

# 居住区大气中苯、甲苯和二甲苯 卫生检验标准方法 气相色谱法

GB 11737—89

Standard method for hygienic examination of  
benzene, toluene and xylene 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苯、甲苯和二甲苯的浓度。

本标准适用于居住区大气中苯、甲苯和二甲苯浓度的测定。也适用于室内空气中苯、甲苯和二甲苯浓度的测定。

### 1.1 检出下限

当采样量为10L，热解吸为100 mL 气体样品，进样1 mL时，苯、甲苯和二甲苯的检出下限分别为0.005 mg/m<sup>3</sup>、0.01 mg/m<sup>3</sup>和0.02 mg/m<sup>3</sup>；若用1 mL 二硫化碳提取的液体样品，进样1 μL时，苯、甲苯和二甲苯的检出下限分别为0.025 mg/m<sup>3</sup>、0.05 mg/m<sup>3</sup>和0.1 mg/m<sup>3</sup>。

### 1.2 测定范围

当用活性炭管采样10L，热解吸时，苯的测量范围为0.005~10 mg/m<sup>3</sup>，甲苯为0.01~10 mg/m<sup>3</sup>，二甲苯为0.02~10 mg/m<sup>3</sup>；二硫化碳提取时，苯的测量范围为0.025~20 mg/m<sup>3</sup>，甲苯为0.05~20 mg/m<sup>3</sup>，二甲苯为0.1~20 mg/m<sup>3</sup>。

### 1.3 干扰与排除

当空气中水蒸气或水雾量太大，以致在炭管中凝结时，严重影响活性炭管的穿透容量及采样效率，空气湿度在90%时，活性炭管的采样效率仍然符合要求，空气中的其他污染物的干扰由于采用了气相色谱分离技术，选择合适的色谱分离条件已予以消除。

## 2 原理

空气中苯、甲苯和二甲苯用活性炭管采集，然后经热解吸或用二硫化碳提取出来，再经聚乙二醇6000色谱柱分离，用氢火焰离子化检测器检测，以保留时间定性，峰高定量。

## 3 试剂和材料

3.1 苯：色谱纯。

3.2 甲苯：色谱纯。

3.3 二甲苯：色谱纯。

3.4 二硫化碳：分析纯，需经纯化处理，处理方法见附录A（补充件）。

3.5 色谱固定液：聚乙二醇6000。

3.6 6201担体：60~80目。

3.7 椰子壳活性炭：20~40目，用于装活性炭采样管。

3.8 纯氮：99.99%。

## 4 仪器与设备

- 4.1 活性炭采样管：**用长150 mm，内径3.5~4.0 mm，外径6 mm的玻璃管，装入100 mg 椰子壳活性炭，两端用少量玻璃棉固定。装好管后再用纯氮气于300~350℃温度条件下吹5~10 min，然后套上塑料帽封紧管的两端。此管放于干燥器中可保存5天。若将玻璃管熔封，此管可稳定三个月。
- 4.2 空气采样器**  
流量范围0.2~1 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。流量误差应小于5%。
- 4.3 注射器：**1 mL，100 mL。体积刻度误差应校正。
- 4.4 微量注射器：**1 μL，10 μL。体积刻度误差应校正。
- 4.5 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。调温范围为100~400℃，控温精度±1℃，热解吸气体为氮气，流量调节范围为50~100 mL/min，读数误差±1 mL/min。所用的热解吸装置的结构应使活性炭管能方便地插入加热器中，并且各部分受热均匀。
- 4.6 具塞刻度试管：**2 mL。
- 4.7 气相色谱仪：**附氢火焰离子化检测器。
- 4.8 色谱柱：**长2 m、内径4 mm不锈钢柱，内填充聚乙二醇6000 6201担体(5:100)固定相。

## 5 采样

在采样地点打开活性炭管，两端孔径至少2 mm，与空气采样器入气口垂直连接，以0.5 L/min的速度，抽取10 L空气。采样后，将管的两端套上塑料帽，并记录采样时的温度和大气的压力。样品可保存5天。

## 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，制定能分析苯、甲苯和二甲苯的最佳的色谱分析条件。附录B(参考件)所列举色谱分析条件是一个实例。

### 6.2 绘制标准曲线和测定计算因子

在作样品分析的相同条件下，绘制标准曲线和测定计算因子。

#### 6.2.1 用混合标准气体绘制标准曲线

用微量注射器准确取一定量的苯、甲苯和二甲苯(于20℃时，1 μL苯重0.8787 mg，甲苯重0.8669 mg，邻、间、对二甲苯分别重0.8802，0.8642，0.8611 mg)分别注入100 mL注射器中，以氮气为本底气，配成一定浓度的标准气体。取一定量的苯、甲苯和二甲苯标准气体分别注入同一个100 mL注射器中相混合，再用氮气逐级稀释成0.02~2.0 μg/mL范围内四个浓度点的苯、甲苯和二甲苯的混合气体。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。分别以苯、甲苯和二甲苯的含量(μg/mL)为横坐标，平均峰高(mm)为纵坐标，绘制标准曲线。并计算回归线的斜率，以斜率的倒数 $B_g$  [μg/(mL·mm)]作样品测定的计算因子。

#### 6.2.2 用标准溶液绘制标准曲线

于3个50 mL容量瓶中，先加入少量二硫化碳，用10 μL注射器准确量取一定量的苯、甲苯和二甲苯分别注入容量瓶中，加二硫化碳至刻度，配成一定浓度的贮备液。临用前取一定量的贮备液用二硫化碳逐级稀释成苯、甲苯和二甲苯含量为0.005，0.01，0.05，0.2 μg/mL的混合标准液。分别取1 μL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，以苯、甲苯和二甲苯的含量(μg/μL)为横坐标，平均峰高(mm)为纵坐标，绘制标准曲线。并计算回归线的斜率，以斜率的倒数 $B_s$  [μg/(μL·mm)]作样品测定的计算因子。