

中华人民共和国国家标准

居住区大气中苯胺卫生检验标准方法 气相色谱法

GB/T 16130—1995

Standard method for hygienic
examination of aniline 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胺浓度。

本标准适用于居住区大气中苯胺浓度的测定。

2 原理

空气中苯胺经硅胶管吸附后,然后经热解吸,再经聚乙二醇-20 M 色谱柱分离,用氢火焰离子化检测器检测,以保留时间定性、以峰高定量。

3 试剂和材料

3.1 苯胺:重蒸弃去前段和后段,收集中间馏分于棕色瓶中使用。

3.2 苯、正己烷,均为分析纯,使用前需经测定不含苯胺,否则应重蒸馏。

3.3 标准溶液:于 10 mL 量瓶中放入 2 mL 苯,准确称量,加入 5 滴新蒸馏的苯胺,再准确称量,两次之差即为苯胺的质量,加正己烷至刻度,计算 1 mL 此液中苯胺的含量。临用时,用苯、正己烷(2+8)混合液稀释为 0.6~6.0 mg/mL 范围内四个浓度点的标准溶液。

3.4 氢氧化钾:优级纯。

3.5 粗孔球形硅胶:20~50 目,使用前须活化,处理方法为将硅胶注入(1+1)盐酸中浸泡一夜,然后用水洗至无氯离子为止,倾水后将硅胶于 90~100℃ 条件下干燥,再于 450℃ 条件下活化 3 h,冷后放入干燥器中待用。

4 仪器与设备

4.1 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 100~500℃;控温精度±1℃,热解气体为氮气,流量范围为 25~200 mL/min,读数误差±1 mL/min。所用的热解吸装置的结构应使硅胶管能方便地插入加热器中,并且各部分受热均匀以及气密性良好。

4.2 硅胶采样管:长 10 cm,内径 6 mm,外径 8 mm 的硬质玻璃管,内装已处理好的 600 mg 硅胶,在装硅胶时,玻璃管两端空间应留一长一短,以短端为采样进气端及热解吸出气端。使用前于 400~450℃ 下以 100 mL/min 通氮气 5 min,再用塑料帽密封(不可用橡皮管)或火熔封口。

4.3 注射器:1 μL,1 mL,100 mL。

4.4 空气采样器:流量范围 0.2~2 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

国家技术监督局 1995-12-15 批准

1996-07-01 实施

采样后的流量,流量误差应小于5%。

4.5 气相色谱仪:附氢火焰离子化检测器。

4.6 色谱柱:长1.5 m,内径3 mm的玻璃柱,内填氢氧化钾,聚乙二醇20 M-Chromosorb W NAW担体(2:8:100)固定相。

5 采样

在采样点除去硅胶管两端塑料帽并与采样器相连垂直放置,以0.5~1 L/min的速度采集80 L空气后,用塑料帽迅速套上,同时做空白管1支,带回实验室分析。并记下采样点的温度和大气压力。

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苯胺的最佳色谱条件。附录A(参考件)列举了色谱分析条件的一个实例。

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0.6~6.0 mg/mL四个浓度点的标准溶液各2.0 μL于4支100 mL注射器中,以氮气为本底气,配成0.012~0.12 μg/mL四个浓度苯胺标准气,分别取1 mL进样测量保留时间及峰高,每个浓度重复3次,取峰高平均值,以苯胺的浓度对峰高作图,绘制标准曲线。并计算回归线的斜率,以斜率的倒数 B_s [μg/(mL·mm)]作样品测定的计算因子。

6.2.2 测定校正因子

在线性范围内可用单点校正法求校正因子。在样品测定的同时,分别取零浓度和与样品热解吸气中含苯胺浓度相接近的标准气体1 mL,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。

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

式中: f ——校正因子,μg/(mL·mm);

c_s ——标准气体浓度,μg/mL;

h_0 ——零浓度平均峰高,mm。

h_s ——标准的平均峰高,mm。

6.3 热解吸效率测定

吸取0.6~6.0 mg/mL范围内三个浓度点的标准溶液各2 μL直接加到硅胶管中,其加入量分别1.2 μg,2.4 μg,12.0 μg的苯胺,立即塞紧管口,平衡24 h后放入热解吸装置上解吸,与苯胺的标准浓度气一样取1 mL进样。根据峰高得出苯胺含量,计算热解吸效率。

6.4 样品测定

把硅胶管的短端与100 mL注射器相连,放在450℃的热解吸装置上,以100 mL/min的氮气速度解吸,用2个100 mL注射器收集,分别取1 mL解吸气进样,用保留时间定性、峰高定量。每个样品作三次分析,求峰高的平均值。同时取一个未采样的硅胶管按样品管同样操作,测定空白管的平均峰高。

7 结果计算

7.1 将采样体积按式(2)换算成标准状态下的采样体积。

$$V_0 = V_t \cdot \frac{T_0}{273 + t} \cdot \frac{p}{p_0} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: V_0 ——标准状态下的采样体积,L;

V_t ——采样体积,L;

- T_0 ——标准状态的绝对温度, 273 K;
 t ——采样时采样点的温度, °C;
 p_0 ——标准状态下的大气压力, 101.3 kPa;
 p ——采样时采样点的大气压力, kPa。

7.2 用计算因子 B_g 按式(3)计算空气中苯胺浓度。

$$c = \frac{[(h_1 + h_2) - h_0] \cdot B_g}{V_0 \cdot E_g} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

- 式中: c ——空气中苯胺的浓度, mg/m³;
 h_1 ——第一解吸管中样品峰高的平均值, mm;
 h_2 ——第二解吸管中样品峰高的平均值, mm;
 h_0 ——空白管的峰高, mm;
 B_g ——由 6.2.1 得到的计算因子, μg/(mL · mm);
 E_g ——由实验确定的热解吸效率。

7.3 用校正因子时空气中苯胺浓度按式(4)计算

$$c = \frac{[(h_1 + h_2) - h_0] \cdot f}{V_0 \cdot E_g} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

- 式中: f ——由 6.2.2 得到的校正因子, μg/(mL · mm)。
 式中其他符号意义同式(3)。

8 精密度和准确度

8.1 精密度

当苯胺的浓度分别为 0.012, 0.024 和 0.120 μg/mL 气体时, 重复测定的变异系数相应为 9%, 6% 和 4%。

8.2 准确度

加入样品中苯胺的浓度分别为 1.2、2.4 和 12.0 μg/mL 时, 回收率相应为 90%、92%、94%。

8.3 检出下限

进样量 1 mL, 检出下限为 6×10^{-3} μg。若采样体积为 80 L 时, 则最低检出浓度为 7.5×10^{-3} mg/m³。

8.4 测定范围

当采样体积为 80 L 时, 测定范围为 0.007 5~0.2 mg/m³。

8.5 干扰与排除

由于采用了气相色谱法分离技术, 对常见的共存物: 硝基苯、氯苯、甲苯胺等均不干扰测定。