

ICS 13.100

C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.42—2007

代替 GBZ/T 160.42—2004

工作场所空气有毒物质测定 芳香烃类化合物

Determination of aromatic hydrocarbons 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/T160.42—2004,自本标准实施之日起,GBZ/T160.42—2004 同时废止。

本标准与 GBZ/T160.42—2004 相比主要修改如下:

——增加了对-特丁基甲苯、二乙烯基苯的测定方法。

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、甲苯、二甲苯、乙苯和苯乙烯的溶剂解吸-气相色谱法

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

主要起草人:严怀曾、徐以盛、叶能权、陆展荣、杨秀珍、黄雪祥。

——苯、甲苯、二甲苯、乙苯和苯乙烯的热解吸-气相色谱法

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

主要起草人:严怀曾、徐以盛、叶能权、陆展荣、杨秀珍、黄雪祥。

——苯、甲苯和二甲苯的无泵型采样-气相色谱法

主要起草单位:天津市疾病预防控制中心。

主要起草人:刘黛莉、李志华。

——对-特丁基甲苯的溶剂解吸-气相色谱测定方法

主要起草单位:深圳市疾病预防控制中心。

主要起草人:仲岳桐、陈卫、刘小立。

——二乙烯基苯的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位:山东省职业卫生与职业病防治研究院。

主要起草人:王晓云、宋利群。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

GB/T 16044、GB/T 16045、GB/T 16047、GB/T 16048、GB/T 16050、GB/T 16051、GB/T 16053、GB/T 16054、GB/T 16182 于 1995 年首次发布;

WS/T 151~WS/T 153 于 1999 年首次发布;

GBZ/T 160.42—2002 第一次修订,本次是第二次修订。

工作场所空气有毒物质测定 芳香烃类化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中芳香烃类化合物浓度的方法。

本标准适用于工作场所空气中芳香烃类化合物(苯、甲苯、二甲苯、乙苯、苯乙烯、对-特丁基甲苯、二乙烯基苯)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、甲苯、二甲苯、乙苯和苯乙烯的溶剂解吸-气相色谱法

3.1 原理

空气中的苯、甲苯、二甲苯、乙苯和苯乙烯用活性炭管采集,二硫化碳解吸后进样,经色谱柱分离,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 活性炭管:溶剂解吸型,内装 100mg/50mg 活性炭。

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:10 μ L。

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 1:2m \times 4mm,PEG 6000(或 FFAP):6201 红色担体=5:100;

色 谱 柱 2:2m \times 4mm,邻苯二甲酸二壬酯(DNP):有机皂土-34:Shimalite 担体=5:5:100;

色 谱 柱 3:30m \times 0.53mm \times 0.2 μ m,FFAP;

柱 温:80 $^{\circ}$ C;

汽化室温度:150 $^{\circ}$ C;

检测室温度:150 $^{\circ}$ C;

载气(氮气)流量:40mL/min。

3.3 试剂

3.3.1 二硫化碳,色谱鉴定无干扰杂峰。

3.3.2 PEG6000、FFAP、DNP 和有机皂土-34,均为色谱固定液。

3.3.3 6201 红色担体和 Shimalite 担体,60 目~80 目。

3.3.4 标准溶液:加约 5mL 二硫化碳于 10mL 容量瓶中,用微量注射器准确加入 10mL 苯、甲苯、二甲苯、乙苯或苯乙烯(色谱纯;在 20 $^{\circ}$ C,1mL 苯、甲苯、邻二甲苯、间二甲苯、对二甲苯、乙苯和苯乙烯分别为 0.8787mg、0.8669mg、0.8802mg、0.8642mg、0.8611mg、0.8670mg、0.9060mg),用二硫化碳稀释至刻度,为标准溶液。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,打开活性炭管两端,以 100mL/min 流量采集 15min 空气样品。
- 3.4.2 长时间采样:在采样点,打开活性炭管两端,以 50mL/min 流量采集 2h~8h 空气样品。
- 3.4.3 个体采样:在采样点,打开活性炭管两端,佩戴在采样对象的前胸上部,尽量接近呼吸带,以 50mL/min 流量采集 2h~8h 空气。
- 3.4.4 样品空白:将活性炭管带至采样地点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,立即封闭活性炭管两端,置清洁容器内运输和保存。样品置冰箱内至少可保存 14d。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品处理:将采过样的前后段活性炭分别放入溶剂解吸瓶中,各加入 1.0mL 二硫化碳,塞紧管塞,振摇 1min,解吸 30min。解吸液供测定。若浓度超过测定范围,用二硫化碳稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 标准曲线的绘制:用二硫化碳稀释标准溶液成表 1 所列标准系列。

表 1 标准系列

管号	0	1	2	3	4
苯浓度(μg/mL)	0.0	13.7	54.9	219.7	878.7
甲苯浓度(μg/mL)	0.0	13.6	54.2	216.7	866.9
邻二甲苯浓度(μg/mL)	0.0	13.8	55.0	220.0	880.2
对二甲苯浓度(μg/mL)	0.0	13.5	54.0	216.0	864.2
间二甲苯浓度(μg/mL)	0.0	13.4	53.8	215.3	861.1
乙苯浓度(μg/mL)	0.0	13.5	54.2	216.8	867.0
苯乙烯浓度(μg/mL)	0.0	14.2	56.6	226.6	906.0

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分别对苯、甲苯、二甲苯、乙苯或苯乙烯浓度(μg/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的解吸液;测得峰高或峰面积值后,由标准曲线得苯、甲苯、二甲苯、乙苯或苯乙烯的浓度(μg/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:

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

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 ——采样点的温度数值,单位为℃;
- 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、甲苯、二甲苯、乙苯或苯乙烯的浓度。

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

式中:

- c ——空气中苯、甲苯、二甲苯、乙苯或苯乙烯的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m³);
- c_1, c_2 ——测得前后段解吸液中苯、甲苯、二甲苯、乙苯或苯乙烯的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每立方米(μg/mL);

V ——解吸液的体积数值,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、最低检出浓度(以采集 1.5L 空气样品计)、测定范围、相对标准偏差、穿透容量(100mg 活性炭)和解吸效率见表 2。每批活性炭管必须测定其解吸效率。

表 2 方法的性能指标

化合物	检出限 ($\mu\text{g/mL}$)	最低检出浓度 (mg/m^3)	测定范围 ($\mu\text{g/mL}$)	相对标准偏差 (%)	穿透容量 (mg)	解吸效率 (%)
苯	0.9	0.8	0.9~40	4.3~6.9	7	>90
甲苯	1.8	1.2	1.8~100	4.7~6.3	13.1	>90
二甲苯	4.9	3.3	4.9~600	4.1~7.2	10.8	>90
乙苯	2	1.3	2~1 000	2	20	>90
苯乙烯	2.5	1.7	2.5~400	4.2~5.3	6.9	79.5

3.7.2 本法的色谱柱不能分离对二甲苯和间二甲苯、乙苯和邻二甲苯,因此不能同时测定。色谱柱 2 和 3 则可同时测定所有待测物。毛细管柱法也可采用其他孔径的毛细管色谱柱以及分流或不分流进行测定。

3.7.3 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、甲苯、二甲苯、乙苯和苯乙烯的热解吸-气相色谱法

4.1 原理

空气中的苯、甲苯、二甲苯、乙苯和苯乙烯用活性炭管采集,热解吸后进样,经色谱柱分离,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。

4.2 仪器

4.2.1 活性炭管:热解吸型,内装 100mg 活性炭。

4.2.2 空气采样器:流量 0mL/min~500mL/min。

4.2.3 热解吸器。

4.2.4 注射器:100mL, 1mL。

4.2.5 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。

仪器操作参考条件:

色谱柱 1:2m \times 4mm, PEG 6000(或 FFAP):6201 红色担体=5:100;

色谱柱 2:2m \times 4mm, 邻苯二甲酸二壬酯(DNP):有机皂土-34:Shimalite 担体=5:5:100;

色谱柱 3:30m \times 0.53mm \times 0.2 μm , FFAP;

柱温:80 $^{\circ}\text{C}$;

汽化室温度:150 $^{\circ}\text{C}$;

检测室温度:150 $^{\circ}\text{C}$;

载气(氮气)流量:40mL/min。

4.3 试剂

4.3.1 PEG 6000、FFAP、DNP 和有机皂土-34;均为色谱固定液。

4.3.2 6201 红色担体和 Shimalite 担体;60 目~80 目。

4.3.3 标准气:用微量注射器准确抽取 1.0mL 苯、甲苯、邻二甲苯、间二甲苯、对二甲苯、乙苯或苯乙烯(色谱纯;在 20℃,其质量分别为 0.8787mg、0.8669mg、0.8802mg、0.8642mg、0.8611mg、0.8670mg、0.9060mg),注入 100mL 注射器中,用清洁空气稀释至 100mL,配成标准气。或用国家认可的标准气配制。

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 短时间采样:在采样点,打开活性炭管两端,以 100mL/min 流量采集 15min 空气样品。

4.4.2 长时间采样:在采样点,打开活性炭管两端,以 50mL/min 流量采集 2h~8h 空气样品。

4.4.3 个体采样:在采样点,打开活性炭管两端,佩戴在采样对象的前胸上部,尽量接近呼吸带,以 50mL/min 流量采集 2h~8h 空气。

4.4.4 样品空白:将活性炭管带至采样地点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,立即封闭活性炭管两端,置清洁容器内运输和保存。样品置 4℃ 冰箱内至少可保存 14d。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理:将采过样的活性炭管放入热解吸器中,进气口一端与 100mL 注射器相连,另一端与载气相连。用氮气以 50mL/min 流量于 350℃ 下解吸至 100mL。解吸气供测定。若浓度超过测定范围,可用清洁空气稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

4.5.2 标准曲线的绘制:分别取 0、1.0、2.5、5.0、10.0mL 标准气,注入 100mL 注射器中,用清洁空气稀释成表 3 标准系列。

表 3 标准系列

管号	0	1	2	3	4
苯浓度(μg/mL)	0.0	0.088	0.22	0.44	0.88
甲苯浓度(μg/mL)	0.0	0.087	0.22	0.43	0.87
邻二甲苯浓度(μg/mL)	0.0	0.088	0.22	0.44	0.88
间二甲苯浓度(μg/mL)	0.0	0.086	0.22	0.43	0.86
对二甲苯浓度(μg/mL)	0.0	0.086	0.22	0.43	0.86
乙苯浓度(μg/mL)	0.0	0.087	0.22	0.43	0.87
苯乙烯浓度(μg/mL)	0.0	0.091	0.23	0.45	0.91

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分别对相应的苯、甲苯、二甲苯、乙苯或苯乙烯浓度绘制标准曲线。

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解吸气;测得峰高或峰面积值后,由标准曲线得苯、甲苯、二甲苯、乙苯或苯乙烯的浓度(μg/mL)。

4.6 计算

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、甲苯、二甲苯、乙苯或苯乙烯的浓度。

$$C = \frac{c}{V_0 D} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

C——空气中苯、甲苯、二甲苯、乙苯或苯乙烯的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m³);

c——测得解吸气中苯、甲苯、二甲苯、乙苯或苯乙烯的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升(μg/mL);

100——解吸气的体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——标准采样体积数值,单位为升(L);

D ——解吸效率数值,单位为%。

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、最低检出浓度(以采集 1.5L 空气样品计)、测定范围、相对标准偏差和穿透容量(100mg 活性炭)见表 4。

表 4 方法的性能指标

化合物	检出限 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	最低检出浓度 (mg/m^3)	测定范围 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	相对标准偏差 (%)	穿透容量 (mg)
苯	0.5×10^{-3}	0.033	0~0.40	1.9~5.2	7
甲苯	1×10^{-3}	0.067	0~0.80	3.3~5.1	13.1
二甲苯	2×10^{-3}	0.13	0~1.60	3.0~6.2	10.8
乙苯	2×10^{-3}	0.13	0~0.50	1.1~2.8	20
苯乙烯	5×10^{-3}	0.33	0~0.40	5.3~5.6	6.9

4.7.2 每批活性炭管必须测定其解吸效率。

4.7.3 样品解吸后应当天尽快测定。苯乙烯易吸附在注射器壁上,并易聚合,更应尽快测定。

4.7.4 本法的色谱柱 1 不能分离对二甲苯和间二甲苯、乙苯和二甲苯,因此不能同时测定。色谱柱 2 和 3 则可同时测定所有待测物。毛细管柱法也可采用其他孔径的毛细管色谱柱以及分流或不分流进行测定。

4.7.5 样品采集和测定方法:采集工作场所空气中待测物浓度较高的样品时,应串联两根热解吸型固体吸附剂管进行样品采集。实验室分析时先进行前根固体吸附剂管测定,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,再将后根吸附剂解吸并测定。

5 苯、甲苯和二甲苯的无泵型采样-气相色谱法

5.1 原理

空气中的苯、甲苯和二甲苯用无泵型采样器采集,二硫化碳解吸后进样,经色谱柱分离,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。

5.2 仪器

5.2.1 无泵型采样器:可采用 GJ-1 型无泵型采样器或同类无泵型采样器。

5.2.2 溶剂解吸瓶:10mL。

5.2.3 注射器:1mL。

5.2.4 微量注射器:10 μL , 1 μL 。

5.2.5 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。

仪器操作参考条件:

色谱柱 1:2m \times 4mm,PEG 6000(或 FFAP):6201 红色担体=5:100;

色谱柱 2:2m \times 4mm,邻苯二甲酸二壬酯(DNP):有机皂土-34:Shimalite 担体=5:5:100;

色谱柱 3:30m \times 0.53mm \times 0.2 μm ,FFAP;

柱温:80 $^{\circ}\text{C}$;

汽化室温度:150 $^{\circ}\text{C}$;

检测室温度:150 $^{\circ}\text{C}$;

载气(氮气)流量:40mL/min。

5.3 试剂

- 5.3.1 二硫化碳:色谱鉴定无干扰杂质峰。
- 5.3.2 PEG 6000、FFAP、邻苯二甲酸壬酯和有机皂土-34(DNP)均为色谱固定液。
- 5.3.3 6201 红色担体;Shimalite 担体,色谱担体,60 目~80 目。
- 5.3.4 标准溶液:于 10mL 容量瓶中,加入少量二硫化碳,用微量注射器准确加入 10 μ L 苯、甲苯或二甲苯(色谱纯;在 20 $^{\circ}$ C,1 μ L 苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、间二甲苯、对二甲苯分别为 0.8787mg、0.8669mg、0.8669mg、0.8802mg、0.8642mg、0.8611mg),加二硫化碳至刻度。此溶液为标准溶液。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 长时间采样:在采样点,将装好活性炭片的无泵型采样器,悬挂在采样对象呼吸带高度的支架上,采集 8h 空气样品。
- 5.4.2 个体采样:在采样点,将装好活性炭片的无泵型采样器佩戴在采样对象的前胸上部,采集 2h~8h 空气。

采样后,立即密封采样器,置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存 15d。

5.5 分析步骤

5.5.1 样品处理:将采过样的活性炭片放入溶剂解吸瓶中,加入 5.0mL 二硫化碳,封闭后,不时振摇,解吸 30min。摇匀,解吸液供测定。若浓度超过测定范围,可用二硫化碳稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

5.5.2 标准曲线的绘制:用二硫化碳稀释标准溶液成 0 μ g/mL、13.7 μ g/mL、54.9 μ g/mL、219.7 μ g/mL、878.7 μ g/mL 苯标准系列;0 μ g/mL、13.6 μ g/mL、54.2 μ g/mL、216.7 μ g/mL、866.9 μ g/mL 甲苯标准系列;0 μ g/mL、13.8 μ g/mL、55.0 μ g/mL、220.0 μ g/mL、880.2 μ g/mL 二甲苯标准系列。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 1.0 μ L,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相应的苯、甲苯或二甲苯浓度(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的解吸液。测得峰高或峰面积值后,由标准曲线得苯、甲苯或二甲苯的浓度(μ g/mL)。

5.6 计算

- 5.6.1 按照无泵型采样器的采样流量(k 值)和采样时间计算采样体积。
- 5.6.2 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。
- 5.6.3 按式(4)计算空气中苯、甲苯或二甲苯的浓度:

$$C = \frac{cV}{V_0} \quad (4)$$

式中:

C ——空气中苯、甲苯或二甲苯的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

c ——测得解吸液中苯、甲苯或二甲苯的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——解吸液体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——标准采样体积数值,单位为升(L);

5.6.4 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、最低检出浓度(按 2h 计算)、测定范围(按 2h 计算)、相对标准偏差、吸附容量和解吸效率见表 5。表中的吸附容量、平均解吸效率和 k 值为 GJ-1 型无泵型采样器的参数,其他类型的无泵型采样器参数由生产厂商提供。每批无泵型采样器必须测定其解吸效率。

表5 方法的性能指标

化合物	检出限 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	最低 检出浓度 (mg/m^3)	测定范围 (mg/m^3)	相对标准偏差 (%)	吸附容量 (mg)	平均解吸效率 (%)	k 值 (mL/min)
苯	4.5	2.5	2.5~494	8.3	>9	102	73.86
甲苯	9	5.6	5.6~542	3.3	>9	98.8	64.94
二甲苯	24.5	17.5	17.5~630	5.2	>18	104	58.61

5.7.2 工作场所的温度、湿度、风速及可能存在的共存物不影响测定；但采样时，无泵型采样器不能直对风扇或风机。采样时要注意防止超过吸附容量。

5.7.3 本法的色谱柱1不能分离对二甲苯和间二甲苯、乙苯和二甲苯，因此不能同时测定。色谱柱2和3则可同时测定所有待测物。毛细管柱法也可采用其他孔径的毛细管色谱柱以及分流或不分流进行测定。

6 对-特丁基甲苯的溶剂解吸-气相色谱测定方法

6.1 原理

空气中蒸气态对-特丁基甲苯用活性炭管采集，二硫化碳解吸后进样，经色谱柱分离，氢火焰离子化检测器检测，以保留时间定性，峰高或峰面积定量。

6.2 仪器

6.2.1 活性炭管：溶剂解吸型，内装100mg/50mg活性炭。

6.2.2 空气采样器，流量0mL/min~500mL/min。

6.2.3 溶剂解吸瓶，5mL。

6.2.4 微量注射器，10 μL 。

6.2.5 气相色谱仪，氢焰离子化检测器。

仪器操作参考条件：

色 谱 柱：30m \times 0.53mm \times 0.25 μm ，FFAP；

柱 温：140 $^{\circ}\text{C}$ ；

汽化室温度：250 $^{\circ}\text{C}$ ；

检测室温度：350 $^{\circ}\text{C}$ ；

载气(氮气)流量：2.6mL/min；

分 流 比：3:1。

6.3 试剂

6.3.1 对-特丁基甲苯：色谱纯。

6.3.2 二硫化碳：色谱鉴定无干扰色谱峰。

6.3.3 标准溶液：于10mL容量瓶中，加入少量二硫化碳，准确称量后，加入一定量的对-特丁基甲苯，再准确称量，加二硫化碳至刻度；由2次称量之差计算此溶液的浓度，为标准贮备液，在4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱内储存。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，打开活性炭管两端，以200mL/min流量采集15min空气样品。

6.4.2 长时间采样：在采样点，打开活性炭管两端，以30mL/min流量采集2h~8h空气样品。

6.4.3 个体采样：打开活性炭管两端，佩戴在采样对象的前胸上部，尽量接近呼吸带，以30mL/min流量采集2h~8h空气样品。

6.4.4 样品空白：将活性炭管带至采样点，除不连接空气采样器采集空气样品外，其余操作同样品。

采样后，立即封闭活性炭管两端，置清洁容器内运输和保存。样品在4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中可保存10d。

6.5 分析步骤

6.5.1 样品处理:将采过样的活性炭前后段分别倒入溶剂解吸瓶中,加入 1.0mL 二硫化碳,封闭后,不时振摇,解吸 30min,解吸液供测定。若解吸液中对-特丁基甲苯浓度超过测定范围,可用二硫化碳稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

6.5.2 标准曲线的绘制:用二硫化碳稀释标准溶液成 0.0、20、80、160 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 对-特丁基甲苯标准系列。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 1.0 μL ,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相应的对-特丁基甲苯浓度绘制标准曲线。

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的解吸液,测得的峰高或峰面积后,由标准曲线得对-特丁基甲苯的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

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)计算空气中对-特丁基甲苯的浓度。

$$c = \frac{(c_1 + c_2)V}{V_0 D} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- c ——空气中对-特丁基甲苯的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);
- c_1, c_2 ——分别为测得前后段二硫化碳中对-特丁基甲苯的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V ——样品解吸液的体积数值,单位为毫升(mL);
- V_0 ——标准采样体积数值,单位为升(L);
- D ——解吸效率数值,单位为%。

6.6.3 时间加权平均接触浓度按照 GBZ 159 执行。

6.7 说明

6.7.1 本法的检出限为 0.36 $\mu\text{g}/\text{mL}$,最低检出浓度为 0.12 mg/m^3 (以采集 3L 空气样品计);测定范围为 0.36 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~80 $\mu\text{g}/\text{mL}$;相对标准偏差为 0.68%~1.44%。

6.7.2 本法的解吸效率为 92.5%~95.7%。每批活性炭管应测定其解吸效率。

6.7.3 本法采样效率为 100%。穿透容量>1.7mg。

6.7.4 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。

6.7.5 共存物甲苯、邻二甲苯等不干扰本法的测定。

6.7.6 色谱分离参考图谱见图 1。

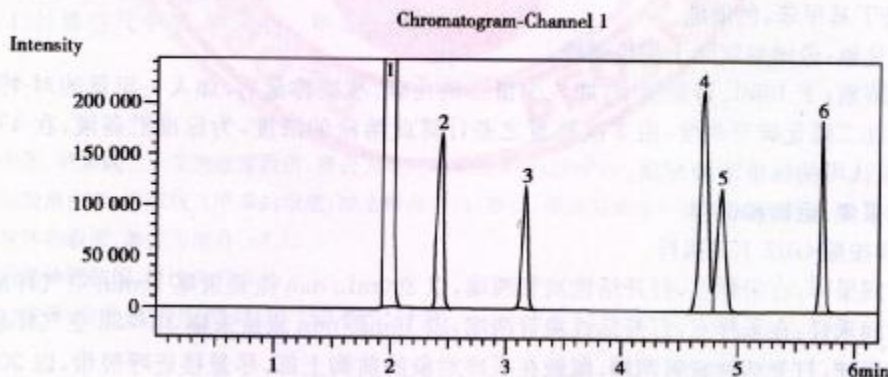


图 1 对-特丁基甲苯共存物分离色谱图

1——二硫化碳;2——甲苯;3——邻二甲苯;4——对特丁基甲苯;5——间特丁基甲苯;6——邻特丁基甲苯

7 二乙烯基苯的溶剂解吸-气相色谱法

7.1 原理

空气中蒸汽态二乙烯基苯用活性炭管采集,二硫化碳/丙酮解吸后进样,经色谱柱分离,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。

7.2 仪器

7.2.1 活性炭管:溶剂解吸型,内装 100/50mg 活性炭。

7.2.2 空气采样器:流量 0mL/min~500mL/min。

7.2.3 溶剂解吸瓶:5mL。

7.2.4 微量进样器:10 μ L。

7.2.5 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。

仪器操作参考条件:

色 谱 柱:30m \times 0.32mm \times 0.25 μ m,5%苯基甲基硅氧烷;

柱 温:100 $^{\circ}$ C,以 10 $^{\circ}$ C/min 的升至 150 $^{\circ}$ C,保持 3min;

汽化室温度:200 $^{\circ}$ C;

检测室温度:200 $^{\circ}$ C;

分 流 比:10:1;

载气(氮气):流量 1mL/min。

7.3 试剂

7.3.1 解吸液:二硫化碳:丙酮=7:3,色谱鉴定无干扰峰。

7.3.2 标准溶液:于 10mL 容量瓶中,加入少量解吸液,准确称量后,加入一定量的二乙烯基苯,再准确称量。用解吸液稀释至刻度。由 2 次称量之差计算溶液的浓度,为二乙烯基苯标准贮备液,在 4 $^{\circ}$ C 冰箱内可储备 3d。临用前,用解吸液稀释成 2.5mg/mL 二乙烯基苯标准溶液。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,打开活性炭管两端,以 200mL/min 流量采集 15min 空气样品。

7.4.2 长时间采样:在采样点,打开活性炭管两端,以 50mL/min 流量采集 2h~8h 空气样品。

7.4.3 个体采样:在采样点,打开活性炭管两端,佩带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 2h~8h 空气样品。

7.4.4 样品空白:将采样管带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,立即封闭活性炭管两端,置于清洁容器内运输和保存。在室温可保存 7d。

7.5 分析步骤

7.5.1 样品处理:将采过样的活性炭前后段分别倒入溶剂解吸瓶中,加入 1.0mL 解吸液,封闭后,不时振摇,解吸 30min,解吸液供测定。若样品中二乙烯基苯浓度超过测定范围,可用解吸液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

7.5.2 标准曲线的绘制:用解吸液稀释标准溶液成 0、150、600、1 200、2 400 μ g/mL 二乙烯基苯标准系列。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 1.0 μ L,测定标准系列,每个浓度重复测定 3 次。以测得峰高或峰面积均值分别对二乙烯基苯的浓度(μ g/mL)绘制标准曲线。

7.5.3 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的解吸液,测得的样品峰高或峰面积值后,由标准曲线得二乙烯基苯的浓度(μ g/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。

7.6.2 按式(6)计算空气中二乙烯基苯的浓度。

$$c = \frac{(c_1 + c_2)V}{V_0 D} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- c——空气中二乙烯基苯的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m³);
- c₁, c₂——测得前后段解吸液中二乙烯基苯的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V——解吸液的体积数值,单位为毫升(mL);
- V₀——标准采样体积数值,单位为升(L);
- D——解吸效率值,单位为%。

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 10μg/mL;最低检出浓度为 3.3mg/m³(以采集 3L 空气样品计);测定范围为 10μg/mL~2 400μg/mL;相对标准偏差为 5.95%~7.66%。

7.7.2 100mg 活性炭的穿透容量 >10mg。解吸效率为 78.6%~81.2%。每批活性炭管应测定其解吸效率。

7.7.3 本法可用相应的填充柱,例如 2m×2mm 玻璃柱,内填 5%聚乙二醇 6000:6201 担体(60 目~80 目)。柱温 100℃,载气(氮气)流量 20mL/min。

7.7.4 本法采样效率为 100%。样品室温下可保存 7d,4℃冷藏时间可延长。

7.7.5 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。

7.7.6 现场共存物二乙苯、乙烯基乙苯等不干扰本法的测定。

7.7.7 色谱分离参考图谱见图 2。



图 2 二乙烯基苯色谱分离图