

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 153—1999

作业场所空气中二甲苯的无泵型采样 气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of dimethyl benzene
—Passive sampling 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

本标准是为劳动卫生标准配套的监测方法,用于监测作业场所空气中二甲苯浓度。本标准是参考了国外无泵型采样器的研制方法,结合我国情况,研制了 GJ-1 型无泵型个体采样器,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:天津市劳动卫生职业病研究所。

本标准主要起草人:刘黛莉、李志华、李建国。

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

作业场所空气中二甲苯的无泵型采样 气相色谱测定方法

WS/T 153—1999

Workplace air—Determination of dimethyl benzene
—Passive sampling gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了作业场所空气中二甲苯的时间加权平均浓度(TWA)的无泵型采样器采样和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二甲苯时间加权平均浓度的测定。

2 原理

空气中的二甲苯用无泵型采样器采集、二硫化碳解吸,经 FFAP 色谱柱分离后,用氢焰离子化检测器气相色谱法检测,保留时间定性,峰高(或峰面积)定量。

3 仪器

3.1 无泵型采样器:GJ-1 无泵型采样器由铝合金壳体、挡风屏、扩散腔和吸附炭片组成(见图 1)。挡风屏由滤纸和金属网组成,用以减少有机蒸气分子在扩散腔内的机械混淆;扩散腔是一个塑料框架,用以支持挡风屏并形成扩散路;吸附炭片为吸附介质。

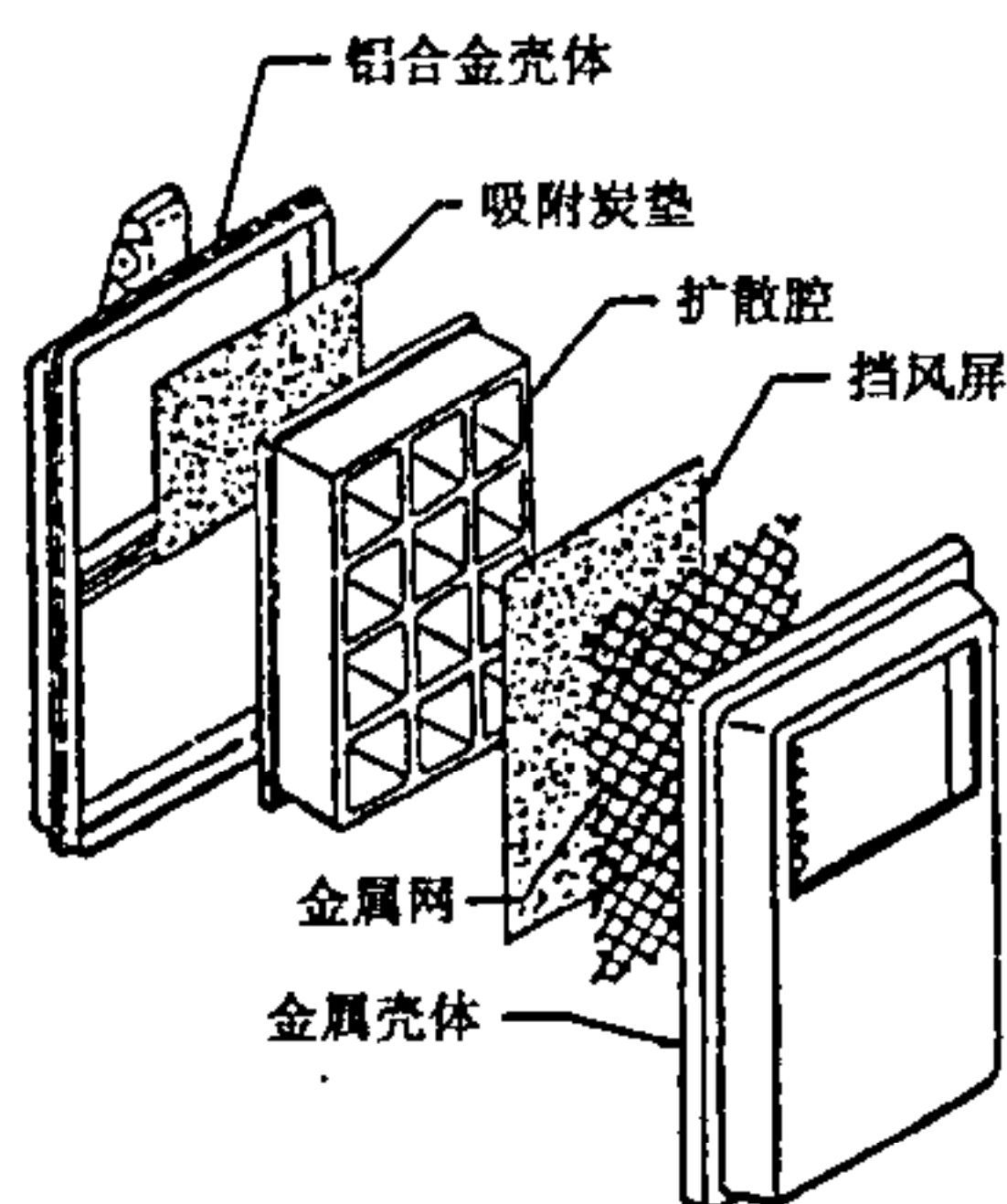


图 1 采样器结构

3.2 注射器:1 mL。

3.3 微量注射器:1 μ L、10 μ L。

3.4 具塞比色管:10 mL。

3.5 气相色谱仪,氢焰离子化检测器

中华人民共和国卫生部 1999-12-29 批准

2000-05-01 实施

色谱柱:柱长 2 m,内径 4 mm,不锈钢柱,内装 FFAP;Chromosorb AW(60~80 目)=10 :
100;

柱温:100℃;

载气(N₂)流量:15 mL/min。

4 试剂

4.1 活性炭片:为无泵型采样器的吸附介质,用前将炭片 100℃烘烤 30 min,取出置于干燥器中冷却至室温,装入原包装的小塑料袋中,置干燥器中备用。

4.2 二硫化碳:分析纯,色谱鉴定无影响测定的杂质峰。

4.3 FFAP(聚乙二醇 20M-硝基对苯二甲酸):色谱固定液。

4.4 chromosorb AW 或 101 酸洗白色担体:60~80 目。

4.5 标准溶液:于 10 mL 容量瓶中,加入少量二硫化碳,用微量注射器取 25 μL 二甲苯(20℃时,1 μL 二甲苯的质量为 0.864 2 mg),注入量瓶中,加二硫化碳至刻度,配成 2.160 5 mg/mL 标准溶液。

5 采样

5.1 装炭片:在清洁空气中,用镊子将处理好的炭片(4.1)从小塑料袋中取出,放在采样器底二分之一处,放上塑料框架,将炭片压紧,盖过滤纸及采样器盖(注意将采样器盖上的开口对准炭片)装入采样器的原包装塑料盒中,带至现场备用。

5.2 个体采样:在现场,从塑料盒中取出采样器,戴在工人衣领上,准确记录开始采样的时间,采集 6~8 h。采样毕,取下采样器放入塑料盒中盖紧。并记录采样结束时间,带回实验室分析。

5.3 定点采样:在采样点,从塑料盒中取出采样器,悬挂在接近工人呼吸带高度的支架上,开始采样,并准确记录时间,至少采集 1 h。采样毕,取下采样器放入塑料盒中盖紧,记录采样结束的时间。

6 分析步骤

6.1 对照实验:将装好炭片的无泵型采样器带到采样现场,除不直接接触现场空气外,其余操作同样品,作为样品的空白对照。

6.2 样品处理:用镊子将炭片从采样器中取出,卷成卷,放入具塞比色管中,各加入 5.0 mL 二硫化碳,塞紧管塞,振摇后,放置 30 min,供分析。

6.3 标准曲线的绘制:于 4 个 10 mL 容量瓶中,分别加入一定量的标准溶液,将仪器调节至最佳操作条件,用二硫化碳稀释至刻度,配成 0.08,0.40,0.80 和 1.20 mg/mL 的标准系列。各取 1 μL 进样,每个浓度测定 3 次,取峰高(或峰面积)的平均值。以峰高(峰面积)的均值为纵坐标,二甲苯的含量(μg)为横坐标绘制标准曲线。

6.4 样品测定:在标准系列测定的相同条件下,分别抽取样品和空白对照的解吸液 1 μL 进样,并以测得的样品峰高(或峰面积)减去空白对照的峰高(峰面积)后,由标准曲线查得二甲苯的含量(μg)。

7 计算,见式(1)。

$$c = \frac{m}{k \cdot t} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——空气中二甲苯的时间加权平均浓度,mg/m³;

m ——炭片吸附二甲苯的量,mg;

k ——无泵型采样器的采样流量,mL/min,(使用 GJ-1 型无泵型采样器对二甲苯的采样流量为 58.61 mL/min);

t ——采样时间,s。

8 说明

8.1 本法的检出限为 0.40 mg/5 mL,最低检出浓度 120 mg/(m³·h),线性范围 120 mg/(m³·h)~5 200 mg/(m³·h)。

8.2 本法炭片上吸附二甲苯的量与配气柜中二甲苯浓度和采样时间的乘积(即 $N_t \propto c \times t$)的相关系数 r 值为 0.998 2。

8.3 本法的准确度用回收率(即 N_t 实测值/ N_t 理论值 $\times 100\%$)和总准确度表示,当配气柜中二甲苯浓度为 120 mg/(m³·h)~5 200 mg/(m³·h)时,本法回收率均值为 109.3% $\pm$ 22.7%,相对标准偏差为 20.77%,总准确度为 $\pm 24.14\%$ 。

8.4 当二甲苯为 0.5,1.0 和 2.0 倍 TWA 浓度水平时,本法平均解吸效率为 103.72% $\pm$ 5.44%,相对标准偏差为 5.24%。

8.5 采样后将炭片保存在原包装小塑料袋中,室温下可保存两周,两周内相对变化率小于 10%。

8.6 本法最大吸附容量至少为 18 mg。

8.7 作业场所环境中的温度、湿度、风速及可能存在的共存物不影响本法测定,但采样时,采样器不能正对风机或风扇。

中 华 人 民 共 和 国 卫 生
行 业 标 准
作业场所空气中二甲苯的无泵型采样
气相色谱测定方法
WS/T 153—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 415—51