

中华人民共和国卫生行业标准

呼出气中丙酮的气相色谱 测定方法

WS/T 175—1999

Exhaled air—Determination of acetone
—Gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了呼出气中丙酮浓度的气相色谱测定方法。
本标准适用于接触丙酮的工人呼出气中丙酮浓度的测定。

2 原理

终末呼出气收集在 100 mL 呼出气采集管中,直接取 1 mL 气进样,或用纯氮气以 120 mL/min 流量吹入炭管富集,于 250℃ 解吸后进样,经 FFAP 柱分离,氢焰离子化检测器检测,以保留时间定性,峰高定量。

3 仪器

- 3.1 呼出气采集管:容积 100 mL 两端开口玻璃管,长 14 cm±0.5 cm,内径 3 cm,两端口长 2 cm,内径 1 cm,两端口用带止血夹的乳胶带密封。
- 3.2 具活塞玻璃三通管。
- 3.3 塑料薄膜袋:500~800 mL;
- 3.4 活性炭管:热解吸型,内装 50 mg 酸洗活性炭。
- 3.5 热解吸装置,控温范围 100~350℃,流量控制 0~100 mL/min,解吸气体为氮气。
- 3.6 注射器:1,2,5,20,100 mL。
- 3.7 氮气装置:氮气钢瓶和减压阀。
- 3.8 微量注射器:5 μL。
- 3.9 气相色谱仪:氢焰离子化检测器。

色谱柱:柱长 2 m,内径 4 mm,不锈钢柱,内装:FFAP:101 酸洗白色担体=10:100,

柱温:90℃;

汽化室温度:110℃;

检测室温度:150℃;

载气(氮气)流量:40 mL/min。

4 试剂

- 4.1 FFAP:色谱固定液。
- 4.2 101 酸洗白色担体:60~80 目。
- 4.3 标准气:量取适量丙酮(色谱纯,于 20℃ 1 μL 丙酮为 0.789 mg),注入 100 mL 注射器中用清洁空

中华人民共和国卫生部 1999-12-29 批准

2000-05-01 实施

WS/T 175—1999

气配成 39.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 贮备气,再稀释配成 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准气。

5 采样、运输和保存

5.1 直接进样:将具活塞玻璃三通管的三端分别与采集管、塑料袋和呼出气入口相连;呼气者先向塑料袋内呼气约 800 mL,以排出无效腔气体,然后将活塞转向采集管,继续呼气至完毕,立即封闭采集管的两端,带回实验室于室温保存 6 h 内分析完毕。

5.2 热解吸进样:若需远距离运输或需较长时间保存,可将样品吹入活性炭管,采样完毕在 4 h 内于室温下用乳胶管将呼出气采集管进气端与活性炭管相连接,另一端与氮气装置连接,用氮气以 120 mL/min 流量将管内气体吹入活性炭管,吹 5 min。取下活性炭管,将两端套上塑料帽装入塑料袋,带回实验室,于室温下运输和保存,可以保存 3 天。

6 分析步骤

6.1 对照实验:将处理好的呼出气采集管和活性炭管带到采样现场,除不采样外,其余操作同样品,作为样品空白的对照。

6.2 样品处理

6.2.1 直接进样:将呼出气采集管与标准系列放于实验室内待分析。

6.2.2 热解吸进样:将活性炭管进气端与 100 mL 注射器相连,放入热解吸装置内,于 250 $^{\circ}\text{C}$ 用氮气以 30 mL/min 的流量解吸至 100 mL,解吸气供测定用。

6.3 标准曲线的绘制:取 0.4, 1.0, 2.0 mL 标准气分别注入采集管内配成 20, 50, 100 mg/m^3 标准系列。将仪器按操作条件调节到最佳状态,各进样 1 mL 气,分别测定标准系列,每个浓度测定 3 次,求峰高的均值。以峰高的均值为纵坐标,以丙酮的浓度(mg/m^3)为横坐标,绘制标准曲线。

6.4 样品测定:在标准系列测定的条件下,分别测定样品和空白对照的解吸气。以测得的样品峰高减去空白对照的峰高后,由标准曲线查得呼出气中丙酮的浓度(mg/m^3)。

7 说明

7.1 本法的最低检出浓度为 0.48 mg/m^3 ;线性范围 0~800 mg/m^3 ;相对标准偏差为 5.7%~3.2% (丙酮浓度为 20~100 mg/m^3 , $n=6$);加标回收率为 92.4%~96.2% (呼出气丙酮本底浓度为 15~100 mg/m^3 , 加标浓度为 20~100 mg/m^3 , $n=6$);活性炭管解吸效率为 82.1%~88.0% (加标浓度为 20~100 mg/m^3 , $n=6$)。

7.2 在空气相对湿度大于 85%,在 0.71 mg/L 丙酮浓度下,以 0.1 L/min 的流量通气,对 50 mg 酸洗活性炭的穿透容量为 2.13 mg 。

7.3 采集样品时工人要脱离生产现场,在无污染的室内进行,并注意观察呼出气者呼出情况,排除腔体气后立即转换三通开关,让肺泡气能充分冲洗采气管。

7.4 样品在采集管中于室温可保存 6 h;在 4 h 内将样品从采集管吹入活性炭管内,于室温下至少保存三天。

7.5 排除腔体气后呼气中的水对测定无明显影响,氯乙烯、乙醇、醋酸乙酯、苯等均不干扰测定。