ICS 13.040.30
C 52

中华人民共和国国家标准

GB/T 16089—1995

车间空气中氯乙烯的热解吸气相色谱测定方法(DNP)

Workplace air—Determination of vinyl chloride—Thermal desorption gas chromatographic method(DNP)

1996-01-23发布　　1996-07-01实施

国家技术监督局
中华人民共和国卫生部　发布

需要全本请访问 www.ertongbook.com

中华人民共和国国家标准

车间空气中氯乙烯的热解吸气相色谱测定方法(DNP)

GB/T 16089—1995

Workplace air—Determination of vinyl chloride —Thermal desorption gas chromatographic method(DNP)

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用邻苯二甲酸二壬酯柱气相色谱法分离测定车间空气中氯乙烯。

本标准适用于乙炔路线和乙烯路线合成氯乙烯的生产现场以及聚氯乙烯生产现场。

2 原理

用活性炭管采集空气中氯乙烯,热解吸后进样,经邻苯二甲酸二壬酯柱分离后,用氢焰离子化检测器检测,保留时间定性,峰高定量。

3 仪器

3.1 活性炭管:用长 250 mm,内径 3.5～4.0 mm,外径约 6 mm 的玻璃管,装入 100 mg 20～40 目椰子壳活性炭,两端用少量玻璃棉固定。在装管前应先将活性炭于 300～350℃通氮气处理 3～4 h。装管后再用氮气于相同温度下吹 2～3 min。装管前也可不处理,装管后用氮气于上述温度下吹 5～10 min。短时间内应用时两端套上塑料帽保存,长时间内应用时两端用火熔封保存。

3.2 采样泵,0～1 L/min。

3.3 注射器,100 mL,1 mL。

3.4 热解吸装置:热解吸装置主要由加热器、控温器、测温表及气体流量控制器等部分组成,控温范围为 100～350℃,解吸气体为氮气,流量控制范围为 50～100 mL/min。所用热解吸装置的结构应使活性炭管能方便地插入加热器中,并使通过管中气体先经预热,活性炭受热均匀。

3.5 气相色谱仪:氢焰离子化检测器。0.4 ng 氯乙烯给出的信噪比不低于 3∶1。

色谱柱:柱长 2 m,内径 4 mm,不锈钢柱。邻苯二甲酸二壬酯∶6201 担体=10∶100;

柱温:90℃(单独测氯乙烯时可用 60℃);

汽化室温度:室温;

检测室温度:150℃;

载气(氮气):40 mL/min。

4 试剂

4.1 氯乙烯。

4.2 邻苯二甲酸二壬酯,色谱固定液。

4.3 6201 担体,40～60 目。

国家技术监督局 1995-12-15 批准　　1996-07-01 实施

5 采样

在采样地点打开活性炭管，两端孔径至少为 2 mm，垂直放置，以 0.05～0.2 L/min 的速度抽取 1 L 空气。采样后将管的两端套上塑料帽，尽快分析。

6 分析步骤

6.1 对照试验

将活性炭管带至现场，随样品一起带回实验室，照样品分析，作为空白对照。

6.2 样品处理

把样品管进气口与 100 mL 注射器相联，放在热解吸装置上，用氮气以 50～60 mL/min 的速度于 200℃解吸，解吸体积为 100 mL。

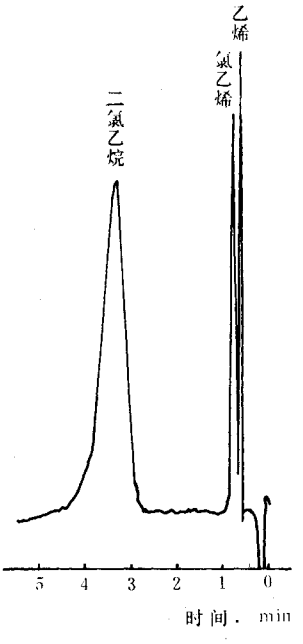
6.3 标准曲线绘制

用 1 mL 注射器取一定体积的氯乙烯纯气(在标准状况下，1 mL 氯乙烯气体质量为 2.79 mg)，注入 100 mL 注射器中，配成一定浓度的标准气体。取一定量氯乙烯标准气，稀释成 0.015，0.03，0.15，0.3 μg/mL的氯乙烯标准气体，取 1 mL 进样，测量保留时间及峰高，每个浓度重复 3 次，取峰高的平均值，以氯乙烯的含量对峰高作图，绘制标准曲线。

保留时间为定性指标。

6.4 测定

取 1 mL 解吸气进样，用保留时间定性，峰高定量。色谱图见下图。



氯乙烯色谱图

7 计算

7.1 按式(1)将样品的体积换算成标准状况下的体积。

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

式中：V_0——标准状况下样品体积，L；

V——样品体积，L；

t——温度，℃；

p——大气压力，kPa。

7.2 按式(2)计算空气中氯乙烯浓度。

$$X = \frac{C}{V_0} \times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：X——空气中氯乙烯浓度，mg/m³；

C——所取解吸气中氯乙烯含量，μg；

V_0——标准状况下采样体积，L。

8 说明

8.1 本法检出限为 4×10^{-4} μg(直接进 1 mL 解吸气样品)。

8.2 在相对湿度为 5%～85%范围下，用 28～280 mg/m³ 氯乙烯气体，0.5 L/min 速度对 100 mg 活性炭进行穿透试验，其平均穿透容量为 0.47 mg，表明氯乙烯吸附容量不大，因此用 100 mg 炭管采 30 min 为宜，长时间个体采样需用 500 mg 炭管。

8.3 在本方法的实验条件下，氯乙烯的解吸效率为 98.1%，氯乙烯含量在 0.015，0.3，3 μg/mL 时的变异系数分别 0.78%，2.1%，2.0%。

8.4 活性炭几乎吸附所有的有机蒸气，在采样后应防止污染。用塑料帽套紧管的两端，在室温下一般可保存 5 d，如需保存更长时间，建议冷藏保存。

8.5 在应用热解吸方法时，应首先试验被测有机化合物在该解吸温度下的解吸效率，解吸接近完全时方可使用。如解吸效率稍低，但结果尚稳定，在用标准气定量计算结果时，应予校正。

8.6 为了检查活性炭管是否污染，一般首批样品需分析 2～3 支空白管，空白管应和采样管一同带到现场，然后从现场带回作为空白分析。

附加说明：

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由北京市劳动卫生职业病防治研究所负责起草。

本标准主要起草人季永平、宋景平。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。

需要全本请访问 www.ertongbook.com

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车间空气中氯乙烯的
热解吸气相色谱测定方法(DNP)
GB/T 16089—1995
*
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
1996年10月第一版　1996年10月第一次印刷
印数 1—3 000
*
书号:155066·1-12946　定价 8.00 元
*
标 目 295—38

GB/T 16089-1995