

居住区大气中甲醇、丙酮卫生检验  
标准方法 气相色谱法

GB 11738—89

Standard method for hygienic examination of  
methanol and acetone 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甲醇、丙酮的浓度。

本标准适用于居住区大气中甲醇、丙酮浓度的测定。

1.1 检出下限

对甲醇、丙酮的检出下限为  $2 \times 10^{-3} \mu\text{g}$  (进  $1.0 \mu\text{L}$  样品溶液)。当采样体积为 5 L 时, 甲醇、丙酮最低检出浓度均为  $0.40 \text{ mg} / \text{m}^3$ 。

1.2 测定范围

进样量  $1.0 \mu\text{L}$  甲醇、丙酮样品溶液, 测定范围为  $2.0 \sim 20.0 \mu\text{g} / \text{mL}$ , 当采样体积为 5 L 时, 测定范围为  $0.40 \sim 4.00 \text{ mg} / \text{m}^3$ 。

1.3 干扰与排除

甲醇、丙酮在气相色谱柱中可与乙醇、丙烯腈、正丙醇及二氧化硫、氮氧化物等分离, 无干扰。

2 原理

空气中的甲醇、丙酮被硅胶采样管所吸附, 经水解吸, 再经 GDX-102 色谱柱分离后, 用氢火焰离子化检测器测定。以保留时间定性, 峰高定量。

3 试剂和材料

3.1 硅胶: 40~60目。

硅胶活化处理方法: 将硅胶注入 1 + 1 盐酸中浸泡一天, 然后用水洗净至无氯离子为止, 倾水后将硅胶在  $90 \sim 100 \text{ }^\circ\text{C}$  条件下干燥, 再于  $200 \text{ }^\circ\text{C}$  条件下活化 3 h, 冷后, 装管。

3.2 甲醇: 色谱纯 (含量 99%)。

3.3 丙酮: 色谱纯 (含量 99%)。

3.4 固定相: GDX-102, 60~80目, 气相色谱用。

3.5 水: 蒸馏水 (不含甲醇、丙酮)。

3.6 玻璃棉。

3.7 聚氨基甲酸乙酯泡沫塑料 (简称泡沫塑料)。

3.8 标准溶液: 于 25 mL 容量瓶中加入约 10 mL 水, 准确称量, 加入 5 滴甲醇, 再准确称量, 两次重量之差, 即为甲醇的重量, 再加水到刻度, 计算 1 mL 溶液中甲醇的含量; 另取一只 25 mL 容量瓶中约加入 10 mL 水, 准确称量, 加入 5 滴丙酮再准确称量, 两次重量之差, 即为丙酮的重量, 再加水到刻度, 计算 1 mL 溶液中丙酮的含量。各贮于冰箱备用。临用时用水稀释成 1 mL 含 0.1 mg 甲醇和 1 mL 含 0.1 mg 丙酮的混合标准溶液。

## 4 仪器及设备

4.1 气相色谱仪：附有氢火焰离子化检测器。

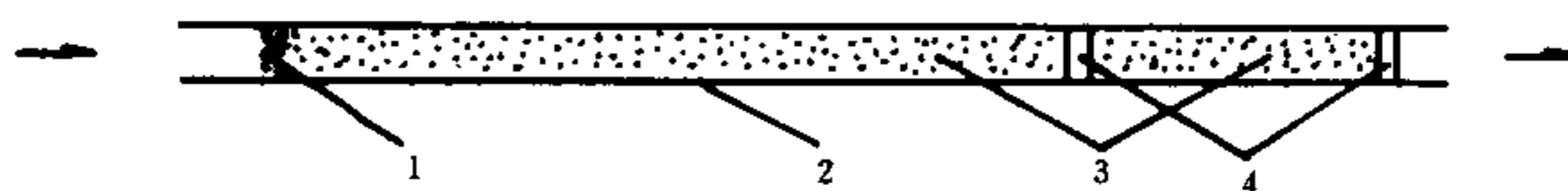
4.2 色谱柱：长 2 m，内径 3 mm 不锈钢管，内装 GDX-102。

4.3 空气采样器：流量范围 0.2~1.0 L/min，流量稳定。使用时用皂膜流量计校准采样系列在采样前和采样后的流量。误差应小于 5%。

4.4 具塞比色管：5 mL。

4.5 微量进样注射器：10 μL，体积刻度应校正。

4.6 硅胶采样管：长 90 mm，内径 4 mm 的玻璃管，前段与后段分别填装 150 mg 和 50 mg 硅胶，中间及后端塞入 3 mm 长泡沫塑料，进气口填放少量玻璃棉，见下图。硅胶采样管两端套上塑料帽，密封备用。



硅胶采样管

1—玻璃棉；2—玻璃管；3—硅胶；4—泡沫塑料

## 5 采样

取下硅胶采样管两端的塑料密封帽，将出气口垂直接到空气采样器上，以 0.2 L/min 的速度，采气 5 L。采样后用塑料帽密封采样管的两端，并记录采样时的温度和大气压力。

## 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甲醇、丙酮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

在作样品分析的相同条件下，绘制标准曲线和测定校正因子。

#### 6.2.1 标准曲线的绘制

准确吸取混合标准溶液，用水配制成含甲醇、丙酮各为 0.0、2.0、4.0、8.0、12.0、16.0、20.0 μg/mL 的混合标准溶液。各浓度分别量取 1.0 μL 进样用气相色谱仪测定。得到各个浓度的色谱峰和保留时间，每个浓度做三次，测量峰高的平均值。以甲醇、丙酮含量（μg/mL）为横坐标、平均峰高（mm）为纵坐标绘制标准曲线。并计算回归线斜率，以斜率的倒数  $B_s$  [μg / (μL·mm)] 作为样品测定的计算因子。

#### 6.2.2 测定校正因子

当仪器稳定性差时，可用单点校正法求校正因子。在样品测定的同时，分别取空白溶液和与样品提取液中含甲醇、丙酮浓度相接近的标准溶液，按 6.2.1 操作，测量空白溶液和标准的色谱峰高（mm）和保留时间。用式（1）计算校正因子。

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

式中：  $f$  ——校正因子，μg / (μL·mm)；

$h_s$  ——标准溶液的平均峰高，mm；

$h_0$  ——空白溶液的平均峰高，mm；