

# 环境空气中芳香烃类有毒物质测定 溶剂解吸-气相色谱法

曾海龙 余翀天

赛默飞世尔科技（中国）有限公司

**关键词：**空气；芳香烃类化合物（苯系物）；气相色谱法。

## 目标

本文参考国标方法和质量控制规范《GBZ/T 160.42-2007 工作场所空气有毒物质测定 芳香烃类化合物》、《GB 14677 空气质量 甲苯、二甲苯、苯乙烯的测定 气相色谱法》、《GB 11737-1989 居住区大气中苯、甲苯和二甲苯卫生检验标准方法》、《GBZ 2.1-2007 工作场所有害因素职业接触限值 第 1 部分：化学有害因素》、《GB/T 18883-2002 室内空气质量标准》、《GB 50325-2010 民用建筑工程室内环境污染控制规范》建立了环境空气中苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯和邻二甲苯溶剂解吸-毛细管气相色谱-FID 测定方法，方法操作简单、重现性好、灵敏度高，适用于检测工作场所、民用建筑室内、居住区空气、环境空气和工业废气中苯系物的含量。

## 引言

苯系物为芳香烃类化合物，主要包括苯、甲苯、二甲苯等，具有毒性及致癌性。在我国，由于各种含苯溶剂的大量应用，除造成职业接触苯与含苯溶剂的人数达 50 万人外，也导致室内外环境空气中苯的普遍存在。苯、甲苯和二甲苯是大气环境、许多工作场所和建筑室内空气中常见的污染检测指标，为贯彻执行工业企业设计卫生标准和工作场所有害因素职业接触限值，我国制订了测定环境空气和室内场所苯系物的标准方法，目前国标方法大多采用的填充柱气相色谱法测定，由于填充柱柱效低且空气中有机成分复杂，所以会带来定性定量的困难。本文采用毛细管色谱柱 TG-WaxMS（30 m×0.25 mm×0.25 μm）建立一种空气中 6 种苯系物气相色谱-FID 测定方法，且效果较好。方法原理：空气中的苯、甲苯、乙苯和二甲苯经活性炭管采集，二硫化碳解吸后供气相色谱分析，以保留时间定性，峰面积定量。

## 仪器

Thermo Scientific™ TRACE 1310 气相色谱仪，配 FID 检测器，包括：

-分流/不分流进样口

- AI/AS1310 自动进样器

Thermo Scientific Dionex Chromeleon™ 7 Version 7.2.1.5833 数据处理系统

## 耗材

Thermo Scientific™ 毛细管色谱柱TG-WaxMS(30 m×0.25 mm×0.25 μm)(P/N 26088-1420)

Thermo Scientific™ 分流衬管 (P/N 453A2265)

Thermo Scientific™ 低流失进样口隔垫 (P/N 31303233)

Thermo Scientific™ 气相色谱进样口石墨垫 (P/N 290GA139)

Thermo Scientific™ 2mL进样小瓶 (P/N C4000-88W)

Thermo Scientific™ 2mL进样小瓶样品架 (5×10, C4012-25)

Thermo Scientific™ 10~100μL移液器 (JH91538)

Thermo Scientific™ 100~1000μL移液器 (JH91348)

## 试剂与标准品

二硫化碳纯（上海安谱实验科技股份有限公司），色谱纯；苯系物混标（上海安谱实验科技股份有限公司），浓度为 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

### 标准工作曲线溶液的制备

量取苯系物混标标准液，用二硫化碳逐级稀释成浓度为 10.0、20.0、50.0、100.0 和 200.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，备用。

### 样品制备

将采过样的活性炭取出装入解吸瓶中，加入 1.0 $\text{mL}$  二硫化碳，塞紧瓶塞，振摇 1 $\text{min}$ ，解吸 30 $\text{min}$ ，解吸液供气相色谱仪分析。

### 加标样品制备

制备方法同上，精密量 50 $\mu\text{L}$  浓度为 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$  混标溶液加入活性炭管中，取出活性炭装入解吸瓶中，加入 1.0 $\text{mL}$  二硫化碳，塞紧瓶塞，振摇 1 $\text{min}$ ，解吸 30 $\text{min}$ ，解吸液供气相色谱仪分析。

### GC 条件

色谱柱： Thermo Scientific™ TG-WaxMS（30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ ，PN: 26088-1420）  
升温程序： 60  $^{\circ}\text{C}$ （7 $\text{min}$ ），25  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  to 220  $^{\circ}\text{C}$ （2 $\text{min}$ ）；  
进样口： 进样口温度为 220 $^{\circ}\text{C}$ ；分流进样 10:1；  
FID 检测器： 检测器温度为 280 $^{\circ}\text{C}$ ；空气：350 $\text{mL}/\text{min}$ ；氢气：35 $\text{mL}/\text{min}$ ；氮气：35 $\text{mL}/\text{min}$ 。  
载气： 高纯氮气（99.999%），恒流模式，流速：1.0  $\text{mL}/\text{min}$ 。

### 保留时间、线性、回收率、检出限及 RSD

配置标准溶液工作曲线，各浓度分别为：10.0、20.0、50.0、100.0 和 200.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，考察各组分的线性。实验结果表明 6 种苯系物在 10.0~200.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  线性关系良好，相关系数均大于 0.99，标准工作曲线见图 1（图 A~图 F）。添加浓度为 50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$  时回收率在 95.34%~96.35%之间。对 50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准品连续进样 4 针，RSD 在 2.37%~5.03%之间，重复性良好。该方法中仪器检出限为 0.2~1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ （ $S/N>3$ ）（见表 1）。

表 1 保留时间、线性、回收率及检出限数据

编号	化合物名称	保留时间 (min)	线性相关系数 ( $R^2$ )	回收率 (%)	RSD (%)	浓度为 5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$		检出限 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )
						S/N	分离度	
1	苯	3.123	0.9992	95.77	5.03	75.73	21.6	0.2
2	甲苯	4.287	0.9990	96.35	3.10	60.64	27.8	0.25
3	乙苯	6.162	0.9988	95.73	2.37	37.65	3.1	0.5
4	对二甲苯	6.405	0.9987	95.67	2.75	17.82	2.3	1.0
5	间二甲苯	6.603	0.9987	95.34	3.84	16.49	16.9	1.0
6	邻二甲苯	7.842	0.9988	95.91	3.78	24.56	26.3	0.6

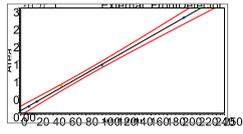


图 A 苯的标准曲线

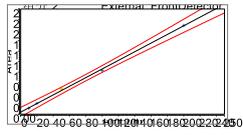


图 B 甲苯的标准曲线

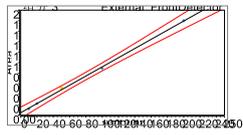


图 C 乙苯的标准曲线

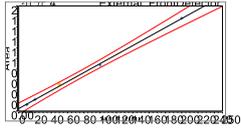


图 D 对二甲苯的标准曲线

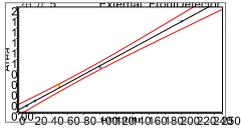


图 E 间二甲苯的标准曲线

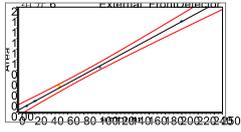


图 F 邻二甲苯的标准曲线

图 1 各物质的标准工作曲线

### 典型色谱图

图 2 和图 3 分别是标准品色谱图和样品色谱图,从图 2 可以看出 6 种苯系物在毛细管色谱柱 TG-WaxMS 上完全分离。

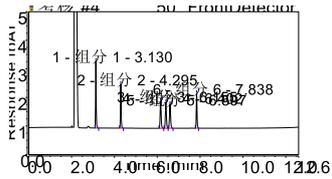


图2 标准品溶液色谱图（混标浓度为 50 $\mu\text{g/mL}$ ）

（1-苯、2-甲苯、3-乙苯、4-对二甲苯、5-间二甲苯、6-邻二甲苯）

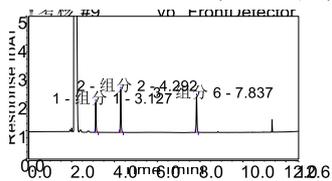


图3 样品色谱图

（1-苯、2-甲苯、3-邻二甲苯）

### 结论

本文参考国标方法和质量控制规范，以毛细管色谱柱 TG-WaxMS（30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ ）建立一种空气中 6 种苯系物气相色谱-FID 测定方法，且效果较好。结果表明 6 种苯系物在 10.0~200.0  $\mu\text{g/mL}$  线性关系良好，相关系数均大于 0.99；对 50.0 $\mu\text{g/mL}$  标准品连续进样 4 针，精密度 RSD 在 2.37%~5.03%之间，重复性良好；添加浓度为 50.0 $\mu\text{g/mL}$  时回收率在 95.34%~96.35%之间；仪器检出限为苯 0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、甲苯 0.25 $\mu\text{g/mL}$ 、乙苯 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、对二甲苯 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、间二甲苯 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、邻二甲苯 0.6 $\mu\text{g/mL}$ （S/N>3）。该方法操作简单、重现性好、灵敏度高，适用于检测工作场所、民用建筑室内、居住区空气、环境空气和工业废气中苯系物的含量。

## 参考文献

- [1] GBZ/T 160.42-2007 工作场所空气有毒物质测定 芳香烃类化合物.
- [2] GB 14677 空气质量 甲苯、二甲苯、苯乙烯的测定 气相色谱法.
- [3] GB 11737-1989 居住区大气中苯、甲苯和二甲苯卫生检验标准方法.
- [4] GBZ 2.1-2007 工作场所有害因素职业接触限值 第1部分：化学有害因素.
- [5] GB/T 18883-2002 室内空气质量标准.
- [6] GB 50325-2010 民用建筑工程室内环境污染控制规范.
- [7] 李凤苏,苯及苯系物对作业人员健康状况的影响[J],职业与健康.2008,24(17).
- [8] 齐敏,车间空气中苯系物、正己烷、酮类的气相色谱同时测定方法[J],中国卫生检验杂志 2006,2(16):196.
- [9] 徐明敏,毛细管气相色谱法测定工作场所空气中苯系物和脂肪酮[J],中国卫生检验杂志 2007,7(17):1231.
- [10] 胡美华,苯系物、酯类、酮类的气相色谱同时测定方法[J],中国卫生检验杂志 2008,6(18):1081.