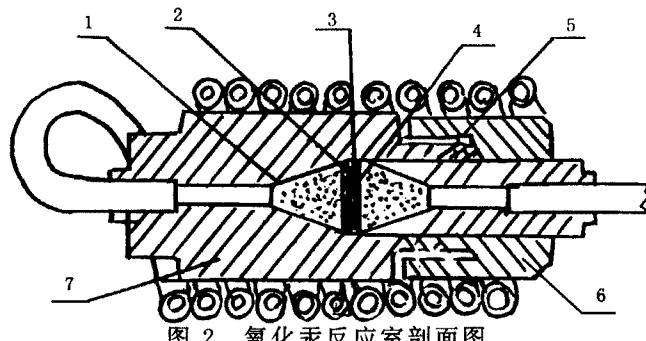


图 2 氧化汞反应室剖面图

1—玻璃毛；2—挡板；3—氧化汞；4—滤膜；5—密封圈；
6—反应室上部；7—反应室下部

18.1.3 取样塑料袋：用聚乙烯塑料薄膜制成容积 500 mL 气袋。

19 采样

用聚乙烯塑料袋，抽取现场空气冲洗 3~4 次，采气 500 mL，密封进气口，带回实验室在 24 h 内进行测定。

20 操作步骤

20.1 仪器的安装与检漏

20.1.1 安装：正确连接气路，电源开关置“关”的位置，量程选择置“断”档位置，将仪器三通阀旋至“测量”位置。

20.1.2 检漏：仪器进气口与空气钢瓶相连接，仪器出气口封死。打开钢瓶阀门开关，调节减压阀使压力为 0.2 MPa，此时仪器应无流量指示，30 min 内压力下降不得超过 0.02 MPa。

20.2 仪器的启动：将仪器进气口与净化系统相连接，出气口与抽气泵相连接。接通电源，打开温度开关，启动抽气泵，调节流量为 1.5 L/min。旋动温控粗调钮和温控细调钮，使温度升至 180℃±0.3℃，预热 1~2 h，待仪器稳定后进行校准。

20.3 仪器的校准

20.3.1 调零和调满度：接通记录仪电源，将仪器“量程选择”置所需量程档，调“零点调节”电位器，使电表和记录仪指示零点，调“记录满度”电位器，使电表和记录仪指示满度。

20.3.2 量程标定：取与所用量程范围相应浓度的一氧化碳标准气体，经六通阀定量管进样。标准气体的响应值应落在 50%~90% 量程范围内，进标准气体三次，测得标准气体响应(峰高或毫伏)平均值。

20.4 样品测定

将采集在聚乙烯塑料袋中的现场空气样品，同样经六通阀定量管进样三次，测得空气样品的响应(峰高或毫伏)平均值。

21 结果计算

21.1 空气中一氧化碳浓度按公式(6)计算。

$$c = \frac{c_0}{h_0} \cdot h \quad \dots \dots \dots (6)$$

式中：c——样品空气中一氧化碳浓度，ppm；

附录 A
(提示的附录)
气相色谱法分析空气中一氧化碳的实例

A1 色谱分析条件

色谱柱温度:78℃;
转化柱温度:360℃;
载气: H_2 ,78 mL/min;
氮气:130 mL/min;
空气:750 mL/min;
记录仪:满量程 10 mA,纸速 50 mm/min;
静电放大器:高阻 $10^{10} \Omega$;
进样量:用六通进样阀进样 1 mL。

A2 按 A1 色谱分析条件所得到标准气和样品气色谱图。

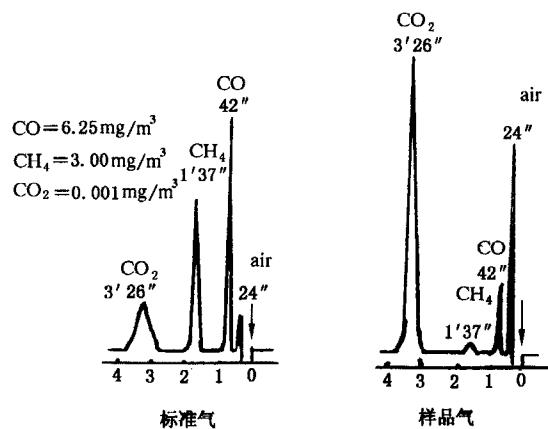


图 A1 标准气和样品气色谱图