

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 41—1996

呼出气中二硫化碳的气相色谱 测定方法

Exhaled air—Determination of carbon disulfide
—Gas chromatographic method

1996-10-14 发布

1997-05-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

中华人民共和国卫生行业标准

呼出气中二硫化碳的气相色谱 测定方法

WS/T 41—1996

Exhaled air—Determination of carbon disulfide
—Gas chromatographic method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了呼出气中二硫化碳的气相色谱测定方法。

本法最低检测浓度为 0.05 mg/m^3 。

本标准适用于接触二硫化碳的工人呼出气中二硫化碳测定。

2 原理

将终末呼出气采集在玻璃采气管中,直接取样进行 GC 分析,用火焰光度检测器检测。当呼出气中二硫化碳浓度低于仪器检测限时,将样品富集在高分子微球吸附剂上,热解吸后进 GC 分析。保留时间定性,峰高定量。

3 仪器

- 3.1 气相色谱仪,火焰光度检测器。
- 3.2 热解吸浓缩进样装置,附 TenaxGC 管(见附录 A)。
- 3.3 玻璃瓶,具翻口胶塞,1 000mL。
- 3.4 注射器,2,5,10 及 100 mL。
- 3.5 微量注射器,10 μL 。
- 3.6 齿科针头,5 号。
- 3.7 双阀玻璃采气管,容积 30 mL,内径 15 mm(见附录 A)。

4 试剂

- 4.1 二硫化碳,分析纯。
- 4.2 固定液:OV-17。
- 4.3 载体:Chromosorb W-AW-DMCS,80~100 目。
- 4.4 质控样:二硫化碳标准气或加标的正常人呼出气作质控样。

5 采样、运输和保存

用采气管采集接触二硫化碳者终末呼出气为呼气样品。运输时应防震防碎,呼出气样品室温存放,采样后 24 h 内分析完毕。

6 分析步骤

6.1 仪器操作条件 将热解吸浓缩进样装置与气相色谱仪连接。安装方法见附录 B。

色谱柱:柱长 1 m,内径 3 mm,不锈钢柱。

柱填料:Chromosorb W-AW-DMCS:OV-17=100:5(丙酮为溶剂)。

柱温:70℃。

汽化室温度:120℃。

检测室温度:200℃。

载气:氮气 36 mL/min。

空气:220 mL/min。

氢气:175 mL/min。

检测器:火焰光度检测器。

热解吸温度:140℃。

热解吸时间:3 min。

6.2 样品处理

6.2.1 当呼出气中二硫化碳的浓度低于直接进样检测限时,需将样品富集。其方法将采气管一端连接 TenaxGC 管,另一端接 100 mL 注射器,用 6 倍于采气管体积的空气或氮气以 200 mL/min 左右速度冲洗,将管内样品富集在 TenaxGC 管中,再进行测定。

6.2.2 将 180 mL 冲洗用气体用注射器注入另一 TenaxGC 管并进行测定,得冲洗用气体的本底值。

6.3 标准曲线的绘制

精确吸取 5 μL 二硫化碳液体,注入已测过体积的玻璃瓶(3.3)中,室温放置并振摇,作为标准贮备气。30 min 后分别吸取贮备气 1,3,6 mL 注入 a,b,c 三个已测过体积的玻璃瓶内,配成三个一定浓度的二硫化碳标准气。浓度计算:

$$G(\text{每毫升贮备气含 CS}_2, \mu\text{g}) = \frac{5 \times 1.263(\text{CS}_2 \text{ 比重}) \times 1000}{\text{玻瓶体积(mL)}}$$

$$\text{a 瓶内 CS}_2 \text{ 浓度(ng/mL)} = \frac{G \times 1000}{\text{a 瓶体积(mL)}}$$

$$\text{b 瓶内 CS}_2 \text{ 浓度(ng/mL)} = \frac{G \times 3 \times 1000}{\text{b 瓶体积(mL)}}$$

$$\text{c 瓶内 CS}_2 \text{ 浓度(ng/mL)} = \frac{G \times 6 \times 1000}{\text{c 瓶体积(mL)}}$$

取以上标准气各 1 mL 直接进 GC,按 6.1 操作条件,重复进样三次。以二硫化碳含量为横坐标,各浓度峰高开方平均值为纵坐标,绘制标准曲线。

6.4 样品测定

6.4.1 直接进样测定 用注射器抽取采气管中呼出气样 1 mL,进行 GC 分析测定,由标准曲线上查出其 CS₂ 含量。呼出气中二硫化碳色谱图见下图。在测定前后及每测定 10 个样品后测一次质控样。操作见附录 B。

6.4.2 浓缩进样测定 低浓度样品按 6.2.1 条富集,热解吸时,将已富集样品的 TenaxGC 管的进气端作为出气端,连接在色谱进样口。控制热解吸时间为 3 min 进行测定。从标准曲线上查出富集样的 CS₂ 含量。测定前后及每测定 10 个样品后测一次质控样。

7 计算

7.1 直接进样测定计算 由标准曲线上查出呼出气中二硫化碳含量(ng/mL),按 1 ng/mL=1 mg/m³ 计算呼出气中二硫化碳浓度。