

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 157—1999

作业场所空气中氯苯的扩散法采样 溶剂解吸气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of chlorobenzene
—Charcoal diffusive sampler, solvent desorption
and 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氯苯的浓度。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:南京市卫生防疫站。

本标准主要起草人:肖上甲、陈敏、刘黛莉、季道华、李志华。

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

作业场所空气中氯苯的扩散法采样 溶剂解吸气相色谱测定方法

WS/T 157—1999

Workplace air—Determination of chlorobenzene
—Charcoal diffusive sampler, solvent desorption
and gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了作业场所空气中氯苯的扩散法采样溶剂解吸气相色谱测定法。

本标准适用于作业场所空气中氯苯的时间加权平均浓度(TWA)

2 原理

空气中的氯苯用无泵型采样器采集,二硫化碳解吸后进样,经聚乙二醇 6000 色谱柱分离后,用氢焰离子化检测器检测。以保留时间定性,峰高定量。

3 仪器

3.1 无泵型采样器:GJ-1 型个体剂量器或同类型采样器。

3.2 碳垫:与无泵型采样器配套,用前在 100~105℃下烘烤 30 min,干燥器中放冷后,装入密封装备用。

3.3 微量注射器: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。

色谱柱:柱长 2 m、内径 4 mm,不锈钢柱,内填聚乙二醇 6000:6201 红色担体(5:100);

柱温:115℃;

汽化室温度:200℃;

检测室温度:200℃;

载气(氮气)流量:25 mL/min。

4 试剂

4.1 二硫化碳:无影响测定的杂质峰。

4.2 氯苯:分析纯。

4.3 聚乙二醇 6000,色谱固定液。

4.4 6201 红色担体:60~80 目。

4.5 氯苯标准溶液:于 25 mL 容量瓶中,加入少量二硫化碳,称量。用微量注射器抽取适量的氯苯(于 20℃时,1 μ L 氯苯质量为 1.106 4 mg),注入容量瓶中,经第二次称量后,加二硫化碳至刻度,使配成氯苯标准贮备液。再稀释成 1 mg/mL 氯苯标准溶液。

5 采样

采样前,按无泵型采样器的使用说明准备好采样器,采样时将采样器佩戴在监测对象的衣领上(靠近呼吸带),或放于采样地点,记录采样时间。采样后按使用说明保存。在规定时间内分析完毕。

6 分析步骤

6.1 对照试验:将采样器带到采样点,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:取出碳垫,放在滤纸上折断后装入 10 mL 具塞比色管中,加 2 mL 二硫化碳解吸,密塞,不时振摇,放置 30 min。或按无泵型采样器使用说明进行处理。

6.3 标准曲线的绘制:取 3 个具塞比色管,用二硫化碳稀释标准溶液,配制成 100,500 和 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列。将仪器按操作条件调节到最佳状态,进样 1 μL 分别测定标准系列,每个浓度测定 3 次;求峰高的均值。以峰高的均值为纵坐标,氯苯的浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,绘制标准曲线。

6.4 测定:在标准系列测定的同样条件下,分别测定样品和空白对照;以测得的样品读数减去空白对照的读数后,由标准曲线查得氯苯的浓度($\mu\text{g/mL}$)。

7 计算

7.1 按式(1)计算空气中氯苯的浓度。

$$C = \frac{2 \times c}{u \times t} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: C ——空气中氯苯的浓度, mg/m^3 ;

c ——由标准曲线查得的碳垫解吸液中氯苯浓度, $\mu\text{g/mL}$;

u ——采样流量, mL/min ;

t ——采样时间, min ;

2——解吸液体积, mL 。

8 说明

8.1 本法的检出限为 $1.25 \times 10^{-1} \mu\text{g/mL}$ (进样 1 μL),最低检出浓度为 0.09 mg/m^3 (采样体积为 3.5 L,溶剂解吸体积为 2 mL);线性范围为 100~1 000 $\mu\text{g/mL}$;当氯苯的浓度为 100、500 和 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 时,本法的相对标准偏差分别为 6.3%、5.7%和 3.8%。

8.2 本法的响应时间为 6.69 s;采样流量为 59.16 mL/min ;平均回收率为 95%~99% (采样范围为浓度 3.9~1 600 mg/m^3 ,采样 6~8 h);吸附容量大于 5.7 mg (相对湿度在 80%以上);平均解吸效率为 91.3%。

8.3 与有泵型采样器进行对比试验,试验结果经 t 检验, $t=1.302$, $P>0.05$,两种采样方法无显著性差异。

8.4 样品在常温下可保存 15 天。

8.5 对二氯苯不干扰本法测定。