

毛细管气相色谱法测定工作场所空气中苯系物、酮和酯

罗炜, 李自力, 黄世平

(浙江省玉环县疾病预防控制中心, 浙江玉环 317600)

[摘要] 目的: 建立工作场所中丙酮、乙酸乙酯、丁酮、苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯和环己酮同时测定方法。方法: 采用活性炭管吸附空气样品, 经二硫化碳解吸后进样, AC20毛细管柱分离, FID检测器检测。结果: 被测化合物在 AC20毛细管柱上分离良好, 工作曲线的相关系数 r 均在 0.999以上, 相对标准偏差及加标回收率均满意。结论: 该方法适合空气中丙酮、乙酸乙酯、丁酮、苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯和环己酮的同时测定。

[关键词] 毛细管气相色谱; 作业场所空气; 苯系物; 丙酮; 乙酸乙酯; 丁酮; 环己酮

[中图分类号] O657.8 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1004-8685(2011)02-0329-02

Determination of benzene homologues, ketone and ester in workplace air by capillary gas chromatography

LUO Wei, LI Zi-li, HUANG Shi-ping

(Yuhuan Center for Disease Control and Prevention, Yuhuan 317600, China)

[Abstract] **Objective** To establish a method for simultaneous determination of acetone, ethylacetate, butylbenzene, toluene, xylene, ethylbenzene, xylene, styrene and cyclohexanone in workplace air by capillary gas chromatography. **Methods** Air samples were collected using active carbon tubes and desorbed with carbon disulfide. The sample solutions were separated with an AC20 capillary column and detected using FID detector. **Results** All the target chemicals were separated well on AC20 column and had correlation coefficients larger than 0.999. The relative standard deviations and recoveries were satisfactory. **Conclusion** This method is suitable for the determination of these chemicals in workplace air simultaneously.

[Key words] Capillary gas chromatography; Workplace air; Benzene; Toluene; Xylene; Acetone; Ethylacetate; Butylbenzene; styrene; Cyclohexanone

丙酮、乙酸乙酯、丁酮、苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯和环己酮是工作场所的空气中常见的毒物, 特别涉及油漆的工作场所中可能同时存在多种毒物^[1], 使工作场所空气检测变得复杂。国标所提供的检测方法都是单一的检测方法^[2-5], 不利于多种物质的同时测定, 而目前尚未见同时检测空气中这 11 种化合物的报道, 只有检测其中的几种化合物^[6-8]。结合本实验室的现有条件, 采用活性炭管吸附, AC20毛细管柱分离, 通过改变程序升温模式, 一次性将丙酮、乙酸乙酯、丁酮、苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯和环己酮分离, 得到的结果满意, 操作简单, 分析时间缩短, 现报告如下。

1 材料与方法

1.1 试剂

丙酮、乙酸乙酯、丁酮、环己酮标准(色标); 苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯标准溶液: 由国家标准物质研究中心提供; 二硫化碳(色谱纯)。

[作者简介] 罗炜(1979-), 男, 学士, 检验师, 主要从事理化检验研究。

1.2 仪器

日立 GC979Q 带 FID 检测器, SGEAC20 毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.32 mm)。

1.3 实验方法

1.3.1 色谱条件 色谱柱: AC20(初始温度 50℃ 保持 2 min, 升温速率 5℃/min 到 70℃ 保持 3 min, 再以 20℃/min 升温到 120℃ 保持 3 min); FID 检测器温度: 120℃; 汽化室温度: 100℃; 分流比 6:1; 载气(N₂)流量: 40 mL/min; 氢气流量: 30 mL/min; 空气流量: 300 mL/min。

1.3.2 标准系列配制 分别在 10 mL 容量瓶中加入 5 mL CS₂, 准确称量后加入一定量的丙酮、乙酸乙酯、丁酮和环己酮, 再准确称量配成适当浓度, 再与苯系物国家标准混合配成系列浓度(如表 1)。

表 1 标准系列

标准	1	2	3	4	5	6
丙酮、乙酸乙酯、丁酮、环己酮(μg/mL)	400	200	100	50	10	2
苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯(μg/mL)	200	100	50	25	5	1

1.4 样品采集与分析

现场采样按照 GBZ159执行,共采集 1 5 L空气。将前后两段的活性炭分别倒入溶剂解吸瓶中,加入 1.0 ml CS₂ 振荡 1 min,解吸 30 min,解吸液进样 1 μl。

2 结果与分析

2.1 色谱条件的优化

色谱柱、温度、载气流量是影响气相色谱分离效果、分析时间和灵敏度的主要因素。实验过程中选用了强极性色谱柱 AC20和中级性色谱柱 AC10两种,发现只有 AC20在合适的条件下可将 11种组分完全分开(如图 1)。

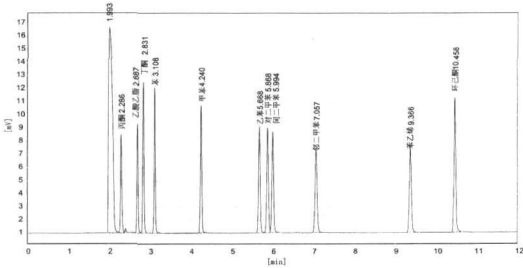


图 1 标样色谱图

2.2 线性关系及检出限

分别取 1 μl 标准品进入气相色谱仪器中,计算它们的线性回归方程并以基线的三倍噪音计算最低检出限,结果见表 2。

表 2 线性关系及检出限

组分	线性范围 (μg/ml)	回归方程	相关系数	检出限 (μg/ml)
丙酮	2.0~400	Y=81.66X+58.33	0.9996	0.40
乙酸乙酯	2.0~400	Y=79.93X+60.32	0.9994	0.36
丁酮	2.0~400	Y=113.07X+32.30	0.9993	0.26
苯	1.0~200	Y=205.52X+92.24	0.9994	0.14
甲苯	1.0~200	Y=221.01X+70.62	0.9993	0.15
乙苯	1.0~200	Y=219.63X-22.23	0.9992	0.19
对二甲苯	1.0~200	Y=218.28X-83.45	0.9994	0.19
间二甲苯	1.0~200	Y=223.18X-83.48	0.9994	0.20
邻二甲苯	1.0~200	Y=218.39X-78.56	0.9993	0.24
苯乙烯	1.0~200	Y=222.37X-87.04	0.9995	0.23
环己酮	2.0~400	Y=158.82X-360.27	0.9994	0.29

2.3 样品加标回收与精密度实验

取平行采样的活性炭管 4支,把活性炭管两端的活性炭分别倒入溶剂解吸瓶中,其中 3瓶分别加入低、中、高三个浓度的标准,另一瓶做待测样品,然后各加 CS₂ 1 ml解吸。取解吸液测定 6次计算回收率和相对标准偏差(如表 3)。

表 3 方法回收率和精密度实验结果 (n=6)

组分	加标浓度 (μg/ml)	平均检测浓度 (μg/ml)	RSD (%)	平均回收率 (%)
丙酮	200 100 10	199.99 99.92	2.2 2.5 3.5	99.5 99.6 99.2
乙酸乙酯	200 100 10	198.98 98.92	2.1 3.3 3.0	99.0 98.8 99.2
丁酮	200 100 10	197.98 98.83	1.9 3.6 4.8	98.5 98.5 98.3
苯	100 50 5	97.8 48.9 4.84	2.8 3.4 4.7	97.8 97.8 96.8
甲苯	100 50 5	96.5 47.9 4.74	2.8 2.5 3.5	96.5 95.8 94.8
乙苯	100 50 5	95.8 47.7 4.68	2.4 3.3 4.0	95.8 95.4 93.6
对二甲苯	100 50 5	94.8 47.1 4.65	2.9 3.6 4.8	94.8 94.2 93.0
间二甲苯	100 10 5	93.6 46.9 4.60	3.8 4.4 4.7	93.6 93.9 92.0
邻二甲苯	100 50 5	92.8 45.9 4.59	4.2 4.5 5.5	92.8 91.8 91.8
苯乙烯	100 50 5	92.5 45.7 4.55	4.1 4.3 4.0	92.5 91.4 91.0
环己酮	200 100 10	91.7 45.1 4.52	4.9 5.6 5.3	91.7 90.2 90.4

2.4 样品检测

采用本方法对本地区 5家家具企业 15份空气样品进行检测,同时检出丙酮、苯、乙苯、苯乙烯 3份;乙酸乙酯、苯、二甲苯 2份;苯、甲苯、二甲苯 9份;苯、环己酮 1份。

3 小结

采用活性炭管吸附空气中丙酮、乙酸乙酯、丁酮、苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯和环己酮,由二硫化碳解吸、进样,经毛细管柱程序升温分离测定,该方法操作简便、分析时间较短、灵敏度高、重现性好、准确可靠,适用于空气中丙酮、乙酸乙酯、丁酮、苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯和环己酮同时测定。

[参考文献]

[1] 李凤苏. 苯及苯系物对作业人员健康状况的影响 [J]. 职业与健康, 2008, 9(24): 1760-1761.

[2] GBZ/T 160 42-2004 工作场所空气有毒物质测定-芳香烃类化合物 [S].

[3] GBZ/T 160 55-2004 工作场所空气有毒物质测定-脂肪族酮类化合物 [S].

[4] GBZ/T 160 56-2004 工作场所空气有毒物质测定-脂环酮和芳香族酮类化合物 [S].

[5] GBZ/T 160 63-2004 工作场所空气有毒物质测定-饱和脂肪族酯类化合物 [S].

[6] 胡美华, 朱惠芳, 李良, 等. 苯系物、酯类、酮类的气相色谱同时测定方法 [J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(6): 986

[7] 徐明敏, 陈波, 陈武明. 毛细管气相色谱法测定工作场所空气中苯系物和脂肪酮 [J]. 中国卫生检验杂志, 2007, 17(7): 1231-1232

[8] 齐敏, 张立军, 俞安复. 车间空气中苯系物、正己烷、酮类的气相色谱同时测定方法 [J]. 中国卫生检验杂志, 2006, 16(2): 196

(收稿日期: 2010-11-23)