

呼出气中苯的气相色谱法

WS / T 51-1996

1 原理 终末呼出气样品(肺泡气)收集在50ml呼出气采集管内,然后用氮气将样品吹入活性炭管内,于-78℃冷却,使样品中的苯吸附在活性炭上。最后于280℃热解吸,载气将释出的苯带入FFAP柱中,氢火焰离子化检测器检测,以保留时间定性,峰高或峰面积定量。

2 仪器

- 2.1 玻璃采气管,容积50ml,内径15mm,两端带活塞。
- 2.2 活性炭管,热解吸型。内装50mg活性炭。
- 2.3 热解吸器。
- 2.4 注射器,2ml、5ml、10ml及100ml。
- 2.5 微量注射器,10μl。
- 2.6 气相色谱仪,氢火焰离子化检测器。仪器操作条件:
色谱柱:2m×3mm;FFAP:6201红色担体=15:100;柱温:110℃;汽化室温度:150℃;检测室温度:150℃;载气(氮气)流速:35ml/min。

3 试剂

- 3.1 FFAP,色谱固定相。
- 3.2 6201红色担体,60~80目。
- 3.3 苯标准气:用微量注射器准确抽取一定量苯(色谱纯,20℃时,1μl苯的质量为0.8787mg),注入100ml注射器中,配成一定浓度的浓标准气。然后用清洁空气逐级稀释成20ng/ml的标准气。

4 样品的采集、运输和保存 受试者正常呼吸1min后,将采气管两端活塞打开,采样管一端含入口中,向管内深吐气,吐气毕关上两端活塞;室温运输和保存,在室温保存能稳定6h,24h后损失率明显上升。

5 分析步骤

5.1 样品处理:将采过样的玻璃采气管置于37℃恒温箱中,放置2h,取出,尽快与活性炭管连接,用100ml注射器,用清洁空气将呼出气吹过活性炭管,使苯吸附在活性炭上,供测定。

5.2 标准曲线的绘制:取0.5、1.0、2.0ml标准气,分别注入玻璃采气管内,相当于苯浓度为0.2mg/m³、0.4mg/m³、0.8mg/m³。将玻璃采气管置于37℃恒温箱中,放置2h,取出,尽快与活性炭管连接,用100ml注射器,用清洁空气将呼出气吹过活性炭管,使苯吸附在活性炭上。将活性炭管装入热解吸器中,280℃解吸。参照仪器操作条件,将气相色谱仪调节至最佳测定状态,测定解吸气,以保留时间定性,以苯的浓度(mg/m³)对相应的峰高或峰面积绘制标准曲线。

5.3 样品测定:用测定标准曲线的条件,将活性炭管热解吸和气相色谱法测定,由标准曲线得苯的浓度,mg/m³。

6 计算 标准曲线所得苯的浓度即为呼出气中苯浓度。

7 说明

7.1 本法的最低检测浓度为0.06mg/m³;相对标准偏差为4.8%~5.8%(苯浓度为0.18~0.73mg/m³,n=18);接触者呼出气加标回收率为96.3%~103.4%(加标量为0.18、0.37、0.55mg/m³,n=14)。

7.2 采集苯接触者接触苯后次日班前的终末呼出气样品。

7.3 在本实验条件下，苯与乙醇分离不完全。虽然苯与乙醇共存的作业场所不多见，但需考虑检测对象的饮酒情况。正己烷、乙醚、丙酮、乙酸乙酯、乙酸丁酯、二甲苯、环己酮等均不干扰苯的测定。

7.4 本法由上海市卫生防疫站戈家豪等同志研制。