

(京)新登字 023 号

UDC 614.7 : 547.53 : 543.41  
Z 15



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14677—93

GB/T 14677—93

## 空气质量 甲苯、二甲苯、苯乙烯的 测定 气相色谱法

Air quality—Determination of toluene, dimethyl  
benzene and styrene—Gas chromatography

中华人民共和国  
国家标准  
空气质量 甲苯、二甲苯、苯乙烯的  
测定 气相色谱法  
GB/T 14677—93

\*  
中国标准出版社出版  
(北京复外三里河)  
中国标准出版社北京印刷厂印刷  
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 3/4 字数 13 千字  
1994 年 5 月第一版 1994 年 5 月第一次印刷  
印数 1—2 000

\*  
书号: 155066 · 1-10593 定价 10.00 元

\*  
标目 239—36

1993-10-27 发布

1994-03-15 实施

国家环境保护局  
国家技术监督局 发布



GB/T 14677-1993

中华人民共和国国家标准

空气质量 甲苯、二甲苯、苯乙烯的  
测定 气相色谱法

GB/T 14677—93

Air quality—Determination of toluene, dimethyl  
benzene and styrene—Gas chromatography

1 适用范围

1.1 本标准适用于环境空气及工业废气中甲苯、二甲苯和苯乙烯的测定。当采样体积为 1 L 时,甲苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯的最低检出浓度分别可以达到  $1.0 \times 10^{-3} \sim 2.0 \times 10^{-3} \text{ mg/m}^3$ 。当所用仪器型号不同时,方法的检出范围有所不同。

1.2 本标准测定以气体状态存在的甲苯、二甲苯和苯乙烯。

1.3 样品中的苯、乙苯、异丙苯等有机化合物在本方法选定的色谱条件下,均不干扰甲苯、二甲苯和苯乙烯的测定。

2 原理

用充填 Tenax-GC 的采样管,在常温条件下,富集空气或工业废气中的甲苯、二甲苯和苯乙烯,采样管连入气相色谱分析系统后,经加热将吸附成分全量导入附有氢焰离子化检测器的气相色谱仪进行分析。在一定浓度范围内,甲苯、二甲苯、苯乙烯的含量与峰面积(或峰高)成正比。

3 试剂和材料

3.1 载气和辅助气体

3.1.1 载气:氮气,纯度 99.99%,用装 5A 分子筛和活性炭净化管净化。

3.1.2 燃烧气:氢气,纯度 99.9%。

3.1.3 助燃气:空气。

3.2 配制标准样品使用的试剂

3.2.1 甲苯( $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_5$ )、对二甲苯[( $\text{CH}_3$ ) $_2\text{C}_6\text{H}_4$ ]、间二甲苯[( $\text{CH}_3$ ) $_2\text{C}_6\text{H}_4$ ]、邻二甲苯[( $\text{CH}_3$ ) $_2\text{C}_6\text{H}_4$ ]、苯乙烯( $\text{CH}_2=\text{CHC}_6\text{H}_5$ )均为色谱纯。

3.2.2 二硫化碳( $\text{CS}_2$ ):分析纯(有毒),经色谱测定无成分。如有干扰则需用全玻璃蒸馏器重新蒸馏,收集 46℃ 的馏分。

3.3 采样管

采样管的材质为硬质玻璃,长 15 cm,内径 4 mm,壁厚 0.5 mm,一侧为可与注射器针头相接的磨口,内充填 0.5 g Tenax-GC 或具有等效的吸附剂,两端充填少许石英棉固定,管两头分别用硅橡胶塞和不锈钢针头(针头前以硅橡胶塞密封)塞紧。新充填的采样管需在 200℃ 条件下通氮气老化 30 min(氮气流量 100 mL/min)。每次采样前需对采样管加热通氮气处理,并经色谱检验无成分残留杂质。每次处理后,采样前后总计存放时间不应超过二天并避光保存。

国家环境保护局 1993-09-18 批准

1994-03-15 实施

## 4 仪器

### 4.1 仪器种类

气相色谱仪。

### 4.2 记录器

与仪器相匹配的色谱处理机或记录器。

### 4.3 检测器

氢焰离子化检测器。

### 4.4 色谱柱

#### 4.4.1 色谱柱类型

填充柱。

#### 4.4.2 色谱柱的特征

材质为硬质玻璃,长 2 m,内径 3~4 mm。

#### 4.4.3 载体

##### 4.4.3.1 名称:Chromsorb G·DMCS。

##### 4.4.3.2 粒度:80~100 目。

#### 4.4.4 固定液

##### 4.4.4.1 名称及其化学性质:有机皂土-34(Bentane),最高使用温度 200℃;邻苯二甲酸二壬酯(DNP),最高使用温度 160℃。

##### 4.4.4.2 液相载荷量:DNP 2.5%,Bentane 2.5%。

##### 4.4.4.3 涂渍固定液的方法

称取有机皂土 0.525 g 和 DNP 0.378 g,置入圆底烧瓶中,加入 60 mL 苯,于 90℃水浴中回流 3 h,再加入载体 15 g 继续回流 2 h 后,将固定相转移至培养皿中,在红外灯下边烘烤边摇动至松散状态,再静置烘烤 2 h 后即可装柱。

#### 4.4.5 色谱柱的制备

##### 4.4.5.1 色谱柱的充填方法

将色谱柱的尾端(接检测器一端)用石英棉塞住,接真空泵,柱的另一端通过软管接一漏斗,开动真空泵后,使固定相慢慢通过漏斗装入色谱柱内,边装边轻敲色谱柱使充填均匀,充填完毕后,用石英棉塞住色谱柱另一端。

##### 4.4.5.2 色谱柱的老化

将充填好的色谱柱在 150℃以低流速 20~30 mL/min 通氮气,连续老化 24 h。

#### 4.4.6 柱效能和分离度

在给定条件下,被测成分色谱峰的分离度大于 1.0。

## 4.5 加热解吸装置

### 4.5.1 加热管的制备

在一根长为 12 cm,内径可穿入采样管的玻璃管外,依次缠上铝箔和玻璃丝带各一层后,固定带玻璃丝套管的热电偶丝,测温点置于管中部,再以 0.5 cm 间距均匀缠上加热丝(1 kW 电炉丝伸直截取部分套上玻璃丝套管),外缠上一层玻璃丝带。

### 4.5.2 加热管供电温控器

输出功率大于加热管功率,输出电压在不低于 60 V 范围内连续可调,温度控制上限不低于 300℃的温度控制器。

## 4.6 气路转换系统

采用色谱用气路转换阀,将气体入口与载气源连接,气体出口一侧与色谱仪原载气入口相接,另一

## 附加说明:

本标准由国家环境保护局科技标准司提出。

本标准由沈阳环境科学研究所主编。

本标准主要起草人荆治严、韩庆莉、杨杰、王凤芹、冯晓斌。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。