

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 134—1999

作业场所空气中联苯-苯醚的溶剂 解吸气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of biphenyl-phenyl ether
—Solvent desorption 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,用于监测作业场所空气中联苯-苯醚的浓度。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:辽宁省劳动卫生职业病防治所、河南省新乡市职业病防治研究所。

本标准主要起草人:高岩、王瑞、季道华、刘凌。

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

作业场所空气中联苯-苯醚的溶剂 解吸气相色谱测定方法

WS/T 134—1999

Workplace air—Determination of biphenyl-phenyl ether
—Solvent desorption gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了作业场所空气中联苯-苯醚浓度的溶剂解吸气相色谱测定方法。

本标准适用于作业场所空气中联苯-苯醚浓度测定。

2 原理

空气中联苯-苯醚用活性炭管采样后,用二硫化碳溶液解吸,经 FFAP 柱分离,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 溶剂解吸型活性炭管:在长 80 mm,内径 3.5~4.0 mm 的玻璃管中,分前后两段装入 150 mg 20~40 目椰子壳活性炭,前段 100 mg,后段 50 mg,中间用玻璃棉或聚氨酯泡沫塑料隔开,两端用玻璃棉固定,套上塑料帽或熔封后保存。在装管前,应先将活性炭于 300~350℃通氮气处理 4 h。

3.2 空气采样器:流量 0~1 L/min。

3.3 微量注射器:100 μ L,10 μ L,1 μ L。

3.4 具塞试管:5 mL。

3.5 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。

色谱柱:柱长 2 m,内径 3~4 mm,不锈钢柱。

FFAP;Chromosorb W AW=10:100;

柱温:210℃;

汽化室温度:270℃;

检测室温度:270℃;

载气(氮气):45 mL/min。

4 试剂

4.1 联苯-苯醚,苯醚:73.5%,联苯:26.5%。

4.2 解吸液:二硫化碳,分析纯,经处理后重蒸。

4.3 FFAP:色谱固定液。

4.4 Chromosorb W AW 担体:60~80 目。

4.5 联苯-苯醚标准溶液:取少量二硫化碳加于 10 mL 容量瓶中,密塞,称量,再加入少量联苯-苯醚,密塞,再称量,两次称量差即为联苯-苯醚加入量。加二硫化碳至刻度,配成一定浓度的贮备液。临用前取一

定量贮备液用二硫化碳稀释成浓度分别为 0.7.4, 14.8, 29.6 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液。

5 采样

在采样现场打开活性炭管, 50 mg 端接采样器并垂直放置, 以 0.2 L/min 的流量抽取 2 L 空气。采样后将管的两端套上塑料帽, 5 天内分析。

6 分析步骤

6.1 对照试验: 将未采过样的活性炭管带到采样点, 除不采集空气外, 其余操作同样品, 作为样品的空白对照。

6.2 样品处理: 将溶剂解吸型活性炭管中的两段活性炭分别倒入具塞试管中, 加 1 mL 解吸液, 密塞, 不时振摇, 解吸 1 h。

6.3 标准曲线的绘制: 将仪器调节到测量条件, 各取 1.0 μL 标准溶液进样, 测量保留时间及峰高。每种浓度重复 3 次, 取峰高的平均值。以联苯-苯醚的浓度 ($\mu\text{g/mL}$) 对峰高作图, 绘制标准曲线。保留时间为定性指标。

6.4 测定: 在标准曲线测定的同样条件下, 取 1 μL 样品和空白对照的解吸液进样, 用保留时间定性, 峰高定量。以测得样品的峰高减去空白对照的峰高, 从标准曲线上查出联苯-苯醚的浓度 ($\mu\text{g/mL}$)。

7 计算

7.1 按式(1)将采样体积换算成标准状况下的体积。

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

式中: V_0 ——换算成标准状况下的采样体积, L;

V ——采样体积, L;

p ——采样场所的大气压力, kPa;

t ——采样场所的气温, $^{\circ}\text{C}$ 。

7.2 按式(2)计算空气中联苯-苯醚的浓度。

$$C = \frac{(C_1 + C_2) \times V}{V_0} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: C ——空气中联苯-苯醚的浓度, mg/m^3 ;

C_1, C_2 ——分别为从标准曲线上查出的炭管前、后段中联苯-苯醚的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——解吸液的总体积, mL;

V_0 ——同式(1)解释。

8 说明

8.1 本法的检出限为 $1.2 \times 10^{-3} \mu\text{g}/\mu\text{L}$ (进样 1 μL 液体样品); 最低检出浓度为 0.6 mg/m^3 (采 2 L 空气)。线性范围为 7.4~29.6 mg/m^3 ; 当联苯-苯醚浓度为 7.4, 14.8, 29.6 mg/m^3 时, 相对标准偏差分别为 6.3%, 4.2%, 3.5%。

8.2 活性炭管对联苯-苯醚的采样效率接近 100%。100 mg 活性炭对联苯-苯醚的穿透容量为 12.6 mg。解吸效率平均为 92.4%。

8.3 采样后将活性炭管两端套上塑料帽, 于室温下保存, 可稳定 5 天。为保存更长时间, 可将采样管两端熔封或低温冷藏。

为避免活性炭吸附其他有机蒸汽, 最好存放于密闭容器中。

8.4 现场湿度过大, 以致在活性炭管中形成雾滴时, 将严重影响采样的可靠性。此时应连接适宜的干燥

管以降低湿度。

8.5 采样现场共存己二酸等保留时间与联苯-苯醚相近的物质时干扰测定。此时应通过变更色谱条件来排除。

中华人民共和国卫生
行业标准
作业场所空气中联苯-苯醚的溶剂
解吸气相色谱测定方法
WS/T 134—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 6 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 417—49