

广东省职业卫生技术质量控制中心技术指南

GDOHTQC 010—2022

工作场所空气中萘的 溶剂解吸-气相色谱法

Naphthalene in workplace air by solvent desorption-gas chromatography

2022-06-06 发布

2022-06-06 实施

广东省职业卫生技术质量控制中心 发布

前　　言

本技术指南按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本技术指南由广东省职业卫生技术质量控制中心提出并归口。

本技术指南负责制定单位为广东省职业病防治院，参与制定单位有佛山市职业病防治所、广州市职业病防治院、深圳市职业病防治院和惠州市职业病防治院。

本技术指南主要起草人：何嘉恒、张子群、阙冰玲、林佐侃、袁静、胡嘉雯、蒙瑞波、吴邦华、戎伟丰、陈冠林、徐绍雄、林怡然、蔡智威。

工作场所空气中萘的溶剂解吸-气相色谱法

19 范围

本技术指南规定了工作场所空气中化学因素萘的溶剂解吸-气相色谱法。

本技术指南适用于工作场所空气中蒸气态的萘浓度测定。

20 规范性引用文件

下列文件对于本技术指南的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本技术指南。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本技术指南。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

GBZ/T 210.4 职业卫生标准制定指南 第4部分：工作场所空气中化学物质的测定方法

GBZ/T 300.1 工作场所空气有毒物质测定 第1部分：总则

21 原理

空气中蒸气态的萘用硅胶管采集，无水乙醇解吸后进样，经气相色谱柱分离，以氢火焰离子化检测器检测，根据保留时间定性，外标法定量。

22 仪器设备与材料

4.1 硅胶管：溶剂解吸型，内装 200mg/100mg 硅胶。

4.2 空气采样器：满足 0.02~0.2L/min 的流量。

4.3 样品瓶：2mL，瓶盖垫片内衬为聚四氟乙烯材质。

4.4 精密微量注射器：10 μ L、50 μ L、100 μ L、250 μ L、500 μ L。

4.5 容量瓶：2mL、10mL。

4.6 分析天平：感量 0.01mg。

4.7 气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器。

23 试剂

5.1 萘($C_{10}H_8$)，色谱纯。

5.2 无水乙醇 (C_2H_6O)，色谱纯。

5.3 标准储备溶液：10mL 容量瓶中加入少量无水乙醇，准确称量后，加入一定量的萘，再准确称量，用无水乙醇定容，由称量之差计算溶液的浓度。或用国家认可的标准溶液配制。

5.4 标准应用溶液：准确吸取一定量的萘标准储备溶液至 10mL 容量瓶，用无水乙醇定容至刻度，配制成浓度为 75.20mg/mL 的萘标准应用溶液。

24 样品的采集、运输和保存

6.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.2 短时间采样

以 0.2L/min 流量，采集 15min 空气样品。

6.3 长时间采样

以 0.02L/min 流量，采集 2h~4h 空气样品。

6.4 样品空白

打开硅胶管两端，并立即封闭，然后同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。

6.5 采样后，立即封闭硅胶管两端，与样品空白一起置清洁容器中运输和保存。4℃条件下，样品至少可保存 14d。

25 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

- i) 色谱柱：30m \times 0.32mm \times 1.0μm，硝基对苯二甲酸改性的聚乙二醇（FFAP）；
- j) 柱温：100℃，以 40℃/min 升至 220℃，保持 2.00min；
- k) 进样口温度：250 ℃；
- l) 进样模式：分流模式，分流比 10:1；
- m) 检测器温度：300℃；
- n) 载气（氮气）流量：2.0mL/min；
- o) 进样体积：1.0μL。

7.2 标准系列溶液的配制与测定

取不少于 6 只 2mL 容量瓶，分别准确吸取一定体积的萘标准应用溶液至容量瓶，再分别用无水乙醇定容配制成浓度为 0μg/mL~2256.00μg/mL 的标准系列溶液，测定范围根据样品溶液中萘的含量确定。

参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，由低浓度到高浓度依次测定标准系列溶液，以测得的峰面积或峰高值对相应的萘浓度（μg/mL）计算回归方程。

7.3 样品处理与测定

将样品的前段硅胶、后段硅胶分别倒入样品瓶中，各加入1.00mL无水乙醇，封闭后不时振摇，解吸30min。样品溶液供测定。用测定标准系列的操作条件测定样品溶液，测得样品峰面积或峰高值后，由回归方程得萘的浓度（μg/mL）。

若样品溶液中萘浓度超过测定范围，可用无水乙醇稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

26 计算

8.1 按式(1)将样品的采样体积换算成样品的标准采样体积(V_{20}):

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

V_{20} —样品的标准采样体积，单位为升(L)；

V—样品的采样体积，单位为升(L)；

t —样品采集时的空气温度, 单位为温度(°C);

P —样品采集时的空气大气压强度，单位为千帕（kPa）。

8.2 按式(2)计算空气中萘的浓度:

式中：

ρ —空气中萘的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m³）；

ρ_1, ρ_2 —测得样品前段硅胶解吸液和后段硅胶解吸液中萘的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

v =样品解吸液的体积，单位为毫升（mL）；

V_{20} —标准采样体积，单位为升(L)；

D_1, D_2 —与样品前段硅胶、后段硅胶中溶剂量相当的解吸效率。

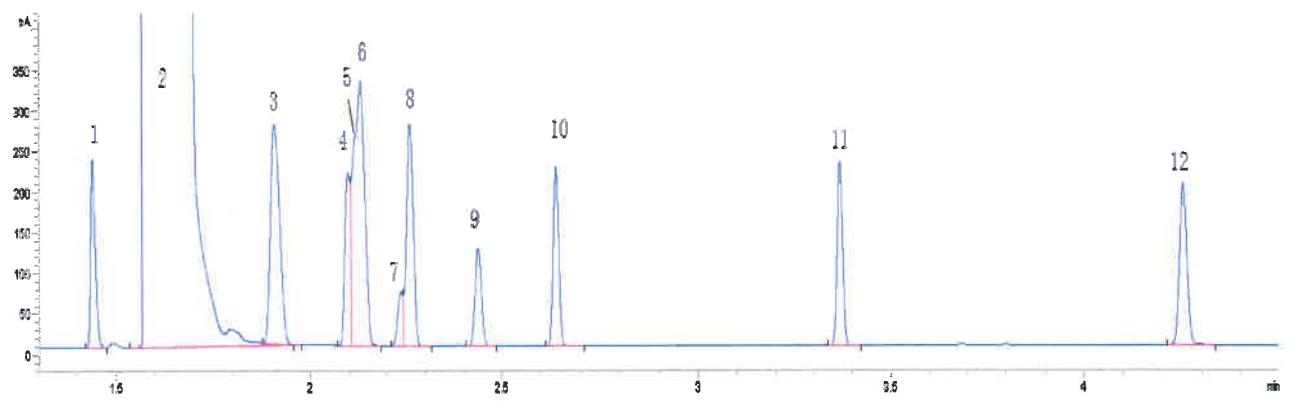
8.3 空气中的时间加权平均接触浓度 (ρ_{TWA}) 按 GBZ 159 规定计算。

27 说明

9.1 本技术指南按照GBZ/T 210.4的方法和要求进行研制。

9.2 本技术指南的定量下限为 $0.17\mu\text{g}/\text{mL}$, 定量测定范围为 $0.17\mu\text{g}/\text{mL} \sim 2256.00\mu\text{g}/\text{mL}$, 最低定量浓度为 $0.06\text{mg}/\text{m}^3$ (以采集 3.0L 空气样品计), 相对标准偏差为 $0.4\% \sim 2.1\%$, 吸附容量 (200mg 硅胶) 大于 0.44mg , 平均采样效率为 $99.4\% \sim 100.0\%$, 平均解吸效率为 $98.6\% \sim 103.0\%$ 。应测定每批硅胶管的空白和解吸效率。

9.3 在本技术指南的仪器操作参考条件下，现场空气中可能共存的苯、甲苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、乙苯、正己烷、乙酸丁酯、环己酮、萘烷（顺式/反式）和四氢化萘等化学物质不干扰测定。萘与共存物的色谱分离图见图 1。



说明：

- 1—正己烷；
- 2—苯和溶剂峰（无水乙醇）；
- 3—乙酸丁酯和甲苯；
- 4—乙苯；
- 5—对二甲苯；
- 6—间二甲苯；
- 7—萘烷（顺式/反式）；
- 8—邻二甲苯；
- 9—萘烷（反式/顺式）；
- 10—环己酮；
- 11—四氢化萘；
- 12—萘。

图 1 萘与共存物的色谱分离图