

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 175—1999

呼出气中丙酮的气相色谱 测定方法

Exhaled air—Determination of acetone
—Gas chromatographic method

1999-12-29 发布

2000-05-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准是与劳动卫生标准配套的监测方法,用于监测生物材料呼出气中丙酮的浓度。本标准是参考了国外的监测方法,结合我国情况经过实验室研究和现场验证后提出的。

本标准从 2000 年 5 月 1 日起实施。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准起草单位:河南省新乡市职业病防治研究所。

本标准主要起草人:季道华、刘凌、朱学勤、田国均、刘黛莉。

本标准由卫生部委托中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。

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

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。

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

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 5 千字
2000年8月第一版 2000年8月第一次印刷
印数 1—1 000

*

*

标 目 416—61