

居住区大气中硝基苯卫生检验 标准方法 气相色谱法

GB 11731—89

Standard method for hygienic examination
of nitrobenzene in air of residential
areas—Gas chromatography

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用气相色谱法测定居住区大气中硝基苯浓度。

本标准适用于居住区大气中硝基苯浓度的测定。

1.1 检出下限

进样量 1 μL ，检出下限为 $2 \times 10^{-5} \mu\text{g}$ ；若采样体积为 20 L 时，最低检出浓度为 $0.002 \text{ mg}/\text{m}^3$ 。

1.2 测定范围

采样体积为 20 L 时，测定范围为 $0.002 \sim 0.1 \text{ mg}/\text{m}^3$ 。

1.3 干扰与排除

由于采用了色谱分离技术，对常见共存污染物：硝基氯苯、二硝基苯、二硝基氯苯和苯胺均不干扰测定。

2 原理

空气中硝基苯被硅胶管吸附后，经解吸液洗脱，色谱柱分离，电子捕获检测器测定，以保留时间定性，峰高定量。

3 试剂和材料

本法所用试剂纯度均为分析纯，苯在使用前需经测定，确认不含硝基苯，否则应重蒸馏。硝基苯标准为色谱纯。

3.1 硅胶采样管

3.1.1 硅胶前处理：用 20 ~ 50 目的粗孔球型硅胶，加浓硫酸浸泡过夜后，小心倾去硫酸，用自来水冲洗至中性，再用蒸馏水浸泡冲洗 2 ~ 3 次，于烘箱中烘干，再置高温炉中 360°C 烘烤 4 h 以上，冷却后置于干燥器中备用。

3.1.2 硅胶管的制备：将长 20 cm、内径 6 mm、外径 8 mm 的硬质玻璃管洗净烘干，分段装入 600 mg、200 mg 经处理后的硅胶，中间用约 15 mg 玻璃棉隔开，两端分别用约 15 mg 玻璃棉塞住，用喷灯封口。

3.2 解吸液：5% (V/V) 甲醇-苯溶液，于冰箱中保存。

3.3 标准溶液：在 25 mL 容量瓶中，加入约 10 mL 苯，准确称量，加入少量硝基苯后再准确称重，两次称重之差为硝基苯的量，加苯至刻度，并混匀。计算每毫升溶液中硝基苯的含量，分装于玻璃安瓿中保存。使用时用解吸液稀释为 $0.05 \sim 0.50 \mu\text{g}/\text{mL}$ 四个浓度点的标准溶液。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪：附电子捕获检测器。

4.2 色谱柱:

长2 m、内径4 mm玻璃柱,内填充Chromosorb W AW DMCS (60~80目),涂渍2%OV-17+1.5%QF-1。

4.3 空气采样器:流量范围0.2~1 L/min。流量稳定。使用时用皂膜计校准采样系列在采样前和采样后的流量。流量误差应小于5%。

4.4 微量注射器:1 μL、5 μL,体积刻度应校正。

5 采样

将硅胶管两端割开,端口径应大于0.5倍玻璃管内径。将硅胶管后端,即硅胶量少的一端,垂直于采样器相接,以0.5~1 L/min流量采气约30 L,立即套上塑帽。记录采样点的温度和大气压力,样品在室温下可保存一周。

6 分析步骤

6.1 色谱分析条件

由于色谱分析条件常因实验条件不同而有差异,所以应根据所用气相色谱仪的型号和性能,制定分析硝基苯的最佳色谱分析条件。附录A(参考件)所列举的色谱分析条件是一个实例。

6.2 绘制标准曲线和测定校正因子

6.2.1 标准曲线的绘制:吸取0.05~0.50 μg/mL四个浓度点的标准溶液各1.0 μL,注入色谱仪中,得各个浓度的色谱峰和保留时间。每个浓度重复测三次,以峰高(mm)的平均值作纵坐标,浓度(μg/mL)为横坐标,绘制标准曲线,并计算回归线的斜率,以斜率的倒数作样品测定的计算因子 B_s [μg/(mL·mm)]。

6.2.2 测定校正因子

当仪器稳定性能差时,可用单点校正法求校正因子。在样品测定的同时,用1.0 μL进样,分别取零浓度和与样品提取液中含硝基苯浓度相接近的标准溶液,按6.2.1操作,测量零浓度和标准的色谱峰高(mm)和保留时间。用式(1)计算校正因子。

$$f = \frac{c_0}{h_s - h_0} \dots \dots \dots (1)$$

式中: f ——校正因子, μg/(mL·mm);
 h_0 、 h_s ——零浓度、标准溶液的平均峰高, mm;
 c_0 ——标准溶液浓度, μg/mL。

6.3 标品测定

将采过样的硅胶管前、后两段硅胶,分别倒入具塞小试管中,前段加2.0 mL,后段加1.0 mL解吸液。放置30 min(期间振摇2次)后,除去硅胶表面气泡,取1.0 μL解吸后的样品溶液按6.2.1操作,得样品峰高的平均值(mm)。

在分析样品的同时,用一支未经采样的硅胶管按样品测定步骤做试剂空白测定。

7 结果计算

7.1 将采样体积,按式(2)换算成标准状况下的采样体积。

$$V_0 = V_t \times \frac{T_0}{T_0 + t} \times \frac{p}{p_0} \dots \dots \dots (2)$$

式中: V_0 ——换算成标准状况下的采样体积, L;
 V_t ——采样体积,由采样流量乘以采样时间而得, L;
 T_0 ——标准状况下的绝对温度, 273 K;
 t ——采样时采样点的气温, °C;