

# 活性炭管及二硫化碳溶剂色谱分析验收方法探讨

付忠文, 梅瀨月, 韩双凤, 向仲朝

四川泰安生科技咨询有限公司, 四川成都 61004110

**摘要:** **目的** 建立一种实验室耗材及试剂(活性炭管及二硫化碳)的实验室验收方法, 评价其可能受到污染或吸附杂质对测定目标物的影响。**方法** 选择适宜的色谱条件, 采用程序升温、FFAP 毛细管柱分离、FID 测定的分析方法, 对空气中相应酯类、酮类、苯系物等 21 种常测物质进行分析比较, 对国标方法中常用的活性炭采样管及二硫化碳溶剂进行空白测定。**结果** 对活性炭采样管、二硫化碳溶剂, 按照本验收方法进行抽样检测, 若无检测目标物峰出现, 且外观包装完好, 说明耗材、试剂验收合格。**结论** 本验收方法, 能够满足空气样品中酯类、酮类、苯系物等对分析耗材及解吸溶剂的质量验收要求。

**关键词:** 验收方法; 气相色谱; 活性炭管; 二硫化碳

中图分类号: R135.1+4 文献标识码: B

## **Discussion on Acceptance Method for Chromatographic Analysis of Activated Carbon Tube and Carbon Disulfide Solvent**

Zhong-wen Fu, Bing-yue Mei, Shang-feng Han, zhong-zhao Xiang

(Sichuan Taiansheng Technology Consulting Co. Ltd. Chengdu 610041)

**Abstract: Objective** A laboratory acceptance method for laboratory consumables and reagents (activated carbon tubes and carbon disulfide) was established to evaluate the possible effects of contamination or adsorption of impurities on the determination of target substances. **Methods** Selecting suitable chromatographic conditions, using the analytical methods of programmed heating, FFAP capillary column separation and FID determination, 21 common substances in the air such as esters, ketones and benzene series were analyzed and compared, and blank determination of common activated carbon sampling tubes and carbon disulfide solvents in the national standard method was carried out. **Results** Sampling the activated carbon sampling tube and carbon disulfide solvent according to the acceptance method. If there is no

peak of the target substance, and the appearance of the package is intact, the acceptance of consumables and reagents is qualified. **Conclusion** The acceptance method can meet the quality acceptance requirements for analytical consumables and desorption solvents of esters, ketones and benzene series in air samples.

**Key words** : methods for check and acceptance. Gas chromatography. Activated carbon tube. carbon disulfide

职业卫生检测实验室所用的试剂耗材种类繁多、用量大,其质量优越直接影响测定结果的准确度。在国家职业卫生标准 GBZ/T300-2017 中,采用活性炭管采样及二硫化碳解吸测定的方法接近 50%<sup>[1-5]</sup>。活性炭管由于具有良好的机械强度、稳定的理化性质、足够强的吸附能力和容易解吸、价格较低等许多优点,被广泛采用于采集工作场所空气中的有机组分。

活性炭可采集苯、甲苯、二甲苯、三氯甲烷、正己烷、乙苯等许多毒物,二硫化碳常作为它的解析溶剂。二硫化碳极性适中,对氢火焰离子化检测器响应低,且气相色谱中出峰保留时间快,在色谱分析中得到了广泛应用。但是活性炭采样管容易吸附空气中的有机杂质或者检测目标物,且分析醇的二硫化碳常含有微量苯类物质<sup>[6,7]</sup>,通常影响结果的准确测定。因此,必须在使用前对其进行验收测定并进行评价。本法对工作场所采样用的活性炭管及二硫化碳解吸液的验收进行了实验分析和结果讨论。

## 1. 材料和方法

### 1.1 原理

用活性炭管采集空气中有机物质,经二硫化碳解吸,用氢火焰测定,以保留时间定性,峰面积定量。

### 1.2 仪器和设备及试剂

Agilent 7820A 气相色谱仪;氢火焰离子化检测器;活性炭采样管(6×120mm, 50mg、100mg,溶剂解吸型,四川众标环保技术有限公司);无苯二硫化碳(色谱纯,20180106,天津市科密欧化学试剂有限公司)。

### 1.3 实验的气相色谱测定条件

色谱条件：HP-FFAP(柱长 30m, 内径 0.25mm, 膜厚 0.25  $\mu$ m); 载气：高纯氮气, 纯度 >99.999%; 进样口温度 250 $^{\circ}$ C, 检测器温度 300 $^{\circ}$ C;  $H_2$  30mL/min, 空气 400mL/min, 分流比为 10:1, 柱流量为 1mL/min, 柱温:程序升温 35 $^{\circ}$ C 保持 5min, 以 5 $^{\circ}$ C/min 的速率升温到 100 $^{\circ}$ C, 保持 3min。

## 2. 结果及讨论

### 2.1 抽样及验收方法

#### 2.1.1 二硫化碳的验收方法

分析纯二硫化碳试剂常含有微量苯类化合物, 可以进行实验室纯化<sup>[8, 9]</sup>。对采购的同批次无苯二硫化碳进行验收测定, 从新购的 10 瓶二硫化碳(500mL)中, 随机取四瓶, 用本法测试二硫化碳解吸溶剂的纯度, 并对采样用活性炭管进行解吸验收测定。

#### 2.1.2 活性炭管的验收方法

抽取的活性炭管用小砂轮打开, 将里面的活性炭粒倒入解吸瓶中, 加入 1.00mL 已经验收合格的二硫化碳溶剂解吸 30min, 上机测试。本次实验从 10 盒(100 支/盒)新采购的活性炭管中随机抽取 20 支, 用本法进行了验收分析, 除二硫化碳出峰外, 未见其他杂峰出现; 作为炭管验收最重要的标准之一, 验收合格, 示例见图 1。

### 2.2 多种有机化合物的色谱对比分离分析

取 1mL 无杂质的二硫化碳作为空白对比; 另配制一混合溶液, 二硫化碳作溶剂, 里面加入一定量的甲酸甲酯、甲酸乙酯、乙酸乙酯、乙酸丁酯、苯、甲苯、二甲苯、乙苯、苯乙烯、丙酮、丁酮、环己酮、二氯乙烷、氯仿、四氯化碳、正己烷、正戊烷、正壬烷共 21 种, 混匀, 进样量为 1.0  $\mu$ L, 测定, 见图 2。实验采用的二硫化碳溶剂应无杂质, 在上述色谱条件下无杂峰; 活性炭管没有吸附其他有机杂质或待测成分。混合溶液各物质出峰情况, 见表 1、图 2。

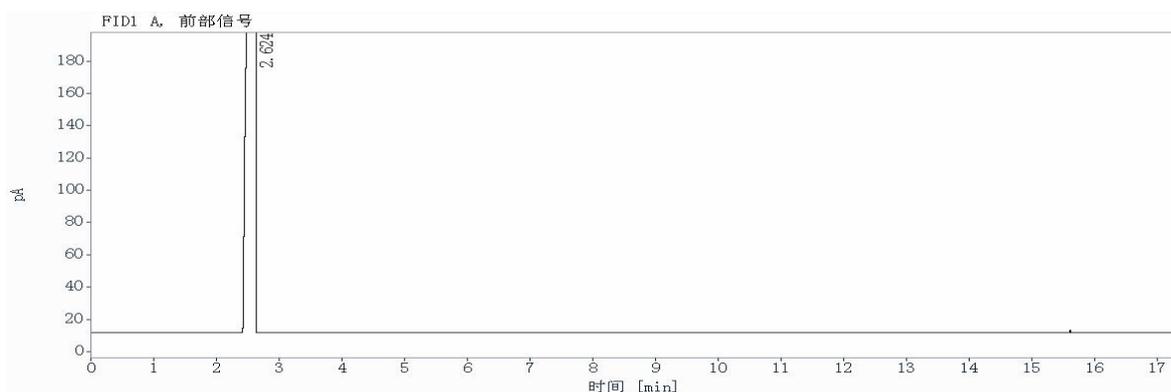


图 1. 二硫化碳溶剂色谱分离图

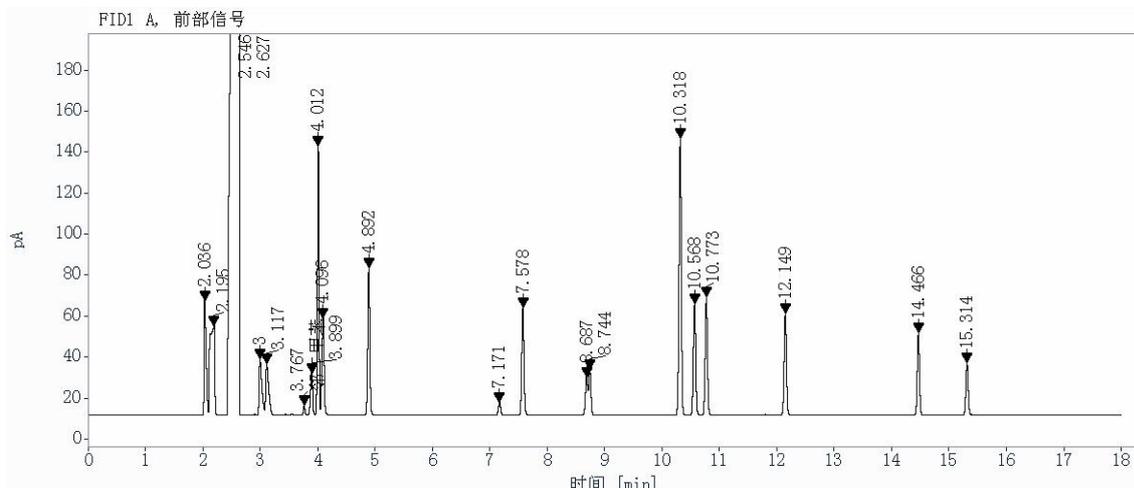


图 2. 二硫化碳中混合标准溶液的色谱分离图

表 1. 各物质检出限和评价限制

序号	目标物质	保留时间	噪声水平	采样体积 (L)	检出限 (mg/m <sup>3</sup> )	职业卫生限制 PC-TWA (mg/m <sup>3</sup> )
1	正戊烷	2.03	0.064	1.5	0.62	500
2	正己烷	2.19	0.073	1.5	0.07	100
3	甲酸甲酯	2.54	0.056	1.5	0.11	-
4	二硫化碳	2.62	-	-	-	-
5	丙酮	3.00	0.069	1.5	0.13	300
6	甲酸乙酯	3.11	0.056	1.5	0.20	-
7	三氯甲烷	3.76	0.064	4.5	0.04	20
8	乙酸乙酯	3.89	0.070	1.5	0.18	200
9	正壬烷	4.01	0.062	1.5	0.06	500
10	丁酮	4.09	0.069	1.5	0.11	300
11	苯	4.89	0.070	1.5	0.06	6
12	四氯化碳	7.17	0.064	4.5	0.04	15
13	甲苯	7.57	0.070	1.5	0.06	50
14	二氯乙烷	8.68	0.069	4.5	0.07	7
15	乙酸丁酯	8.74	0.070	1.5	0.10	200

16	乙苯	10.31	0.064	1.5	0.05	100
17	对二甲苯	10.56	0.070	1.5	0.06	50
18	间二甲苯	10.77				
19	邻二甲苯	12.14				
20	苯乙烯	14.46	0.068	1.5	0.06	50
21	环己酮	15.31	0.063	1.5	0.07	50

### 2.3 结果分析

从图 1、图 2 和表 1 可知：用本法分析空气中酯类、酮类、苯系物、烷烃类等常采物质（表 1 所列目标物），在 DB-FFAP 色谱柱上 80%均能够基线分离。本法检出限满足相关标准规定要求，不会影响职业卫生评价<sup>[10]</sup>。本法能用于实验室采购的活性炭管及二硫化碳的验收测定。

### 3. 结论

本法作为工作场所空气采样介质活性炭吸附管及二硫化碳解吸液的通用验收方法，一次验收可同时解决多个物质测定的验收问题。方法简便、快捷，合理、实用，能满足国家标准方法对空气样品相关物质测定的耗材及试剂的验收要求。本法对其他相关产品的验收技术有指导意义。

### 参考文献

- [1] GBZ/T300.66-2017. 工作场所空气有毒物质测定 第 66 部分：苯、甲苯、二甲苯和乙苯[S].
- [2] GBZ/T300.103-2017. 工作场所空气有毒物质测定 第 103 部分：丙酮、丁酮和甲基异丁基甲酮[S].
- [3] GBZ/T300.60-2017. 工作场所空气有毒物质测定 第 60 部分：戊烷、己烷、庚烷、辛烷和壬烷[S].
- [4] GBZ/T300.122-2017. 工作场所空气有毒物质测定 第 122 部分：甲酸甲酯和甲酸乙酯[S].
- [5] 环境保护部. HJ 584-2010 环境空气 苯系物的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸一气相色谱法[S]. 北京：中国环境科学出版社, 2010.
- [6] 唐访良，刘奕梅. 环境监测实验室重要试剂及耗材的质量验收方法[J]. 环

境监测管理与技术, 2004. 26 (2) :1-3.

- [7] 曹群, 孙鸿燕, 许士雄. 水样总氯测定空白值偏高的探讨[J]. 环境监测管理与技术, 2008, 20 (3) :60-61.
- [8] 王在峰. 二硫化碳硝化提纯方法的改进[J]. 化学试剂, 200 (1)
- [9] 安建华, 韦红映. 一种适合实验室提纯二硫化碳的方法[J]. 资源与环境, 2017, 43 (7) :189-200.
- [10] GBZ 2.1-2007. 中华人民共和国国家职业卫生标准[S].

**作者简介:** 付忠文 (1992-), 男, 应用化学专业, 本科, 助理工程师, 主要从事气相色谱分析工作。通讯: 邮箱 893286426@qq.com, 电话 15708321818  
四川泰安生科技咨询有限公司, 四川省成都市武侯区石羊工业园招商处 2 楼。