ICS 13.040.30
C 52

中华人民共和国国家标准

GB/T 16048—1995

车间空气中甲苯的热解吸气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of toluene—Thermal desorption gas chromatographic method

1996-01-23发布　　1996-07-01实施

国家技术监督局
中华人民共和国卫生部　发布

需要全本请访问 www.ertongbook.com

中华人民共和国国家标准

车间空气中甲苯的热解吸气相色谱测定方法

GB/T 16048—1995

Workplace air—Determination of toluene—Thermal desorption gas chromatographic method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用聚乙二醇6000柱气相色谱法分离测定车间空气中甲苯。

本标准适用于测定甲苯生产和使用场所空气中甲苯的浓度。

2 原理

用活性炭采集空气中甲苯，热解吸后进样，经聚乙二醇6000柱分离后，用氢焰离子化检测器检测。以保留时间定性，峰高定量。

3 仪器

3.1 活性炭管：用长150 mm、内径3.5～4.0 mm、外径约6 mm的玻璃管，装入100 mg 20～40目椰子壳活性炭，两端用少量玻璃棉固定，此管可供短时间内使用。也可装入长250 mm、内径同上的玻璃管，此管可长期保存应用。在装管前，应先将活性炭于300～350℃通氮气处理3～4 h。装管后再用氮气于相同温度下吹2～3 min，也可装管前不处理，装管后用氮气于上述温度下吹5～10 min，短时间内应用或熔封保存。

3.2 采样泵，0～1 L/min。

3.3 注射器，100 mL、1 mL。

3.4 微量注射器，10 μL、1 μL。

3.5 热解吸装置：热解吸装置主要由加热器、控温器、测温表及气体流量控制器等部分组成，控温范围为100～350℃，解吸气体为氮气，流量控制范围为50～100 mL/min。所用热解吸装置的结构应使活性炭管能方便地插入加热器中，并使通过管中气体先经预热，活性炭受热均匀。

3.6 气相色谱仪，氢焰离子化检测器，1 ng甲苯给出的信噪比不低于3∶1。

色谱柱：柱长2 m、内径4 mm不锈钢柱。

聚乙二醇6 000∶6 201红色担体＝5∶100。

柱温：90℃；

汽化室温度：120℃；

检测室温度：150℃；

载气（氮气）：69 mL/min。

4 试剂

4.1 甲苯，色谱纯。

国家技术监督局1995-12-15批准　　1996-07-01实施

4.2 聚乙二醇 6 000，色谱固定液。

4.3 6 201 红色担体，60～80 目。

5 采样

在采样地点打开活性炭管，两端孔径至少为 2 mm，垂直放置，以 0.1～0.2 L/min 的速度抽取 1 L 空气。采样后将管的两端套上塑料帽，带回实验室分析。

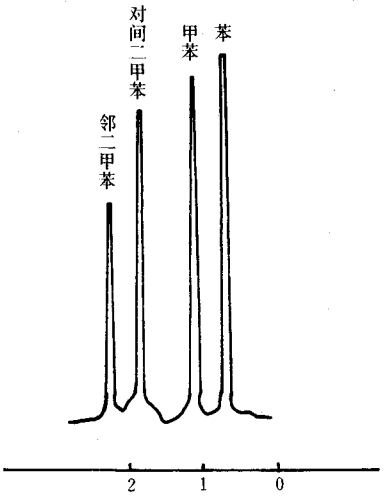
6 分析步骤

6.1 对照试验：将带到现场但未采样的活性炭管与样品同时分析，作为对照。

6.2 样品处理：采完样品后，应套好塑料帽。如不能即时分析样品，可将炭管置冰箱冷藏。

6.3 标准曲线的绘制：用微量注射器准确抽取一定量的甲苯（于 20℃ 时 1 μL 甲苯质量为 0.866 9 mg），注入 100 mL 注射器中配成一定浓度的甲苯标准气，取一定量的甲苯标准气，用清洁空气稀释成 0.02、0.05、0.1、0.2、0.4 μg/μL 的甲苯标准气，分别取 1 mL 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，以甲苯的含量对峰高作图，绘制标准曲线。保留时间为定性指标。

6.4 测定：把样品管与 100 mL 注射器相联，放热解吸装置上，用氮气以 50～60 mL/min 的速度于 300～350℃解吸，解吸体积为 100 mL，取 1 mL 解吸气进样，用保留时间定性，峰高定量，色谱图见下图。



甲苯标准色谱图

7 计算

7.1 按式(1)将样品体积换算成标准状况下的体积。

$$V_0 = V \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{p}{101.3} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：V_0 ——标准状况下的样品体积，L；

V ——样品体积，L；

t ——温度，℃；

p ——大气压力，kPa。

7.2 按式(2)计算甲苯的浓度。

$$X = \frac{C}{V_0 D} \times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：X ——空气中甲苯的浓度，mg/m^3；

C ——所取解吸气中甲苯的含量，μg；

V_0 ——标准状况下的样品体积，L；

D ——解吸效率。

8 说明

8.1 本法的检测限为 1×10^{-3} μg(进样 1 mL 解吸气样品)。

8.2 GH-1 型活性炭较适合甲苯采样及热解吸的要求。

8.3 因使用的热解吸仪器不同，解吸温度可略有差异，一般甲苯在 350℃时才可得到较高的解吸效率。当苯、甲苯和二甲苯共存时亦应于 350℃下解吸。

8.4 在应用热解吸方法时，应首先试验被测有机化合物在该解吸温度下的解吸效率，解吸接近完全时方可使用。如解吸效率低，但结果尚稳定，在用标准气定量计算结果时应于校正。

8.5 采样现场的共存物，其保留时间与甲苯相近时，干扰甲苯的测定，此时可变换色谱等操作条件予以排除。

8.6 为简化日常工作中的配气操作，可在使用动态配气法配制一定浓度该有机气体的同时，采集一定体积的标准气体通过活性炭管，使活性炭管吸附一定量的有机化合物，作为标准管熔封保存。气相色谱分析时，标准管可与样品管一起解吸，以进行样品管的定性、定量。使用活性炭标准管进行定量是很方便的，计算结果时一般不用校正，但标准管与样品管应为同一批活性炭。如保存得当，许多化合物标准管的使用时间可达一年以上。

附加说明：

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由上海市卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人严怀曾、徐以盛、董玉香、袁克茵、陈扣娣。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。

需要全本请访问 www.ertongbook.com

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车间空气中甲苯的热解吸气相色谱测定方法
GB/T 16048—1995
*
中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电　　话:68522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行　各地新华书店经售
版权专有　不得翻印
*
开本 880×1230　1/16　印张 1/2　字数 6千字
1996年9月第一版　1996年9月第一次印刷
印数 1—2 500
*
书号:155066·1-12917　定价 8.00元
*
标 目 294—46

GB/T 16048-1995