

XÁC ĐỊNH CO VÀ CO₂ TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ

ĐỖ QUANG HUY, NGUYỄN XUÂN DŨNG
NGUYỄN CHÍ HÙNG

ĐẶT VẤN ĐỀ

CO là độc tố đối với con người và các loại động vật khác. Nguồn gốc sinh ra CO là khói của các động cơ chạy xăng, dầu, các lò cao và quá trình hút thuốc lá...

Khả năng cạnh tranh Hemoglobin của CO so với O₂ gấp 200 lần, cho nên chỉ cần hàm lượng CO trong không khí đủ nhỏ cũng đủ gây nguy hiểm đối với con người và động vật /1/.

Khí không duy trì sự sống của con người và động vật là CO₂. Do CO₂ nặng hơn không khí cho nên nó có thể xua đuổi Oxi trong không khí và tích tụ lại ở tầng khí quyển sống /1/.

Việc xác định CO và CO₂ trong không khí đã được các nhà vệ sinh công nghiệp và các nhà phân tích hóa học chú ý, đến nay đã có nhiều công trình công bố về các phương pháp xác định CO và CO₂ trong không khí /2/, /3/, /4/. Ở nước ta cũng đã tiến hành phân tích CO và CO₂, tuy nhiên nó mới chỉ dừng ở phương pháp hóa học, cho nồng độ phát hiện không cao.

Để đáp ứng với yêu cầu bảo vệ môi trường và phục vụ cho các mục đích khác nữa, chúng tôi đã tiến hành xây dựng phương pháp xác định CO và CO₂ trong không khí dựa trên máy sắc ký khí.

PHẦN THỰC NGHIỆM

1. Máy móc, dụng cụ:

Máy sắc ký khí GCHF 18-3 của Cộng hòa dân chủ Đức, cột sắc ký khí bằng thép không gỉ có kích thước 1000 × 4mm và 90 × 4mm, Detector dẫn nhiệt, 2 van 4 đầu và 6 đầu của Liên Xô và Cộng hòa dân chủ Đức. Bình định mức 1000ml, sy lanh 100ml và 5ml có vạch chia 0,1 đơn vị đo (ml).

2. Hóa chất:

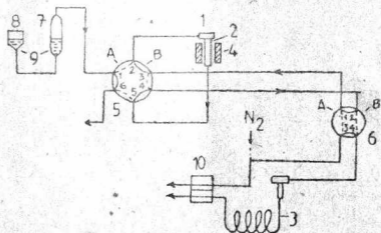
Khí chuẩn CO và CO₂ của hãng Chrompack, Axit formic, axit oxalic axit sunfuric đậm đặc. Các loại axit này dùng để điều chế CO và CO₂ chuẩn /5/. Dầu n-paraphin dùng làm chất lỏng định mức khí.

Than hoạt tính cỡ hạt 80-100 mesh của Meck

3. Thực nghiệm và kết quả:

Đề tiến hành xác định lượng vết CO và CO₂ bằng phương pháp sắc ký khí chúng tôi tiến hành lắp ráp hệ thống máy như sau: (Hình 1)

Hình 1: Sơ đồ phân tích CO và CO₂ trên máy sắc ký khí. 1. Đầu bơm mẫu. 2. Tiền cột. 3. Cột chính. 4. Lò. 5. Van 6 đầu. 1. Van 4 đầu. 7. Bình định mức. 8. Bình thăng bằng. 9. Dầu n-paraphin. 10. Detector. — Ký hiệu khí van đặt ở vị trí B. — Ký hiệu khí van đặt ở vị trí A.

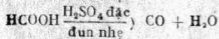
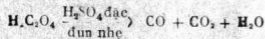


Tiền cột và cột chính được nhồi than hoạt tính 80—100 mesh. Sau khi hoạt hóa cả hai cột ở 250°, các chế độ cột được đưa về các điều kiện phù hợp, các chế độ làm việc khác của hệ thống đặt ở các điều kiện làm việc dưới đây:

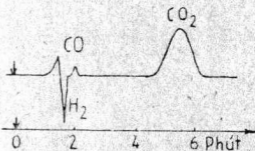
- Nhiệt độ cột chính 50°C
- Nhiệt độ Detector và buồng bay hơi mẫu 180°C
- Nitơ là khí mang, tốc độ khí mang 40ml/phút
- Nhiệt độ tiền cột: + Lúc nạp mẫu: Nhiệt độ phòng
+ Lúc giải hấp thụ 180°C
- Độ nhạy detector $1 \times 1.9\text{mv}$, dòng detector 160mA
- Thể tích mẫu khí bơm 300ml
- Tốc độ bơm mẫu 6ml/phút.

Vận hành hệ thống: Khí van 6 để ở vị trí A, van 5 để ở vị trí B thì tiến hành nạp mẫu vào hệ thống. Khí không bị hấp thụ sẽ được đi ra bên ngoài qua đầu 6 của van 6. Quay van 5 về vị trí A, đưa nhiệt độ cột 2 lên 180°C, giữ ở nhiệt độ này 15 phút, các khí bị hấp thụ lúc này bị rửa giải và được giữ trong hệ thống kín. Quay van 6 về vị trí B, khí mang nitơ sẽ đưa khí vào cột 3. Nhờ Detector 10 chúng ta sẽ xác định được CO và CO₂.

Việc định tính và định lượng CO và CO₂ được thực hiện dựa trên các khí chuẩn có sẵn và khí chuẩn điều chế.

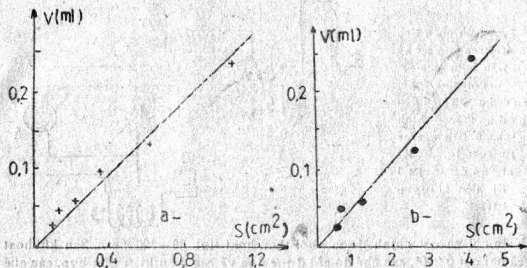


Kết quả định tính cho thấy CO được rửa giải trước CO₂, CO rửa giải sát ngay sau pic hydro. Sắc đồ nhận được có dạng hình sau: (hình 2)



Hình 2: Sắc đồ phân tích CO và CO₂ trong không khí.

Việc tính toán định lượng CO và CO₂ được dựa trên phương pháp ngoại suy. Đồ thị định lượng chuẩn (hình 3) được xây dựng trên mối quan hệ giữa diện tích pic (S) với thể tích đã bơm (V).



Hình 3: Đồ thị định lượng chuẩn dùng cho phép ngoại suy.

a) — Đối với CO b) — Đối với CO₂

Thể tích của khí bơm vào hệ thống đều được qui đổi về điều kiện tiêu chuẩn theo công thức sau [2]:

$$V_0 = 0,36 \frac{V_c \cdot P}{273 + t}$$

Ở đây: t — là nhiệt độ phòng; P — là áp suất khí quyển.

Để thử nghiệm lại phương pháp, chúng tôi sử dụng khí chuẩn CO và CO₂ đã biết trước nồng độ để kiểm tra. Kết quả cho thấy sai số của phép phân tích là $\pm 0,3\%$. Một số mẫu giả có nồng độ biết trước được phân tích trên hệ thống giới hạn của phương pháp là $10^{-6}\%$ thể tích đối với CO và CO₂.

Mẫu đo K69 cung cấp và nhà máy cơ khí Mai động cung cấp được phân tích trên hệ thống. Kết quả cho thấy nồng độ CO và CO₂ như sau: (bảng 1)

Nơi cấp mẫu	Hàm lượng % (v)	
	CO	CO ₂
Cơ khí Mai động	0,3837	4,5769
Mẫu K69	0,0015— 0,003	0,03— 0,063

THẢO LUẬN

Việc đưa ra điều kiện phân tích như đã nêu cho phép ta phát hiện được nồng độ CO và CO₂ tới $10^{-6}\%$ thể tích. Để chọn được cấp cột làm việc phù hợp chúng tôi sử dụng các chất hấp thụ sau để nghiên cứu: Than hoạt tính, silicagen,

zeolit 5A. Việc lắp ráp từng cặp cột có thể là đồng chất hấp thụ hoặc khác chất hấp thụ. Kết quả cho thấy cặp cột nhồi đồng chất hấp thụ than hoạt tính — than hoạt tính là phù hợp nhất để tách CO và CO₂ trong không khí.

Điều lý thú trong phân tích sử dụng tiền cột than hoạt tính là: Cột có tác dụng tích tụ CO và CO₂ khi ở nhiệt độ phòng và được rửa giải ở nhiệt độ 180°C. Tuy nhiên, làm thế nào để CO và CO₂ đã rửa giải được đưa vào cột chính cùng 1 lúc. Để làm việc này chúng tôi sử dụng 2 van 4 đầu và 6 đầu. Khi van đặt ở vị trí thích hợp khí mang sẽ đi qua 2 cột — tiền cột và cột chính. Khi đặt van ở vị trí khác khí mang chỉ đi qua cột chính, còn cột phụ giành cho quá trình nạp mẫu. Muốn rửa giải CO và CO₂ thì các van phải đặt ở vị trí thích hợp như đã nêu trong phần thực nghiệm. Để rửa giải CO và CO₂ cột nhất thiết phải đưa lên nhiệt độ 180°C và giữ ở nhiệt độ này trong vòng 15 phút. Với tốc độ khí mang như đã nêu đủ để đẩy toàn bộ CO và CO₂ đã rửa giải vào cột chính cùng 1 lúc.

Khả năng bơm mẫu khí trực tiếp vào hệ thống sắc ký khí không cho phép bơm 1 lượng quá lớn, do vậy việc sử dụng tiền cột để tích các chất cần quan tâm và thải bỏ bớt các chất không cần thiết là mục đích chính của công trình này.

Như đã biết, hidro có thời gian rửa giải ngay sát CO, đồng thời độ dẫn nhiệt của nó lớn hơn CO gấp 7 lần, cho nên việc thải bỏ bớt hidro nhờ tiền cột đã có ý nghĩa to lớn trong quá trình phân tích CO và CO₂ trong không khí.

Công trình /6/ đã nêu hiệu ứng độ dẫn nhiệt của khí mang và khi phân tích. Chúng tôi đã sử dụng nitơ có độ dẫn nhiệt khác so với hai chất rửa giải gần nhau là H₂ và CO cả về hai chiều âm và chiều dương để tách CO và CO₂ trong không khí.

Tổ hợp của hai ý kiến trên, chúng tôi đã thu được pic CO tách khỏi pic H₂ và pic không khí (hình 2) ở điều kiện đã nêu trên mà không cần kỹ thuật phức tạp của nhiều công trình đã nêu.

Khả năng sử dụng phối hợp các van nhiều đầu và hiệu ứng dẫn nhiệt đã nêu mở ra khả năng tốt cho quá trình phân tích khí, mà trước hết là phân tích CO và CO₂ trong không khí. Phương pháp đã nêu cho phép xác định được CO và CO₂ ở nồng độ 10⁻⁶% thể tích, đã được áp dụng để phân tích môi trường phục vụ cho các mục đích khác nhau mà trước hết là phục vụ cho công cuộc bảo vệ sức khỏe con người.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. В. Лейте. Определение загрязнений воздуха в атмосфере и на рабочем месте. «ХИМИЯ» 1980.
2. С. Ф. Яворовская. Газовая хроматография. Метод определения вредных веществ в воздухе и биологических средах. Москва «Медицина» 1972.
/3/ Robert L. Grob. Chromatographic analysis of the Enviromnont. New york. 1979
/4/ M.M. Melair and E.J. Bonelli. Basis gas chromatography. New York. 1968.
5. Б.В. Цпанова и В.С. Володинон. Препаративная органическая химия изд «ХИМИЯ» Москва. 1964
/6/ Đỗ Quang Huy. Luận văn tốt nghiệp Đại học, khoa hóa—Đại học tổng hợp. 1979.

ĐO QUANG HUY, NGUYEN XUAN DUNG, NGUYEN THE HUNG
DETECTION OF CO AND CO₂ IN THE AIR BY GAS CHROMATOGRAPHY

CO and CO₂ are analysed by use of gas chromatography method with two columns packed activity coal. Concentration of CO and CO₂ have been found at the limit 10⁻⁶% (volume). Some samples from K69 and Mai động mechanical factory are analysed.

Khoa Hóa, Trường Đại học Tổng hợp
Hà Nội và K 69

Nhận bài ngày 27-7-1989

SỰ ỔN ĐỊNH...

(Tiếp theo trang 41)

— Kết quả nói trên cho thấy phát hiện được dòng chảy lưu lượng 25 lít/phút rõ ràng sử dụng phương pháp mạch vòng âm — các linh kiện được sử dụng ở đây là các linh kiện thông dụng, tốc độ trung bình — để đi đến 1 thiết bị ứng dụng hoàn chỉnh cần tiếp tục hoàn chỉnh kết cấu máy và tiến hành lấy chuẩn với nhiều tốc độ dòng chảy khác nhau.

Các tác giả cảm ơn các giáo sư Nguyễn Khang Cường — Đàm Trung Đôn đã cho nhiều chỉ dẫn và góp ý quý báu.

Tài liệu tham khảo

1. Nguyễn Việt Kinh, Trương Quang Nghĩa, Trịnh Anh Vũ. Báo cáo tại hội nghị Vật lý Trường ĐHTH Hà Nội, 1986.

2 R. Truell. Ultrasonic methods in Solid State Physics. New York and London, 1969.

Trịnh Anh Vũ, Nguyễn Việt Kinh, Trương Quang Nghĩa

THE STABILITY OF THE ULTRASONIC AUTOCIRCULATION
AND THE ABILITY OF ITS APPLICATION FOR MEASURING
THE VELOCITY OF THE FLUID.

The stability of ultrasonic autocirculation has been studied using the method of transformation of the surface wave into bulk wave and vice versa. The purpose of this research is to measure the propagation time of the ultrasonic wave with a high accuracy ($\Delta t/t = 10^{-5}$) and to look for application of this phenomenon in measuring the velocity of the fluid.

Khoa Vật lý
Trường Đại học Tổng hợp Hà Nội,

Nhận bài Ngày 20, 8, 1988

Nhận bài Sau khi sửa 10. 10. 1988