

中华人民共和国国家标准

车间空气中苯乙烯的 热解吸气相色谱测定方法

GB/T 16054—1995

Workplace air—Determination of styrene
—Thermal desorption gas chromatographic method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用聚乙二醇 6 000 柱气相色谱法分离测定车间空气中苯乙烯。
本标准适用于测定生产和使用苯乙烯的车间空气中苯乙烯的浓度。

2 原理

空气中的苯乙烯吸附于活性炭管中,热解吸后进样,经聚乙二醇 6 000 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 活性炭管:用长 150 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,此管可供短时间内应用。也可装入长 250 mm,内径同上的玻璃管熔封,此管可长期保存应用。在装管前应先将活性炭于 300~350℃ 通氮气处理 3~4 h。也可装管前不处理,装管后用氮气于上述温度下吹 5~10 min,供短时间应用或熔封保存。

3.2 采样泵:0~1 L/min。

3.3 注射器:100 mL,1 mL。

3.4 微量注射器:10 μ L,1 μ L。

3.5 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。

3.6 气相色谱仪,氢焰离子化检测器,5 ng 的苯乙烯给出的信噪比至少为 3:1。

色谱柱:柱长 2 m,内径 4 mm,不锈钢柱。

聚乙二醇 6 000:6201 担体=5:100

柱温:90℃

汽化室温度:150℃。

检测室温度:120℃。

载气(氮气):69 mL/min。

4 试剂

4.1 苯乙烯,色谱纯。

4.2 聚乙二醇 6 000,色谱固定液。

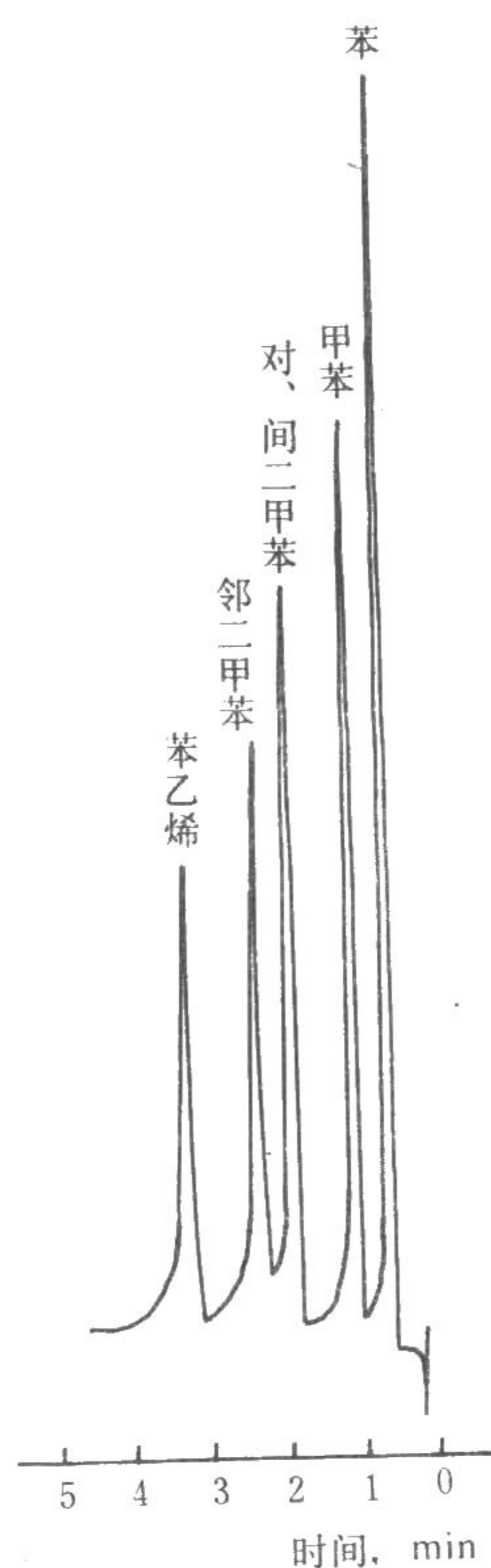
4.3 6201 担体,60~80 目。

5 采样

在采样地点打开活性炭管,两端孔径至少为 2 mm,以 0.2 L/min 抽取 1 L 空气,采样完后,将管两端套上塑料帽,带回实验室尽快分析。

6 分析步骤

- 6.1 对照试验:同采样,将炭管带至现场,但不抽取空气,照样品分析作为空白对照。
- 6.2 样品处理:把样品管与 100 mL 注射器相联,置于热解吸装置上,用氮气以 50 mL/min 的速度于 300~350℃解吸。解吸体积为 100 mL。
- 6.3 标准曲线的绘制:用微量注射器准确量取一定量的苯乙烯(于 20℃时,1 μL 的苯乙烯质量为 0.906 3 mg),注入 100 mL 注射器中,配成一定浓度的标准气体。取一定量的苯乙烯标准气体,用空气稀释成 0.02,0.05,0.1,0.2,0.4 μg/mL 苯乙烯标准气体,分别取 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,以苯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 样品分析:取热解吸的气样,进样 1 mL,以保留时间定性,峰高定量。苯乙烯色谱图见下图。



苯乙烯色谱图

7 计算

7.1 按式(1)将样品体积换算成标准状况下的体积:

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

式中: V_0 ——标准状况下的样品体积,L;
 V ——样品体积,L;

t ——温度,℃;

p ——大气压力,kPa。

7.2 按式(2)计算苯乙烯的浓度:

$$X = \frac{C}{V_0 D} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: X ——空气中苯乙烯的浓度,mg/m³;

C ——所取解吸气中苯乙烯的含量,μg;

D ——苯乙烯的解吸效率,%;

V_0 ——换算成标准状况的样品体积,L。

8 说明

8.1 本法的检测限为 5×10^{-3} μg(直接进样 1 mL 空气样品),5 ng 的苯乙烯的响应信号应大于 3 倍基线噪音。在本法的实验条件下测定范围为 0.005~0.5 μg/mL;用大注射器配制 20,400 mg/m³ 的标准气,测定的变异系数分别为 6.2%和 3.0%。

8.2 注射器配制的苯乙烯标准气要在短时间内应用;保存时,可将注射器口套上小橡皮帽垂直放置,使气体处于受微压状态,防止外界空气流入,配标准气用的注射器应选择不漏气的。

8.3 任何化合物在本法所述的条件下,与苯乙烯的保留时间相同,现场又可能存在时,都是干扰物,此时必须改变色谱条件(色谱柱、温度等)以消除干扰物对苯乙烯的影响。

8.4 苯乙烯适宜的热解吸温度为 300~350℃,在本实验的条件下,苯乙烯的浓度为 20,40,400 mg/m³ 时,平均解吸效率为 80.1%,86.4%,89.4%,由于解吸效率偏低,故计算结果时应用解吸效率进行校正。

附加说明:

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由广东省职业病防治院负责起草。

本标准主要起草人叶能权、陆展荣、陈莉萍。

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。