

# 中华人民共和国国家标准

## 车间空气中萘的溶剂解吸 气相色谱测定方法

GB/T 16056—1995

Workplace air—Determination of naphthalene  
—Solvent desorption gas chromatographic method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用阿皮松 L-聚乙二醇 20M 混合柱气相色谱法测定车间空气中萘。  
本标准适用于萘的生产和使用现场空气中萘的浓度的测定。

### 2 原理

用硅胶采集空气中萘,二硫化碳解吸进样,再经阿皮松 L-聚乙二醇 20M 混合柱分离后,用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 硅胶管:用长约 100mm、内径 4~4.5mm 玻璃管,其中装两段 40~60 目精制活化硅胶。前段 200mg、后段 100mg,两段间用玻璃棉隔开,两端用玻璃棉固定。如需长期保存备用,两端可熔封;如在短时间内使用,可套上塑料帽,在干燥器内保存备用。

3.2 采样泵,0~1L/min。

3.3 微量注射器,5 $\mu$ L 或 10 $\mu$ L。

3.4 具塞试管,2mL 或 5mL。

3.5 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。0.002 $\mu$ g 萘给出的信噪比至少为 3:1。

色谱柱:柱长 2m,内径 3mm,不锈钢柱。

聚乙二醇 20M:阿皮松 L:chromosorb WHP-AW-DMCS 担体=5:10:100

柱温:146 $^{\circ}$ C

检测室温度:180 $^{\circ}$ C。

汽化室温度:200 $^{\circ}$ C。

载气(氮气):35mL/min。

### 4 试剂

4.1 萘,色谱纯。

4.2 二硫化碳。

4.3 阿皮松 L,色谱固定液。

4.4 聚乙二醇 20M,色谱固定液。

4.5 chromosorb WHP-AW-DMCS 担体,80~100 目。

## 5 采样

在采样地点,打开硅胶管两端,后端接采样泵并垂直放置,以 0.2~0.3L/min 的速度,抽取 1~3L 空气。采样后,封闭采样管两端,于两天内分析。

## 6 分析步骤

### 6.1 对照试验

用未采过样的硅胶管(3.1)按样品的处理操作同样处理,做为空白对照。

### 6.2 样品处理

将两段硅胶分别放入具塞试管中,加 2mL 二硫化碳,塞紧管塞,轻轻摇动,在 5~10℃ 处放置 1.5h,中间再摇动 2~3 次。

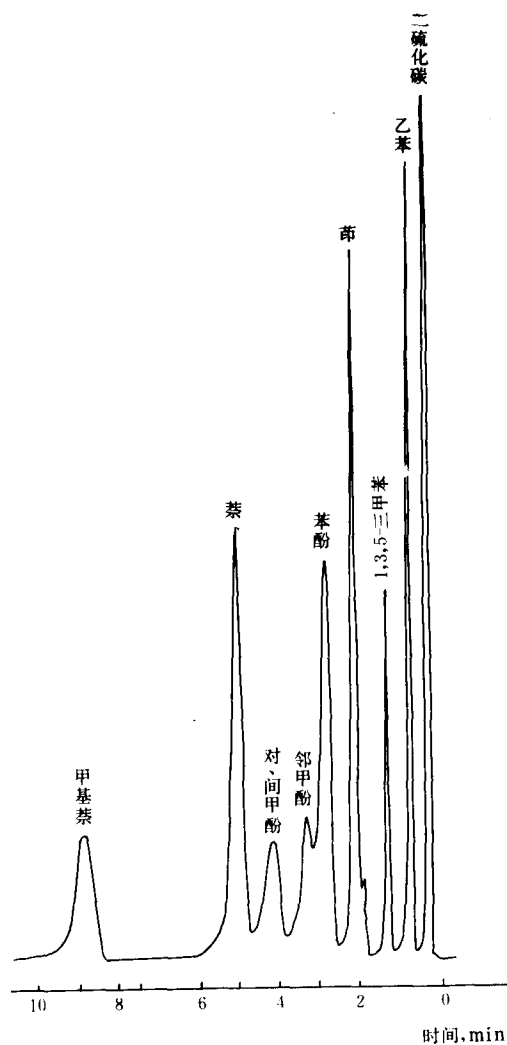
### 6.3 标准曲线的绘制

精确称取适量萘,用二硫化碳溶解,配成 100 $\mu$ g/mL 的标准贮备液,用前再稀释成 2, 5, 10, 25, 40 $\mu$ g/mL 的标准溶液。分别取 2 $\mu$ L 进样,测量保留时间及峰高。每个浓度重复三次,取峰高的平均值,以萘的含量对峰高作图,绘制标准曲线。保留时间为定性指标。

### 6.4 测定

用 6.3 相同的仪器操作条件,取 2 $\mu$ L 进样。以保留时间定性,峰高定量。

萘色谱图见下图。



萘色谱图

## 7 计算

7.1 按式(1)将采样体积换算成标准状况下的体积。

$$V_0 = V \times \frac{273}{273+t} \times \frac{p}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $V_0$ ——标准状况下的样品体积, L;

$V$ ——样品体积, L;

$t$ ——温度, °C;

$p$ ——大气压力, kPa。

7.2 按式(2)计算空气中萘的浓度。

$$X = \frac{C_1 + C_2}{V_0} \times 1000 \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $X$ ——空气中萘的浓度, mg/m<sup>3</sup>;

$V_0$ ——标准状况下的样品体积, L;

$C_1, C_2$ ——分别为所取前段和后段硅胶的二硫化碳解吸液中萘的含量, μg。

## 8 说明

8.1 本法检测限为  $2 \times 10^{-3} \mu\text{g}$  (进  $2 \mu\text{L}$  液体样品)。在上述分析条件下, 如果采样 3L, 最低可检测浓度为  $0.7 \text{mg/m}^3$  的萘。

萘含量在 0.01, 0.02,  $0.08 \mu\text{g}/2 \mu\text{L}$  时, 其变异系数分别为 4.4%, 2.5%, 0.8%。

8.2 采样用的硅胶为粗孔硅胶。经用硫酸与硝酸的混合液处理后再活化, 封存于玻璃瓶中备用。硅胶对水分子有很强的吸附力。当吸附水分子后, 就减弱或失去了对萘的吸附力, 因而其穿透容量受湿度及采样体积的影响较大。当相对湿度大于 90% (气温  $20 \sim 25^\circ\text{C}$ ) 采样 3L 时,  $200 \text{mg}$  硅胶的穿透容量为  $0.2 \text{mg}$ , 采样效率在 98% 以上。建议在高湿度条件下, 采样体积不要超过 3L。当萘浓度较高、湿度很大时, 可减少采样体积 (用大注射器代替采样泵)。如果采样 1L, 在上述分析条件下, 最高检测浓度为  $200 \text{mg/m}^3$  的萘。

8.3 二硫化碳的解吸效率在 98% 以上。

8.4 硅胶管采样后, 于室温下 (约  $25^\circ\text{C}$ ) 放置 30h 萘无损失; 60h 损失 7%。

8.5 在炼焦厂萘的生产车间, 空气中与萘的共存物很多, 用阿皮松 L-聚乙二醇 20M 混合柱, 能达到很好的分离效果。如果在使用纯萘的生产场所, 也可用阿皮松 L 或聚乙二醇柱进行测定。

8.6 二硫化碳在分析条件下, 0.5min 即可出峰完毕, 如杂峰较多时, 可重蒸馏精制后贮于冰箱中备用。

### 附加说明:

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由本溪钢铁公司劳动卫生研究所负责起草。

本标准主要起草人曲正和。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。