

溶剂解析气相色谱法测定工作场所空气中正己烷含量 Determination of N-hexane in the Air of Workplace by Solvent Analysis Gas Chromatography

覃利梅, 王英杰, 苏 旭

QIN Li-mei, WANG Ying-jie, SU Xu

(广西职业病防治研究所, 广西南宁 530021)

(Guangxi Institute for the Prevention and Treatment of Occupational Diseases, Nanning, Guangxi, 530021, China)

摘要:采用溶剂解析气相色谱法测定工作场所空气中正己烷含量。结果表明,正己烷在 99.0~990.5 $\mu\text{g/ml}$ 范围内线性良好,检出限为 0.2 $\mu\text{g/ml}$,精密度与重现性好,解析效率为 95.0%~104.4%, $RCV = 2.5\%$ ($< 7\%$)。该方法简便、准确、线性范围广、精密度、重复性好。本方法的各种指标均符合《工作场所有害物质监测方法》的要求,可作为工作场所空气中正己烷含量的测定方法。

关键词:气相色谱法 正己烷 空气 溶剂解析

中图分类号:O657.71;R115 文献标识码:A 文章编号:1002-7378(2006)S0-0454-02

Abstract: Establish a method to measure N-hexane content in the air of workplace. Solvent analyzing gas chromatography. N-hexane in the 99.0~990.5 $\mu\text{g/ml}$ scope inside track is good, detection limits is 0.2 $\mu\text{g/ml}$, precise and re-appears well, analysis efficiency is 95.0%~104.4%, $RCV = 2.5\%$ ($< 7\%$), the method is simple, accurate, the linearity scope is wide, precise and re-appearing well, Various index of the method all matches the request of the method of monitoring harmful material in the work place, it could be a method for measuring N-hexane content in the air of workplace.

Key words: gas chromatography, N-hexane, air, the solvent analysis

正己烷为直链烷烃,广泛应用于制鞋、印刷、电子、粘胶配制、除污、干洗、植物油提取等行业^[1]。正己烷作为有机溶剂,具有高挥发性和高脂溶性,易蓄积于体内,所以正己烷引起的职业性中毒近年来在临床上多见,也是目前职业病危害中出现的新动向^[2]。工作场所空气中烷烃类化合物的测定方法采用热解析-气相色谱法^[3],受热解析仪的影响,解析效率不是很理想。本文采用二硫化碳解析,正己烷在 99.0~990.5 $\mu\text{g/ml}$ 范围内线性良好,检出限为 0.2 $\mu\text{g/ml}$,精密度与重现性好,解析效率为 95.0%~104.4%, $RCV = 2.5\%$ ($< 7\%$)。该方法的各种指标均符合《工作场所有害物质监测方法》的要求。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

日本岛津 GC-17A(岛津有限公司),具氢焰离子化检测器;毛细管色谱柱 DB-FFAP, 30m \times 0.53mm;10 μl ,25 μl 微量注射器;10ml 带盖比色管。

正己烷色谱纯标样(20 $^{\circ}\text{C}$ 时,1 μl 正己烷的质量为 0.6603mg);二硫化碳,分析纯,经蒸馏后检测无杂质干扰峰(广州市新港化工有限公司)。

1.2 原理

用活性炭管采集空气中正己烷,二硫化碳解析后进样,经色谱柱分离,氢焰离子化检测器检测,以保留时间定性,峰面积定量(广州市新港化工有限公司)。

1.3 色谱条件

毛细管色谱柱 DB-FFAP, 30m \times 0.53mm, FID 检测器,柱温 50 $^{\circ}\text{C}$, 气化室温度 180 $^{\circ}\text{C}$, 检测器温度

200℃, 载气为氮气, 分流比 1:10, 柱流量 5ml/min.

1.4 绘制标准曲线

取约 5ml 二硫化碳于 10ml 容量瓶中, 用 25 μ l 微量注射器准确加入 15.0 μ l 色谱纯正己烷标样, 用二硫化碳稀释至刻度, 其浓度为 990.5 μ g/ml. 从中取 1.0ml、2.0ml、5.0ml 分别于 10ml 容量瓶中, 用二硫化碳稀释至刻度, 浓度分别为 99.0 μ g/ml、198.1 μ g/ml、495.2 μ g/ml、990.5 μ g/ml, 进样量 1.0 μ l.

1.5 样品处理

将采过样的活性炭倒入 10ml 比色管中, 加入 1.0ml 的二硫化碳解析, 塞紧管塞, 振摇 1min, 放置 30min 后取 1.0 μ l 进样分析. 同时做空白对照.

1.6 计算公式

$$C = \frac{c \times v}{D \times V}$$

式中: C 为空气中正己烷的浓度 (mg/m^3); c 为由标准曲线查出样品中正己烷的浓度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$); D 为平均解析效率 (%); v 为解析液的体积 (ml); V 为标准采样体积 (L).

2 结果与分析

2.1 色谱柱选择

试验用非极性毛细柱 DB-1, 弱极性毛细柱 DB-17, 极性毛细柱 DB-FFAP、DB-WAX, 因使用非极性和弱极性柱正己烷在二硫化碳后出峰, 二硫化碳溶剂又有拖尾现象造成分离效果不理想, 而选用极性柱正己烷在二硫化碳之前出峰, 其分离度大于 1.5, 峰形较好, 故本法选用 DB-FFAP 柱, 如图 1 所示.

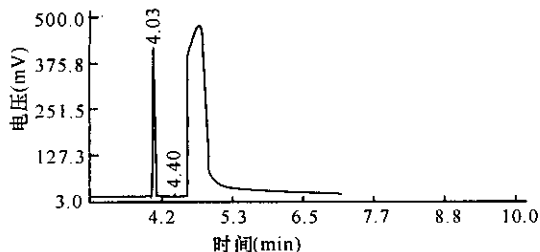


图 1 标样色谱图

2.2 线性关系和检出限

正己烷标准溶液在 99.0~990.5 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内线性良好, 回归方程为 $Y = 1834.5X + 7022.7$, $r = 0.9998$. 本方法的检出限为 0.2 $\mu\text{g}/\text{ml}$, 最低检出浓度为 0.1 mg/m^3 (以采集 3L 空气样品计).

2.3 精密度与重现性试验

取一浓度的正己烷标准液连续重复进样 6 次,

以正己烷峰面积积分计算相对标准偏差, $RSD = 2.2\%$. 取低、高两个浓度的正己烷标准液分别加到活性炭管中, 每个浓度 6 管, 室温下放置 1 夜, 再用 1.0ml 二硫化碳解析, 以正己烷峰面积积分计算相对标准偏差, RSD 分别为 3.1% 和 1.9%.

2.4 解析效率试验

用 25 μ l 微量注射器准确量取 20.0 μ l 色谱纯正己烷标样加到 1.0ml 二硫化碳中, 得到正己烷标准应用液. 从应用液中取 3.0 μ l、9.0 μ l 分别加到未采过样的活性炭管中, 每个浓度做 3 管, 室温下放置 1 夜, 再用 1.0ml 二硫化碳解析; 从标准应用液中取 3.0 μ l、9.0 μ l 分别加到 1.0ml 二硫化碳中, 每个浓度做 3 管, 每管进样 2 次, 进样量均为 1.0 μ l. 同时做固体吸附剂管空白, 解析效率为 95.0%~104.4%. 详见表 1.

表 1 解析效率试验结果

浓度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	直接进样(峰面积)		解析后(峰面积)		解析效率 (%)
	1	2	1	2	
39.6	201870	197267	194601	184410	95.0
	195279	194533	194880	190778	98.9
	193936	202678	209676	204441	104.4
118.9	588926	631357	621718	623033	102.0
	602444	584541	585233	617557	101.0
	596340	606971	614490	590956	100.2

2.5 样品检测

应用本文方法试验了国家标准物质中心提供的标准活性炭管中的正己烷低、高两个浓度, 测定值在标准值的不确定度范围内.

3 结束语

本文实验结果表明溶剂解析气相色谱法测定工作场所空气中正己烷的检测方法简便、准确、线性范围广、精密度高、重复性好, 在实际样品分析中获得满意的结果.

参考文献:

- [1] 李来玉, 黄建勋, 邝守仁. 正己烷的毒理学研究近况[J]. 中国职业医学, 2000, 27(5): 42-44.
- [2] 贾会林, 刘瑞莹, 李辉, 等. 慢性正己烷中毒 4 例[J]. 工业卫生与职业病, 2005, 31(4): 272.
- [3] 中华人民共和国国家职业卫生标准. 工作场所空气中烷烃类化合物的测定方法[S]. GBZ/T160.38-2004.