

ICS 13.100

C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.51—2007

代替 GBZ/T 160.51—2004

工作场所空气有毒物质测定 酚类化合物

Determination of phenols in the air of workplace

2007-06-13 发布

2007-11-30 实施



中华人民共和国卫生部 发布

前 言

根据《中华人民共和国职业病防治法》制定本标准。

本标准代替 GBZ/T 160.51—2004,自本标准实施之日起,GBZ/T 160.51—2004 同时废止。

本标准与 GBZ/T 160.51—2004 相比主要修改如下:

——增加了五氯酚及其钠盐的测定方法。

本标准由卫生部职业卫生标准专业委员会提出。

本标准由中华人民共和国卫生部批准。

本标准的主要起草单位和主要起草人:

——苯酚和甲酚的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位:福建省劳动卫生职业病研究所、广东省职业病防治院。

主要起草人:林雅珍、黄淑莲、叶能权。

——苯酚的 4-氨基安替比林分光光度法

主要起草单位:福建省劳动卫生职业病研究所。

主要起草人:林雅珍。

——间苯二酚的碳酸钠分光光度法

主要起草单位:广东省职业病防治院。

主要起草人:黄淑莲、叶能权。

—— β -萘酚和三硝基苯酚的高效液相色谱法

主要起草单位:广东省职业病防治院。

主要起草人:黄淑莲、叶能权。

——五氯酚及其钠盐的高效液相色谱测定方法

主要起草单位:中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所、辽宁省职业病防治院。

主要起草人:同慧芳、史立新。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

GB 11519—1989;

GB/T 16072—1995;

GB/T 16073—1995;

GB 16249—1996;

GB/T 17078—1997;

WS/T 145—1999;

GBZ/T 160.51—2004。

工作场所空气有毒物质测定

酚类化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中酚类化合物浓度的方法。

本标准适用于工作场所空气中酚类化合物(苯酚、甲酚、间苯二酚、*o*-萘酚、三硝基苯酚(苦味酸)和五氯酚及其钠盐)浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范。

3 苯酚和甲酚的溶剂解吸-气相色谱法

3.1 原理

空气中的苯酚和甲酚用硅胶管采集,解吸后进样,色谱柱分离,氢焰离子化检测器检测,以保留时间定性,峰高或峰面积定量。

3.2 仪器

3.2.1 硅胶管:溶剂解吸型,内装 200mg/100mg 硅胶。

3.2.2 空气采样器:流量 0mL/min~500mL/min。

3.2.3 溶剂解吸瓶:5mL。

3.2.4 微量注射器:10mL。

3.2.5 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。

仪器操作参考条件:

色谱柱 1:35m×0.22mm×5 μ m,FFAP;

柱温:70 $^{\circ}$ C,15min;升温速率 12 $^{\circ}$ C/min;190 $^{\circ}$ C,15min;

汽化室温度:220 $^{\circ}$ C;

检测室温度:300 $^{\circ}$ C;

载气(氮气)流量:7mL/min。

色谱柱 2:4m×4mm,对苯二(对辛氧基苯甲酸酯)(PBOB):磷酸:405担体=5:1:100;

[担体先涂 1%(V/V)磷酸(甲醇作溶剂);溶剂驱除后,再涂 5%PBOB(二氯甲烷作溶剂),于 150 $^{\circ}$ C 老化。]

柱温:114 $^{\circ}$ C(开机后先在 140 $^{\circ}$ C 恒温 1h 后再降至 114 $^{\circ}$ C);

汽化室温度:150 $^{\circ}$ C;

检测室温度:150 $^{\circ}$ C;

载气(氮气)流量:16mL/min。

3.3 试剂

3.3.1 解吸液:丙酮(用于毛细管柱),色谱纯;乙醚(用于 PBOB 柱),色谱纯。

3.3.2 PBOB;色谱固定相。

GBZ/T 160.51—2007

3.3.3 磷酸:优级纯, $\rho_{25} = 1.68\text{g/mL}$ 。

3.3.4 405担体:色谱担体,80目~100目,硅烷化。

3.3.5 标准溶液:准确称取一定量的苯酚或甲酚(色谱纯),溶于解吸液中,定量转移入25mL容量瓶中,加解吸液至刻度,计算出浓度,为标准贮备液。临用前,再稀释成1.0mg/mL苯酚和甲酚标准溶液;或用国家认可的标准溶液配制。

3.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照GBZ 159执行。

3.4.1 短时间采样:在采样点,打开硅胶管两端,以300mL/min流量采集15min空气样品。

3.4.2 长时间采样:在采样点,打开硅胶管两端,以50mL/min流速采集1h~4h空气样品。

3.4.3 个体采样:打开硅胶管两端,佩戴在采样对象的前胸上部,进气口尽量接近呼吸带,以50mL/min流量采集1h~4h空气样品。

3.4.4 样品空白:将硅胶管带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,立即封闭硅胶管两端,置清洁容器内运输和保存。在室温下至少可保存10d。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品处理:将采过样的前后段硅胶分别倒入溶剂解吸瓶中,各加入1.0mL解吸液,封闭后,振摇1min,解吸30min。摇匀,解吸液供测定。若浓度超过测定范围,用解吸液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 标准曲线的绘制:用丙酮稀释标准溶液成0.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 、30.0 $\mu\text{g/mL}$ 、40.0 $\mu\text{g/mL}$ 和50.0 $\mu\text{g/mL}$ 苯酚和甲酚标准系列,或用乙醚稀释成0 $\mu\text{g/mL}$ 、100 $\mu\text{g/mL}$ 、200 $\mu\text{g/mL}$ 、400 $\mu\text{g/mL}$ 苯酚或甲酚标准系列。参照仪器操作条件,将气相色谱仪调节至最佳测定状态,分别进样1.0mL,测定各标准系列。每个浓度重复测定3次。以测得的峰高或峰面积均值对苯酚或甲酚浓度($\mu\text{g/mL}$)绘制标准曲线。

3.5.3 样品测定:用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白解吸液,测得的峰高或峰面积值后,由标准曲线得苯酚或甲酚的浓度($\mu\text{g/mL}$)。

3.6 计算

3.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积:

$$V_0 = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{p}{101.3} \quad (1)$$

式中:

V_0 ——标准采样体积数值,单位为升(L);

V ——采样体积数值,单位为升(L);

t ——采样点的气温数值,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);

p ——采样点的大气压数值,单位为千帕(kPa)。

3.6.2 按式(2)计算空气中苯酚或甲酚的浓度:

$$c = \frac{(c_1 + c_2)V}{V_0 \cdot D} \quad (2)$$

式中:

c ——空气中苯酚或甲酚的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

c_1, c_2 ——测得前后段硅胶解吸液中苯酚或甲酚的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——解吸液的总体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——标准采样体积数值,单位为升(L);

D ——解吸效率,单位为%。

3.6.3 时间加权平均接触浓度按GBZ 159规定计算。

3.7 说明

3.7.1 本法的检出限:毛细管柱法为1 $\mu\text{g/mL}$,PBOB柱法为10 $\mu\text{g/mL}$;最低检出浓度:毛细管柱法为

0.22mg/m³, PBOB 柱法为 2.2mg/m³ (以采集 4.5L 空气样品计)。测定范围: 毛细管柱法为 1μg/mL~50μg/mL, PBOB 柱法 10μg/mL~400μg/mL。相对标准偏差: 毛细管柱法为 2.3%~2.6%, PBOB 柱法为 5.0%~7.7%。每批硅胶管必须测定其解吸效率。

3.7.2 200mg 硅胶的穿透容量>9mg。本法的解吸效率: 苯酚>90%, 甲酚为 76%~86%。

3.7.3 本法可以使用同类型的毛细管色谱柱进行测定。

3.7.4 样品解吸测定方法: 先将溶剂解吸型吸附剂管的前段倒入解吸瓶中解吸并测定, 如果测定结果显示未超出吸附剂的穿透容量时, 后段可以不用解吸和测定; 当测定结果显示超出吸附剂的穿透容量时, 再将后段吸附剂解吸并测定。

4 苯酚的 4-氨基安替比林分光光度法

4.1 原理

空气中的苯酚用碳酸钠溶液采集, 在氧化剂存在下, 与 4-氨基安替比林反应, 生成红色, 比色定量。

4.2 仪器

4.2.1 大型气泡吸收管。

4.2.2 空气采样器: 流量 0mL/min~500mL/min。

4.2.3 具塞比色管: 10mL。

4.2.4 分光光度计。

4.3 试剂

实验用水为蒸馏水。

4.3.1 吸收液: 0.2g/L 的碳酸钠溶液。

4.3.2 4-氨基安替比林溶液: 10g/L, 于 4℃ 冰箱保存可使用 2 周。

4.3.3 铁氰化钾 [K₃Fe(CN)₆] 溶液: 10g/L。

4.3.4 标准溶液: 准确称取 0.5000g 苯酚 (色谱纯), 溶于水, 定量转移入 500mL 容量瓶中, 加水至刻度, 此溶液为 1.0mg/mL 标准贮备液。临用前, 用吸收液稀释成 25.0μg/mL 标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

4.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

4.4.1 样品采集: 在采样点, 将一只装有 10.0mL 吸收液的大型气泡吸收管, 以 500mL/min 流量采集 15min 空气样品。

4.4.2 样品空白: 将装有吸收液的大型气泡吸收管带至采样点, 除不连接采样器采集空气样品外, 其余操作同样品。

采样后, 立即封闭吸收管的进出气口, 置清洁容器内运输和保存。尽快测定。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理: 用采过样的吸收液洗涤进气管内壁 3 次, 摇匀后, 取 5.0mL 样品溶液置于具塞比色管中, 供测定。若浓度超过测定范围, 用吸收液稀释后测定, 计算时乘以稀释倍数。

4.5.2 标准曲线的绘制: 取 6 只具塞比色管, 分别加入 0.0mL、0.10mL、0.30mL、0.50mL、0.80mL 和 1.00mL 标准溶液, 各加吸收液至 5.0mL, 配成 0.0μg/mL、0.50μg/mL、1.50μg/mL、2.50μg/mL、4.00μg/mL 和 5.00μg/mL 标准系列。向各标准管加入 0.05mL 4-氨基安替比林溶液和 0.1mL 铁氰化钾溶液, 摇匀, 放置 15min, 于 500nm 波长下测量吸光度, 每个浓度重复测定 3 次, 以吸光度均值对苯酚浓度 (μg/mL) 绘制标准曲线。

4.5.3 样品测定: 用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白, 测得的吸光度值后, 由标准曲线得苯酚的浓度 (μg/mL)。

4.6 计算

GBZ/T 160.51—2007

4.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

4.6.2 按式(3)计算空气中苯酚的浓度。

$$C = \frac{10c}{V_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

C ——空气中苯酚的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

c ——测得样品溶液中苯酚的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

10——吸收液的总体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——标准采样体积数值,单位为升(L)。

4.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

4.7 说明

4.7.1 本法的检出限为 $0.1\mu\text{g}/\text{mL}$;最低检出浓度为 $0.13\text{mg}/\text{m}^3$ (以采集 7.5L 空气样品计)。测定范围为 $0.1\mu\text{g}/\text{mL} \sim 25\mu\text{g}/\text{mL}$ 。相对标准偏差为 $1.1\% \sim 2.6\%$ 。

4.7.2 本法的采样效率 $>95\%$ 。

4.7.3 本法反应溶液的最适 pH 为 10 左右,生成的红色可稳定 4h。加铁氰化钾溶液后,因溶液中有过量的铁氰化钾,故溶液带黄色,放置 $15\text{min} \sim 20\text{min}$ 后,黄色可褪去。

4.7.4 本法不是特殊反应,酚类化合物(除对位有取代基外)有相同反应。反应溶液中甲醛含量 $<1\text{mg}$ 时不干扰测定。

5 间苯二酚的碳酸钠分光光度法

5.1 原理

空气中的间苯二酚用水采集,与碳酸钠反应生成黄色化合物,比色定量。

5.2 仪器

5.2.1 多孔玻板吸收管。

5.2.2 空气采样器:流量 $0\text{mL}/\text{min} \sim 500\text{mL}/\text{min}$ 。

5.2.3 具塞比色管: 10mL 。

5.2.4 分光光度计: 440nm 。

5.3 试剂

实验用水为蒸馏水。

5.3.1 吸收液:水。

5.3.2 碳酸钠溶液: $5\text{g}/\text{L}$ 。

5.3.3 标准溶液:准确称取 0.1000g 间苯二酚(色谱纯),溶于水,定量转移入 100mL 容量瓶中,加水至刻度,此溶液为 $1.0\text{mg}/\text{mL}$ 间苯二酚标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

5.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

5.4.1 样品采集:在采样点,将一只装有 10.0mL 吸收液的多孔玻板吸收管,以 $500\text{mL}/\text{min}$ 流量采集 15min 空气样品。

5.4.2 样品空白:将装有吸收液的多孔玻板吸收管带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,立即封闭吸收管的进出气口,置清洁容器内运输和保存。尽快测定。

5.5 分析步骤

5.5.1 样品处理:用采样后的吸收液洗涤进气管内壁 3 次,摇匀后,取 5.0mL 样品溶液置于具塞比色管中,供测定。若浓度超过测定范围,用水稀释后测定,计算时乘稀释倍数。

5.5.2 标准曲线的绘制:取 7 只具塞比色管,分别加入 0.0mL 、 0.050mL 、 0.15mL 、 0.20mL 、 0.25mL 、

0.30mL 标准溶液,各加吸收液至 5.0mL,配成 0 μ g/mL、10 μ g/mL、20 μ g/mL、30 μ g/mL、40 μ g/mL、50 μ g/mL、60 μ g/mL 标准系列。向各标准管加入 5mL 碳酸钠溶液,摇匀,于沸水浴中加热 15min,冷却后,加水至 10mL,于 440nm 波长下测量吸光度,每个浓度重复测定 3 次,以吸光度均值对间苯二酚浓度 (μ g/mL) 绘制标准曲线。

5.5.3 样品测定:用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白,测得的吸光度值后,由标准曲线得间苯二酚的浓度 (μ g/mL)。

5.6 计算

5.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

5.6.2 按式(4)计算空气中苯二酚的浓度。

$$C = \frac{10c}{V_0} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

C—空气中苯二酚的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

c—测得样品溶液中苯二酚的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

10—吸收液的总体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 —标准采样体积数值,单位为升(L)。

5.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

5.7 说明

5.7.1 本法的检出限为 5 μ g/mL;最低检出浓度为 6.7 mg/m^3 (以采集 7.5L 空气样品计)。测定范围为 5 μ g/mL~60 μ g/mL。相对标准偏差为 1.0%~5.1%。

5.7.2 本法的采样效率为 100%。

5.7.3 本法反应溶液应为中性,否则测定结果会偏低。

6 β -萘酚和三硝基苯酚的高效液相色谱法

6.1 原理

空气中的 β -萘酚和三硝基苯酚用微孔滤膜采集,洗脱后进样,经色谱柱分离,紫外检测器检测,以保留时间定性,峰高或峰面积定量。

6.2 仪器

6.2.1 微孔滤膜:孔径 0.8 μm 。

6.2.2 采样夹:滤料直径 40mm。

6.2.3 小型塑料采样夹:滤料直径 25mm。

6.2.4 空气采样器:流量 0L/min~3L/min 和 0L/min~10L/min。

6.2.5 具塞刻度试管:5mL。

6.2.6 微量注射器:25 μL ,10 μL 。

6.2.7 高效液相色谱仪,紫外检测器:

仪器操作参考条件:

色谱柱:20cm \times 4.6mm,ODS;

流动相:甲醇:水=95:5(用于 β -萘酚);甲醇:水=70:30(用于三硝基苯酚);

流量:1mL/min;

波长:254nm。

6.3 试剂

实验用水为重蒸馏水,试剂为色谱纯。

6.3.1 洗脱液:甲醇(用于 β -萘酚),70%(V/V)甲醇溶液(用于三硝基苯酚)。

6.3.2 标准溶液:准确称取 0.0500g β -萘酚或三硝基苯酚,溶于洗脱液,定量转移入 100mL 容量瓶中,

GBZ/T 160.51—2007

加洗脱液至刻度,此溶液为 0.50mg/mL β -萘酚或三硝基苯酚标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

6.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.4.1 短时间采样:在采样点,将装有微孔滤膜的采样夹,以 5L/min 流量采集 15min 空气样品。

6.4.2 长时间采样:在采样点,将装有微孔滤膜的小型塑料采样夹,以 1L/min 流量采集 2h~8h 空气样品。

6.4.3 个体采样:在采样点,将装有微孔滤膜的小型塑料采样夹,佩戴在采样对象的前胸上部,以 1L/min 流量采集 2h~8h 空气样品。

6.4.4 样品空白:将装有微孔滤膜的采样夹带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,将滤料的接尘面朝里对折 2 次,置清洁容器内运输和保存。室温下可保存 7d。

6.5 分析步骤

6.5.1 样品处理:将采过样的滤料放入具塞刻度试管中,加入 5.0mL 洗脱液,洗脱 30min。洗脱液供测定。若浓度超过测定范围,用洗脱液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

6.5.2 标准曲线的绘制:用洗脱液分别稀释标准溶液成 0.0 μ g/mL、1.0 μ g/mL、3.0 μ g/mL、5.0 μ g/mL、7.0 μ g/mL 和 10.0 μ g/mL β -萘酚标准系列,0.0 μ g/mL、2.0 μ g/mL、4.0 μ g/mL、8.0 μ g/mL 和 20 μ g/mL 三硝基苯酚标准系列。参照仪器操作条件,将高效液相色谱仪调节至最佳测定状态,分别进样 20.0 μ L (用于 β -萘酚)或 5 μ L (用于三硝基苯酚),测定各标准系列。每个浓度重复测定 3 次。以测得的峰高或峰面积均值分别对 β -萘酚或三硝基苯酚浓度(μ g/mL)绘制标准曲线。

6.5.3 样品测定:用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白洗脱液,测得的峰高或峰面积值后由标准曲线得 β -萘酚或三硝基苯酚的浓度(μ g/mL)。

6.6 计算

6.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

6.6.2 按式(5)计算空气中 β -萘酚或三硝基苯酚的浓度。

$$C = \frac{c \cdot V}{V_0} \quad (5)$$

式中:

C —空气中 β -萘酚或三硝基苯酚的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

c —测得洗脱液中 β -萘酚或三硝基苯酚的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

5 —解吸液的总体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 —标准采样体积数值,单位为升(L)。

6.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

6.7 说明

6.7.1 本法的检出限: β -萘酚为 0.03 μ g/mL,三硝基苯酚为 0.06 μ g/mL;最低检出浓度: β -萘酚为 0.002 mg/m^3 ,三硝基苯酚为 0.004 mg/m^3 (以采集 75L 空气样品计)。测定范围: β -萘酚为 0.03 μ g/mL~10 μ g/mL,三硝基苯酚为 0.06 μ g/mL~20 μ g/mL。相对标准偏差: β -萘酚为 1.6%~5.0%;三硝基苯酚为 0.8%~3.4%。

6.7.2 本法的平均采样效率: β -萘酚为 95.9%,三硝基苯酚为 97.5%。平均洗脱效率: β -萘酚为 98.3%,三硝基苯酚为 97.9%。

6.7.3 本法不受萘、间苯二酚、邻苯二甲酸酐的干扰。

7 五氟酚及其钠盐的高效液相色谱测定方法

7.1 原理

空气中五氯酚和五氯酚钠用微孔滤膜与乙二醇吸收液串联采样,经 C18 色谱柱分离,紫外检测器检测,以保留时间定性,峰高或峰面积定量。

7.2 仪器

- 7.2.1 大型气泡吸收管。
- 7.2.2 微孔滤膜:孔径 $0.8\mu\text{m}$ 。
- 7.2.3 小型塑料采样夹:滤膜直径 25mm。
- 7.2.4 空气采样器:流量 $0\text{L}/\text{min}\sim 1.5\text{L}/\text{min}$ 。
- 7.2.5 具塞试管:10mL。
- 7.2.6 高效液相色谱仪,紫外检测器:

仪器操作参考条件:

色谱柱:4.6mm \times 250mm,5 μm ,C18;

柱温:室温;

流动相:乙腈:0.01mol/L 磷酸溶液=80:20;

流速:1.5mL/min;

波长:300nm。

7.3 试剂

- 7.3.1 吸收液:乙二醇,色谱纯;
- 7.3.2 甲醇:色谱纯;
- 7.3.3 乙腈:色谱鉴定无干扰杂峰;
- 7.3.4 磷酸(优级纯)溶液:0.01mol/L;
- 7.3.5 标准溶液:准确称取 50mg 五氯酚(优级纯),溶于流动相中,并定容至 10.0mL,为 5.0mg/mL 标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

7.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

- 7.4.1 短时间采样:在采样点,将小型塑料采样夹(在前)和大型气泡吸收管(内装 5.0mL 吸收液,在后)串联,以 1L/min 流量采集 15min 空气样品。
- 7.4.2 长时间采样:在采样点,将小型塑料采样夹(在前)和大型气泡吸收管(内装 5.0mL 吸收液,在后)串联,以 $0.5\text{L}/\text{min}\sim 1.0\text{L}/\text{min}$ 流量采集 2h~8h 空气样品。
- 7.4.3 样品空白:将小型塑料采样夹和大型气泡吸收管(内装 5.0mL 吸收液)带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,立即将微孔滤膜放入大型气泡吸收管的乙二醇中,密封进出气口,置于清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存 8d。

7.5 分析步骤

- 7.5.1 样品处理:将采样后的吸收液摇匀,吸收液定量转移至具塞试管中,用甲醇洗涤吸收管及微孔滤膜,并定容至 10.0mL,摇匀,供测定。
- 7.5.2 标准曲线的绘制:用流动相稀释五氯酚标准溶液成 0.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、20.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 40.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准系列。参照仪器操作条件,将高效液相色谱仪调节至最佳测定状态,进样 10.0 μL ,分别测定标准系列,每个浓度重复测定 3 次。以测得的峰高或峰面积均值分别对五氯酚浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)绘制标准曲线。
- 7.5.3 样品测定:用测定标准系列的相同操作条件,测定样品和样品空白吸收液;测得的峰高或峰面积值后,由标准曲线得五氯酚的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

7.6 计算

- 7.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

GBZ/T 160.51—2007

7.6.2 按式(6)计算空气中五氯酚的浓度。

$$C = \frac{10c}{V_0} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- C——空气中五氯酚的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);
- c——测得吸收液中五氯酚的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V_0 ——标准采样体积数值,单位为升(L)。

7.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算

7.7 说明

- 7.7.1 本法的检出限为 $0.04\mu\text{g}/\text{mL}$;最低检出浓度为 $0.03\text{mg}/\text{m}^3$ (以采集 15L 空气样品计)。测定范围为 $0.04\mu\text{g}/\text{mL} \sim 40.0\mu\text{g}/\text{mL}$;当样品浓度分别为 $3.0\mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $20.0\mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $40.0\mu\text{g}/\text{mL}$ 时,相对标准偏差分别为 3.2%、1.0%、0.1%。
- 7.7.2 本法的采样效率 $\geq 97\%$ 。
- 7.7.3 现场空气中可能共存的六六六、3-氯酚等化合物不干扰测定。
- 7.7.4 色谱分离参考图见图 1。

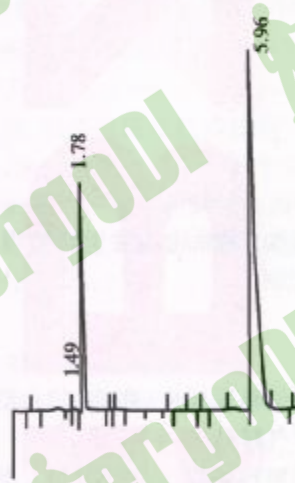


图 1 色谱分离图
五氯酚的出峰时间为 5.96min