

中华人民共和国卫生行业标准

作业场所空气中联苯-苯醚的溶剂
解吸气相色谱测定方法

WS/T 134—1999

Workplace air—Determination of biphenyl-phenyl ether
—Solvent desorption gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了作业场所空气中联苯-苯醚浓度的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联苯-苯醚浓度测定。

2 原理

空气中联苯-苯醚用活性炭管采样后,用二硫化碳溶液解吸,经 FFAP 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 溶剂解吸型活性炭管:在长 80 mm,内径 3.5~4.0 mm 的玻璃管中,分前后两段装入 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,套上塑料帽或熔封后保存。在装管前,应先将活性炭于 300~350℃ 通氮气处理 4 h。

3.2 空气采样器:流量 0~1 L/min。

3.3 微量注射器:100 μ L, 10 μ L, 1 μ L。

3.4 具塞试管: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 3~4 mm,不锈钢柱。

FFAP:Chromosorb W AW=10:100;

柱温:210℃;

汽化室温度:270℃;

检测室温度:270℃;

载气(氮气):45 mL/min。

4 试剂

4.1 联苯-苯醚,苯醚:73.5%,联苯:26.5%。

4.2 解吸液:二硫化碳,分析纯,经处理后重蒸。

4.3 FFAP:色谱固定液。

4.4 Chromosorb W AW 担体:60~80 目。

4.5 联苯-苯醚标准溶液:取少量二硫化碳加于 10 mL 容量瓶中,密塞,称量,再加入少量联苯-苯醚,密塞,再称量,两次称量差即为联苯-苯醚加入量。加二硫化碳至刻度,配成一定浓度的贮备液。临用前取一

WS/T 134—1999

定量贮备液用二硫化碳稀释成浓度分别为 0, 7.4, 14.8, 29.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液。

5 采样

在采样现场打开活性炭管, 50 mg 端接采样器并垂直放置, 以 0.2 L/min 的流量抽取 2 L 空气。采样后将管的两端套上塑料帽, 5 天内分析。

6 分析步骤

6.1 对照试验: 将未采过样的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。

6.2 样品处理: 将溶剂解吸型活性炭管中的两段活性炭分别倒入具塞试管中, 加 1 mL 解吸液, 密塞, 不时振摇, 解吸 1 h。

6.3 标准曲线的绘制: 将仪器调节到测量条件, 各取 1.0 μL 标准溶液进样, 测量保留时间及峰高。每种浓度重复 3 次, 取峰高的平均值。以联苯-苯醚的浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) 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, 取 1 μL 样品和空白对照的解吸液进样, 用保留时间定性, 峰高定量。以测得样品的峰高减去空白对照的峰高, 从标准曲线上查出联苯-苯醚的浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

7 计算

7.1 按式(1)将采样体积换算成标准状况下的体积。

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

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 ——采样场所的大气压力, kPa;

t ——采样场所的气温, $^{\circ}\text{C}$ 。

7.2 按式(2)计算空气中联苯-苯醚的浓度。

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

式中: C ——空气中联苯-苯醚的浓度, mg/m^3 ;

C_1, C_2 ——分别为从标准曲线上查出的炭管前、后段中联苯-苯醚的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V ——解吸液的总体积, mL;

V_0 ——同式(1)解释。

8 说明

8.1 本法的检出限为 $1.2 \times 10^{-3} \mu\text{g}/\mu\text{L}$ (进样 1 μL 液体样品); 最低检出浓度为 $0.6 \text{ mg}/\text{m}^3$ (采 2 L 空气)。线性范围为 $7.4 \sim 29.6 \text{ mg}/\text{m}^3$; 当联苯-苯醚浓度为 7.4, 14.8, 29.6 mg/m^3 时, 相对标准偏差分别 6.3%, 4.2%, 3.5%。

8.2 活性炭管对联苯-苯醚的采样效率接近 100%。100 mg 活性炭对联苯-苯醚的穿透容量为 12.6 mg。解吸效率平均为 92.4%。

8.3 采样后将活性炭管两端套上塑料帽, 于室温下保存, 可稳定 5 天。为保存更长时间, 可将采样管两端熔封或低温冷藏。

为避免活性炭吸附其他有机蒸汽, 最好存放于密闭容器中。

8.4 现场湿度过大, 以致在活性炭管中形成雾滴时, 将严重影响采样的可靠性。此时应连接适宜的干燥

管以降低湿度。

8.5 采样现场共存己二酸等保留时间与联苯-苯醚相近的物质时干扰测定。此时应通过变更色谱条件来排除。
