

环己烷和甲基环己烷的测定

蔡赛微

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 空气中的蒸汽态环己烷和甲基环己烷用活性炭采集, 二硫化碳解吸后进样, 经气相色谱柱分离, 氢火焰离子化检测器检测, 以保留时间定性, 峰面积定量。

关键词: 环己烷; 甲基环己烷

1 参考标准

GBZ/T300.65-2017《工作场所空气有毒物质测定第 65 部分: 环己烷和甲基环己烷》;

GBZ/T210.4-2008《职业卫生标准制定指南第 4 部分: 工作场所空气中化学物质测定方法》。

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 环己烷: 分析纯

2.1.2 甲基环己烷: 分析纯

2.1.3 二硫化碳: 低苯级, 分析纯

2.1.4 载气: 氮气, 纯度 99.999%

2.1.5 燃烧气: 氢气, 纯度 99.999%

2.2 仪器设备

2.2.1 福立 GC9720Plus 气相色谱仪, 附宽量程氢火焰检测器 (FID)

2.2.2 FL1092T 全自动进样器

2.2.3 GsBp-5/30m*0.32mm*0.5um

3 溶液配制

3.1 标准溶液配制

一级标准溶液: 准确抽取环己烷 12.8 μ L, 甲基环己烷 12.7 μ L 于 10mL 容量瓶中, 用二硫化碳溶解并定容, 配制环己烷 1000ug/mL、甲基环己烷 1000ug/mL 的标准溶液, 摇匀, 待测。

二级标准溶液: 准确移取一级标准溶液 0.7mL, 加二硫化碳 0.7mL, 配制成环己烷

500ug/mL、甲基环己烷 500ug/mL 的标准溶液，摇匀，待测。

三级标准溶液：准确移取一级标准溶液 0.3mL，加二硫化碳 1.2mL，配制成环己烷 200ug/mL、甲基环己烷 200ug/mL 的标准溶液，摇匀，待测。

四级标准溶液：准确移取一级标准溶液 0.15mL，加二硫化碳 1.35mL，配制成环己烷 100ug/mL、甲基环己烷 100ug/mL 的标准溶液，摇匀，待测。

五级标准溶液：准确移取三级标准溶液 0.3mL，加二硫化碳 0.9mL，配制成环己烷 50ug/mL、甲基环己烷 50ug/mL 的标准溶液，摇匀，待测。

六级标准溶液：准确移取五级标准溶液 0.2mL，加二硫化碳 0.8mL，配制成环己烷 10ug/mL、甲基环己烷 10ug/mL 的标准溶液，摇匀，待测。

七级标准溶液：准确移取六级标准溶液 0.3mL，加二硫化碳 0.9mL，配制成环己烷 2.5ug/mL、甲基环己烷 2.5ug/mL 的标准溶液，摇匀，待测。

八级标准溶液：准确移取七级标准溶液 0.2mL，加二硫化碳 0.8mL，配制成环己烷 0.5ug/mL、甲基环己烷 0.5ug/mL 的标准溶液，摇匀，待测。

3.2 样品溶液配制

在采样点，用活性炭管以 100mL/min 流量采集 15min 空气样品。将采过样的前后段活性炭分别放入两只溶剂解析瓶中，各加入 1.0mL 二硫化碳，密封，解析 30min，不时地振荡。样品溶液供测试。

4 测定

4.1 色谱条件

- (1) 进样口 200°C
- (2) 柱温 40°C 保持 2min，以 20°C/min 升至 70°C，再以 10°C/min 升至 160°C 保持 10min
- (3) 检测器 250°C
- (4) 柱流量 1.0 mL/min
- (5) 分流比 20:1
- (6) 进样滞留 5 s

4.2 典型谱图

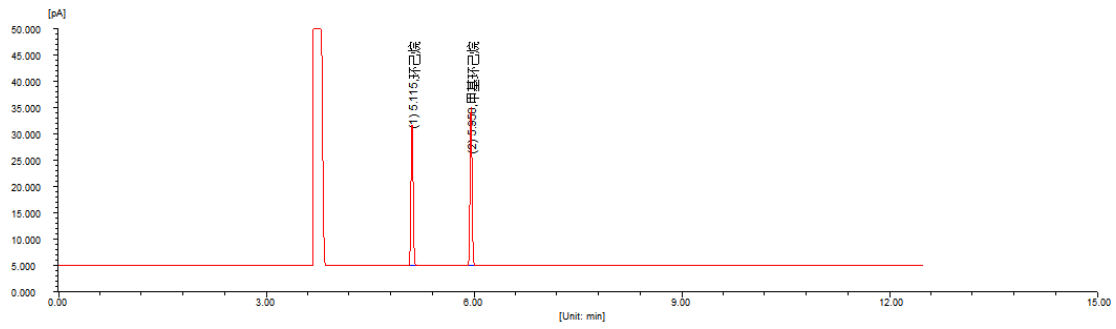
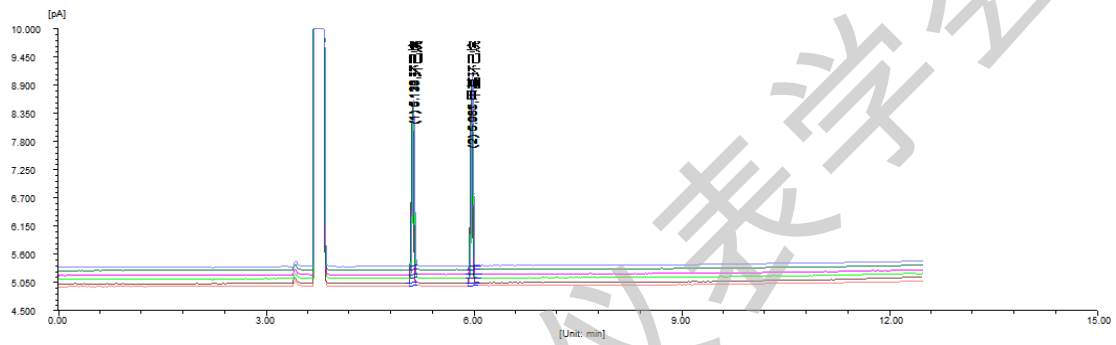


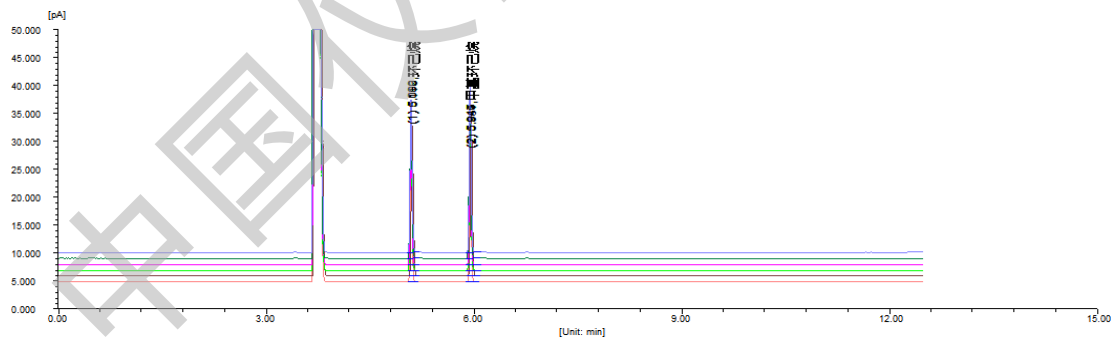
图 1 100ug/mL 环己烷、甲基环己烷标样谱图

4.3 重复性实验



序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD%	平均面积 [fA*s]	面积RSD%	平均峰高 [fA]	峰高RSD%	平均含量[%]	含量RSD%	谱图数
1	环己烷	5.126	0.175	7162.8	0.7052	3207.8	0.7972	47.9534	0.1702	6
2	甲基环己烷	5.969	0.146	7774.2	0.6362	3739.1	0.5552	52.0466	0.1568	6

图 2 10ug/mL 环己烷、甲基环己烷标样重复性谱图



序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD%	平均面积 [fA*s]	面积RSD%	平均峰高 [fA]	峰高RSD%	平均含量[%]	含量RSD%	谱图数
1	环己烷	5.103	0.132	58089.9	2.2238	28189.7	6.4407	49.2795	0.3184	6
2	甲基环己烷	5.948	0.112	59791.8	2.4974	30022.6	2.4890	50.7205	0.3094	6

图 3 100ug/mL 环己烷、甲基环己烷标样重复性谱图

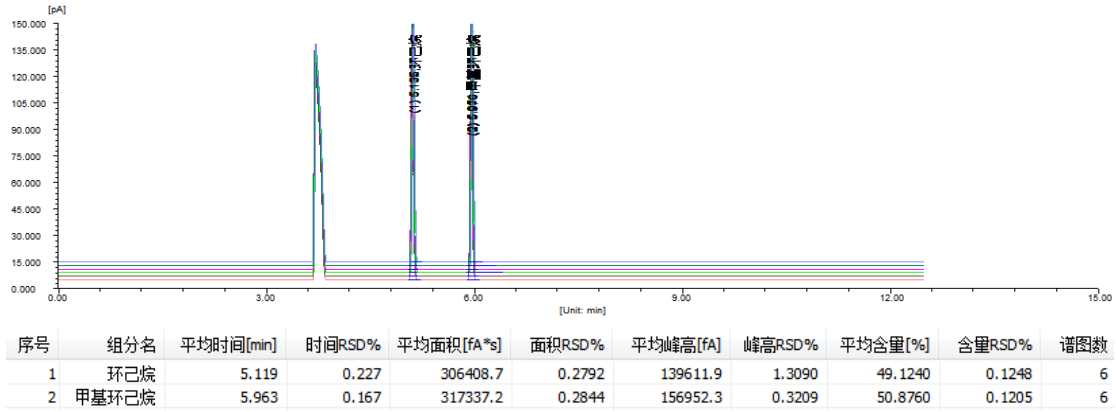
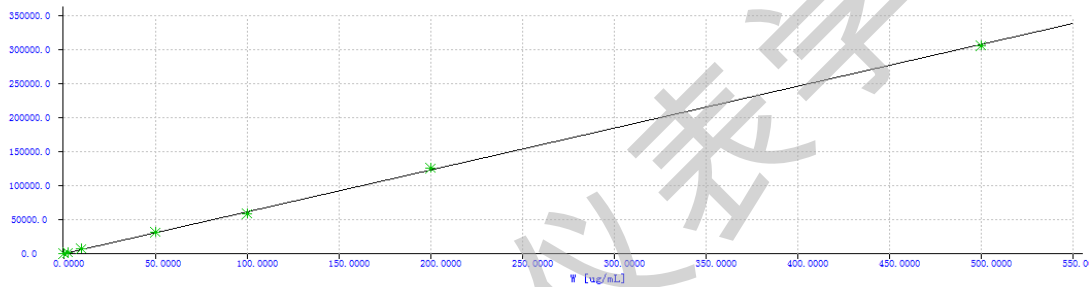


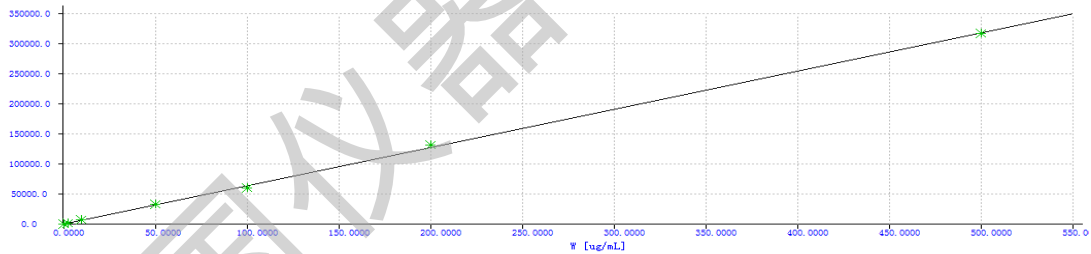
图 4 500ug/mL 环己烷、甲基环己烷标样重复性谱图

4.4 标准曲线

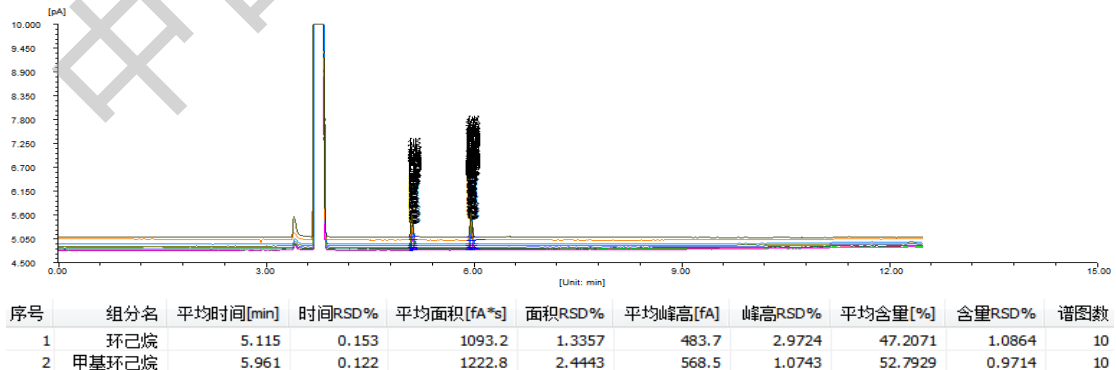
环己烷：曲线方程：A = 616.623901 * W，相关系数：0.99965
A [fA*s]



甲基环己烷：曲线方程：A = 638.325969 * W，相关系数：0.99965
A [fA*s]



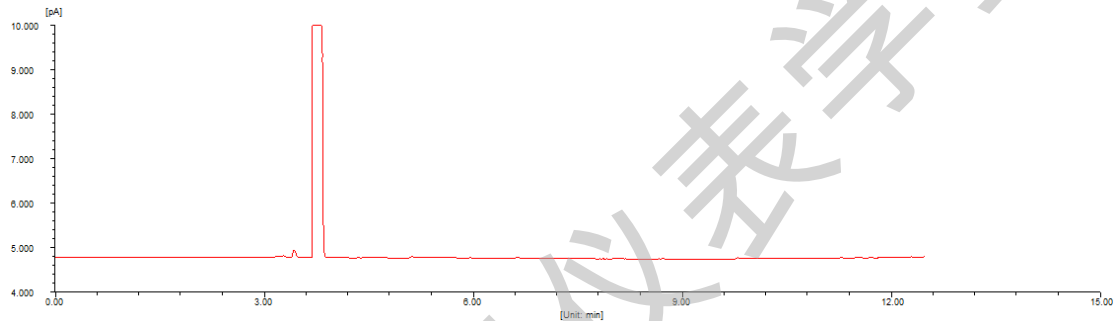
4.5 检出限



以采集 1.5L 空气样品计，定量限按三倍检出限计算。

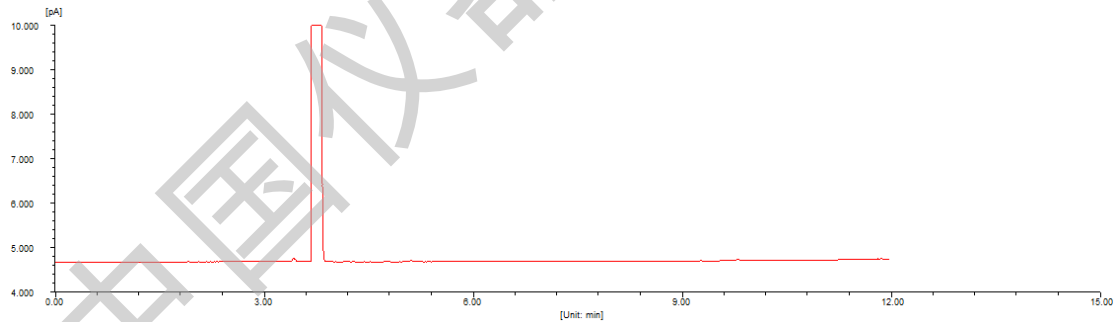
组分名	含量 [ug/mL]	含量 [ug/mL]	含量 [ug/mL]	含量 [ug/mL]	含量 [ug/mL]	含量 [ug/mL]	含量 [ug/mL]	含量 [ug/mL]	含量 [ug/mL]	含量 [ug/mL]	检出限 [ug/mL]	最低检 出浓度 [mg/m ³]	定量限 [mg/m ³]	解析率 %
环己烷	1.779	1.8092	1.7893	1.7515	1.7434	1.7425	1.7813	1.791	1.7904	1.7513	0.2519	0.1892	0.5676	88.7742
甲基环 己烷	1.9257	1.9508	1.8838	1.9211	1.8726	1.8428	1.9298	1.9034	1.9012	1.8921	0.3585	0.2691	0.8073	88.8223

4.6 样品 1 典型谱图及分析结果



环己烷、甲基环己烷均未检出。

4.7 样品 2 典型谱图及分析结果



环己烷、甲基环己烷均未检出。

5 实验结果

方法验证结论：环己烷、甲基环己烷的精密度、线性相关系数、检出限、解析率结果汇总如下：

化合物	保留时间 RSD%	峰面积 RSD%	标准曲线线 性相关系数	检出限 [ug/mL]	解析率 %
环己烷	0.132	0.2792	0.99965	0.2519	85.735-92.436

甲基环己烷	0.112	0.2844	0.99956	0.3585	83.648-93.281
-------	-------	--------	---------	--------	---------------

中国仪器仪表学会