

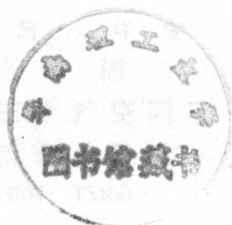


中华人民共和国国家标准

GB/T 17090—1997

车间空气中三氯乙烯的 气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of trichlorethylene
—Gas chromatographic method



1997-11-11 发布



C9811616

1998-12-01 实施

国家技术监督局
中华人民共和国卫生部

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车 间 空 气 中 三 氯 乙 烯 的
气 相 色 谱 测 定 方 法

GB/T 17090—1997

*

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 9 千字

1998年4月第一版 1998年4月第一次印刷

印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-14678 定价 6.00 元

*

标 目 332—56

GB/T 17090—1997

前 言

本标准是为劳动卫生标准配套的监测方法,用于检测车间空气中三氯乙烯的浓度。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 1998 年 12 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:陕西省卫生防疫站、河南省新乡市职业病研究所。

本标准主要起草人:徐方礼、季道华、赵文、张一敏、田国均。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院负责解释。



中华人民共和国国家标准

车间空气中三氯乙烯的气相色谱测定方法

GB/T 17090—1997

Workplace air—Determination of trichlorethylene
—Gas chromatographic method

第一篇 溶剂解吸法

1 范围

本方法规定了用 FFAP-6201 色谱柱分离,氢焰离子化检测器检测的溶剂解吸气相色谱法,测定车间空气中三氯乙烯浓度的方法。

本方法适用于生产和使用三氯乙烯的车间空气中三氯乙烯浓度的测定。

2 原理

空气中三氯乙烯用活性炭管采样后,用二硫化碳解吸,经 FFAP 色谱柱分离,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 活性炭采样管:在长 10 cm、内径 3.5~4.0 mm、外径 6 mm 的玻璃管中,分前后两段装入经 350℃ 温度中通氮气 4 h 处理的 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,熔封后套上塑料帽保存。

3.2 气体采样器:0~1.5 L/min。

3.3 微量注射器:5,1 μ L。

3.4 具塞比色管: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 mm,不锈钢柱;

FFAP: 6 201=10:100;

柱温:100℃;

气化室温度:160℃;

检测室温度:200℃;

载气(氮气):25 mL/min。

4 试剂

4.1 三氯乙烯,色谱纯。

4.2 二硫化碳,经色谱测定无或很小杂质峰,否则应提纯。

4.3 FFAP,色谱固定液。

4.4 6 201 担体,60~80 目。

5 采样

在采样地点用砂轮割开炭管两端,将出气口与采样器的进气口连接,以 0.5 L/min 的速度抽取 10 L 空气,采样后将炭管两端套上塑料帽,带回实验室分析。

6 分析步骤

6.1 对照实验:将活性炭管带到采样地点,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:将前后两段活性炭管分别倒入具塞比色管中,各加 1 mL 二硫化碳,塞紧管塞,振摇 1 min,放置 30 min 后分析。

6.3 标准曲线绘制:于 10 mL 容量瓶中,加入少量二硫化碳,称重,用微量注射器取适量三氯乙烯注入容量瓶中,经第二次称重后,加二硫化碳至刻度,配成一定浓度的三氯乙烯标准储备液。临用时用二硫化碳稀释成三氯乙烯含量分别为 150,300,600 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列。取 1 μL 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,以三氯乙烯含量(μg)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,测定样品和空白对照。抽取 6.2 处理后的样品解吸液各 1 μL 进样,以峰高定量,由标准曲线查得三氯乙烯的含量。

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 。

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

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 ——采样现场的大气压力, kPa;

t ——采样现场的气温, $^{\circ}\text{C}$ 。

7.2 按式(2)计算空气中三氯乙烯的浓度。

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

式中: X ——空气中三氯乙烯的浓度, mg/m^3 ;

C_1, C_2 ——分别为由标准曲线上查出的活性炭前段和后段解吸液中三氯乙烯的含量, μg ;

V_0 ——标准状况下的采样体积, L;

D ——二硫化碳对三氯乙烯的解吸效率, %。

8 说明

8.1 本方法检出限为 $1 \times 10^{-3} \mu\text{g}$ 。当三氯乙烯浓度为 0.15, 0.30, 0.60 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ 时,其变异系数分别为 3.67%、2.43%、1.78%。

8.2 空气中三氯乙烯浓度为 5.7~228.2 mg/m^3 时,采样效率为 100%。二硫化碳对三氯乙烯的解吸效率为 95%以上。

8.3 三氯乙烯在活性炭上比较稳定,室温(16~18 $^{\circ}\text{C}$)保存 10 天,其回收率在 90%以上。

第二篇 热解吸法

9 范围

本方法规定了热解吸 FFAP 柱气相色谱法测定车间空气中三氯乙烯浓度的方法。

本方法适用于生产和使用三氯乙烯的车间空气中三氯乙烯浓度的测定。

10 原理

用活性炭管采集空气中三氯乙烯,热解吸后进样,经 FFAP 柱分离后,用氢焰离子化检测器检测,以保留时间定性,峰高定量。

11 仪器

11.1 活性炭管:用长 120 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,两端用玻璃棉固定。装管后用氮气于 350℃ 温度下吹 5~10 min,套上塑料帽短时间内应用或熔封长期保存。

11.2 气体采样器:0~1 L/min。

11.3 注射器:1,5,100 mL。

11.4 微量注射器:5 μ L。

11.5 热解吸装置:由加热器、控温器、测温表及气体流量控制部分组成。控温范围 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,并使经过管中气体先经预热,活性炭受热均匀。

11.6 气相色谱仪:氢焰离子化检测器,1.7 ng 三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;

FFAP:101 AW 白色担体=10:100;

柱温:100℃;

气化室温度:120℃;

检测室温度:150℃;

载气(氮气):45 mL/min。

12 试剂

12.1 色谱固定液:聚乙二醇 20M-硝基对苯二甲酸(FFAP)。

12.2 上试 101 酸洗白色担体:60~80 目。

12.3 标准气体:用微量注射器准确抽取一定量的三氯乙烯($\rho_{20}=1.463$ mg/ μ L)注入 100 mL 注射器中,用清洁空气稀释至刻度配成一定浓度的标准气体,然后用清洁空气适当稀释配成 0.015,0.030,0.15 μ g/mL 的标准气体。

13 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 0.1 L/min 的流量抽取 1 L 空气,采样后将管的两端套上塑料帽于室温下存放,带回实验室分析。

14 分析步骤

14.1 对照试验:将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。

14.2 样品处理:把样品管进气端与 100 mL 注射器相联,放在热解吸装置中,用氮气以 60 mL/min 流

量于 300℃解吸,解吸体积为 100 mL。供测定用。

14.3 标准曲线的绘制:各取 1 mL 标准气体进样测定,三氯乙烯的浓度分别为 0.015, 0.03, 0.15 μg/mL。将仪器按测定条件调节到最佳状态,每个浓度测定 3 次,求峰高值的均值,以峰高值均值为纵坐标,三氯乙烯的浓度(μg/mL)为横坐标,绘制标准曲线。

14.4 测定:在标准曲线测定的同样条件下,测定样品和空白对照;以测得的样品峰高值减去空白对照峰高值后,由标准曲线查得三氯乙烯的浓度(μg/mL)。

15 计算

15.1 按式(3)将采样体积换算成标准状况下的体积 V_0 。

$$V_0 = V \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{p}{101.3} \dots\dots\dots (3)$$

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,℃。

15.2 按式(4)计算空气中三氯乙烯的浓度。

$$c_0 = \frac{c \times V}{V_0 \times D} \dots\dots\dots (4)$$

式中: c_0 ——空气中三氯乙烯的浓度,mg/m³;

c ——测得的三氯乙烯浓度,μg/mL;

V ——样品处理后所得样品气体的体积,mL;

D ——解吸效率,%;

V_0 ——换算成标准状况下的采样体积,L。

16 说明

16.1 本法的检出限为 1.7×10^{-3} μg(进 1 mL 解吸气样品);最低检出浓度为 1.7 mg/m³(采样体积为 1 L);线性范围 0.015~0.15 μg/mL;当浓度相当于 0.5、1、5 倍最高容许浓度时,其相对标准偏差分别为 4.8%、4.7%、3.4%。

16.2 本法的穿透容量为 42 mg,平均解吸效率为 94.0%。

16.3 活性炭管装填要紧密,否则会影响其采样体积和解吸效率。采样时应垂直放置避免炭管松动。采样后应尽快用塑料帽将管的两端套紧,防止污染。采样后于室温下保存 7 天,其损失率小于 10%。

16.4 当使用不同批号的活性炭时,应重新测定穿透容量和解吸效率。现场共存四氯乙烯、四氯化碳、三氯甲烷对测定不干扰。

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-14678

定价: 6.00 元

*

标 目 332—56