

# 中华人民共和国卫生行业标准

## 呼出气中苯的气相色谱测定方法

WS/T 51—1996

### Exhaled air—Determination of benzene— Gas chromatographic method

#### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了呼出气中苯的气相色谱测定方法。本法最低检测浓度为  $0.06 \text{ mg/m}^3$ 。  
本标准适用于接触苯的工人的终末呼出气中苯的测定。

#### 2 原理

终末呼出气样品(肺泡气)收集在 50 mL 玻璃采集管内,然后用氮气将样品吹入冷至  $-78^\circ\text{C}$  的活性炭管内,使苯吸附在活性炭上,于  $280^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$  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,峰高定量。

#### 3 仪器

3.1 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。

3.2 预浓缩装置(见图 1)。

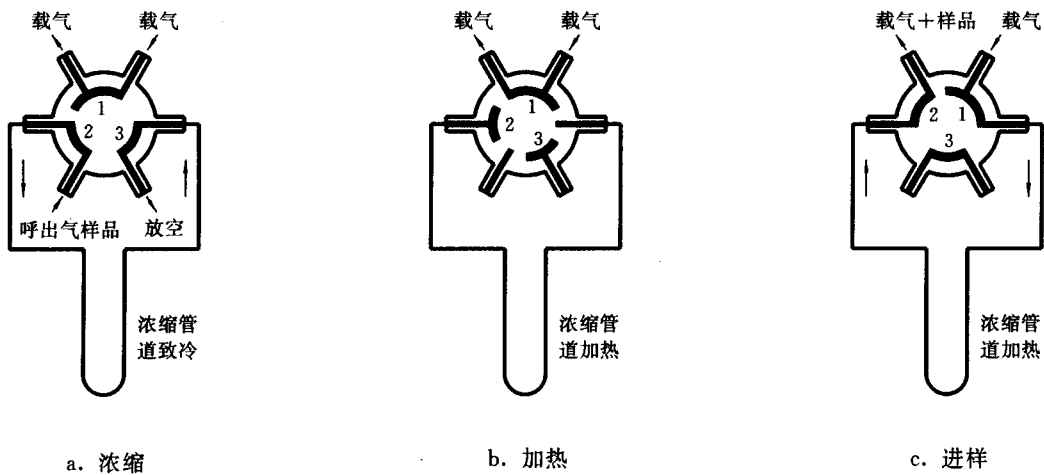


图 1 浓缩加热进样时六通阀的位置示意图

3.3 六通阀:按图 1 与色谱仪连接。

3.4 浓缩管:内径 2 mm 不锈钢 U 型管,内填 20 mg 40~60 目活性炭。

3.5 冷阱:干冰-丙酮混合剂( $-78^\circ\text{C}$ )。

3.6 热解吸电热套:220 V, 500 W, 温度  $280 \sim 300^\circ\text{C}$ 。

3.7 呼出气玻璃采集管:内径 1.5 cm, 长 30.5 cm, 体积约 50 mL 左右。

3.8 具活塞玻璃三通管。

- 3.9 塑料薄膜袋:一端为进气口,体积约 1 L。  
3.10 恒温箱:37℃。  
3.11 注射器:2 mL,5 mL,50 mL。  
3.12 微量注射器:1  $\mu$ L。  
3.13 配气瓶:约 1 L。

#### 4 试剂

- 4.1 苯:色谱纯。  
4.2 固定相:FFAP。  
4.3 6201 红色担体:60~80 目。  
4.4 质控样:用钢瓶装苯标准气或加标的活性炭管作热解吸质控样。

#### 5 采样、运输和保存

用呼出气采集管(3.7)收集接触苯工人次日班前呼出气。具活塞玻璃三通管(3.8)的两端分别连接呼出气采集管和塑料薄膜袋,连接处尽量使两者玻璃管相对吻合,用乳胶管作为外套接管,另一端为呼出气入口。接触者呼气先进入塑料袋内 1 000 mL(排出无效腔气体),然后旋转三通管活塞,使呼气进入呼出气采集管,继续呼气,充分置换管中气体。呼气毕,采集管两端用塑料塞塞紧,于室温下运输、保存,6 h 内分析。

#### 6 分析步骤

##### 6.1 仪器操作条件

色谱柱:柱长 2 m,内径 4 mm,不锈钢柱。  
柱填料:15%FFAP6201 红色担体(60~80 目)。  
柱温:110℃。  
载气:纯氮,流量 35 mL/min。

##### 6.2 空白试验

收集正常人呼出气 50 mL 与样品同时进行测定。

##### 6.3 样品处理

采集好的样品在分析前,置于 37℃ 恒温箱中,放置 2 h。

##### 6.4 标准曲线的绘制

6.4.1 用微量注射器向定容的具塞玻璃瓶中(3.13)注入一定量的苯(色谱纯),如此配制所需浓度的含苯标准气 0.42 mg/L。

6.4.2 用 50 mL 针筒抽取含苯标准气注入另一定容的具塞玻璃瓶(3.13)中,配成所需浓度的含苯标准稀释气 0.018 mg/L。

6.4.3 用注射器分别抽取含苯标准稀释气 0.5,1,2 mL 分别注入呼出气采集管内,相当于 ACGIH 提出的肺泡气苯的生物接触限值(0.12 ppm,相当于 0.38 mg/m<sup>3</sup>)的 0.5 $\times$ 、1 $\times$ 和 2 $\times$ 。

6.4.4 将采集管一端与六通阀的样品入口端连接,由另一端用氮气吹扫样品置于冷阱内的浓缩管内,吹扫约 6 倍体积后,使六通阀处于全关闭状态,撤去冷阱,换上电热套,加热 30 s 后,旋转六通阀使浓缩管与色谱仪的气路接通,由载气将释出的苯带入色谱柱中(热解吸时载气流向与浓缩时相反),按 6.1 条操作条件,重复进样三次。

6.4.5 以苯含量为横坐标,各浓度峰高平均值为纵坐标,绘制标准曲线。

##### 6.5 样品测定

将各样品管按 6.4.4 条操作,按峰高在标准曲线上查出苯的含量。

## 7 计算

按下式计算呼出气中苯的浓度：

$$X = \frac{m}{V}$$

式中： $X$ ——呼出气中苯的浓度， $\text{mg}/\text{m}^3$ ；

$m$ ——由标准曲线查得的苯含量， $\text{ng}$ ；

$V$ ——呼出气采集管体积。

## 8 说明

8.1 本法的最低检测浓度为  $0.06 \text{ mg}/\text{m}^3$ ，测量范围为  $0 \sim 0.73 \text{ mg}/\text{m}^3$ ；当呼出气采集管中苯的浓度为  $0.183, 0.366, 0.732 \text{ mg}/\text{m}^3$  时，变异系数分别为  $5.79\%$ 、 $5.84\%$  及  $4.82\%$  ( $n=6$ )。

8.2 采集呼出气时，工人要脱离生产现场  $16 \text{ h}$  (次日班前)，在无苯污染的室内进行。

8.3 根据苯作业场所与苯可能共存的化学物质，在上述色谱条件下测定了正己烷、乙醚、丙酮、乙酸乙酯、乙醇、甲苯、乙酸丁酯、二甲苯、环己酮的保留时间，其中仅乙醇干扰苯的测定。采集呼出气时需避免这一因素的干扰。

8.4 本实验条件下，由于乙醇有干扰，虽然苯与乙醇共存的作业场所并不多见，但应更多考虑采样对象的饮酒情况，尤其要注意被检者在接触当天和采样当天有否饮酒。

8.5 由于呼出气中含有一定量的水蒸气，当室温低时可凝结在采集管内壁，影响样品中苯的回收率。采用分析前将呼出气采集管置于  $37^\circ\text{C}$  恒温  $2 \text{ h}$ ，可消除呼出气中水蒸气对测定的影响。

8.6 预浓缩管中的吸附剂(活性炭)可吸附其他有机溶剂，非实验期间应将预浓缩管密闭在气路中，分析前需将吸附剂吹扫(套上加热套并通  $\text{N}_2$ )。当预浓缩管的解吸率下降 ( $<75\%$ ) 时，应检查六通阀及与之相连的导气管是否漏气或更换吸附剂。

---

### 附加说明：

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由上海市卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人：爰家豪、王海山、顾秋萍。

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。