

中华人民共和国国家标准

居住区大气中三氯甲烷、四氯化碳 卫生检验标准方法 气相色谱法

GB/T 16132—1995

Standard method for determination of chloroform,
trichloromethane in air of residential areas
—Gas chromatography

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用气相色谱法测定居住区大气中三氯甲烷、四氯化碳的浓度的方法。

本标准适用于居住区大气中三氯甲烷、四氯化碳浓度的测定。也适用于公共场所空气中三氯甲烷、四氯化碳的测定。

2 原理

三氯甲烷、四氯化碳在色谱柱中与共存物质完全分离后,用电子捕获检测器测定,以保留时间定性,以峰高定量。

3 试剂和材料

3.1 三氯甲烷:色谱纯。

四氯化碳:色谱纯。

1,1-二氯乙烷,三氯乙烯,四氯乙烯,二氯甲烷:均为分析纯。

3.2 固定相:5%SE-30 ChromosorbWAW-DMSC MSHH 60~80。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪:配电子捕获检测器。

4.2 色谱柱:长2 m,内径3 mm的玻璃柱,内装SE-30固定相。

4.3 采气袋:塑料铝箔复合膜采气袋,容积400 mL。

4.4 注射器:100 mL、50 mL、1 mL、1 μ L、10 μ L、100 μ L。

4.5 烘箱:0~200 $^{\circ}$ C。

上述器材预先清洗,注入气相色谱仪应无卤代烃峰出现。

5 采样

用注射器将现场空气打入采气袋内,使之涨满,然后放掉。如此反复三次,最后打满后,用硅橡胶垫密封进样口。写上标签,注明时间,地点。

6 分析步骤

6.1 色谱分析条件常因实验条件不同而有差异,所以应根据所用气相色谱仪的型号和性能制定分析三氯甲烷、四氯化碳的最佳色谱条件(见附录 A)。

6.2 标准曲线的绘制和测定校正因子

6.2.1 配制标准气体

a. 取 0.34 μL ($d_{20^\circ\text{C}/4^\circ\text{C}}$ 1.47)三氯甲烷注入充有氮气内装一小铝箔片的 100 mL 注射器中,放入烘箱内($70\sim 80^\circ\text{C}$),混匀平衡 10 min,放置室温稳定后,其标准气浓度为 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

b. 取 0.31 μL ($d_{20^\circ\text{C}/4^\circ\text{C}}$ 1.62)四氯化碳用同样方法注入 100 mL 注射器中,其标准气浓度为 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

6.2.2 标准曲线的绘制

取 4 个充有氮气的 100 mL 注射器,分别加入三氯甲烷标准气体 0、40、80、120 μL (浓度为 0、2、4、6 $\mu\text{g}/\text{L}$)和四氯化碳标准气体 0、10、30、50 μL (浓度为 0、0.5、1.5、2.5 $\mu\text{g}/\text{L}$)。将上述各浓度标准气重复测定三次,取 10 μL 进入气相色谱测定,记录保留时间定性,用平均峰高或峰面积与三氯甲烷、四氯化碳浓度绘制标准曲线。

6.2.3 测定校正因子

在样品分析的同时,取与样品中含量相接近的三氯甲烷、四氯化碳标准气体,按 6.2.2 操作测得保留时间和平均高峰,按式(1)计算校正因子:

$$f = \frac{c_0}{h_0} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: f —— 校正因子;

c_0 —— 标准气体浓度, $\mu\text{g}/\text{m}^3$;

h_0 —— 平均峰高, mm。

6.3 样品测定

用微量注射器进样品气 10 μL ,按 6.2.2 项操作,以保留时间定性。同时取没有卤代烃峰的空气作空白。量出峰高,以样品峰高减去空白峰高的差值,在标准曲线上查出三氯甲烷、四氯化碳的含量。

7 结果计算

7.1 将采样体积按式(2)换算成标准状态下的采样体积:

$$V = V_s \times \frac{T}{T+t} \times \frac{p}{p_0} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: V —— 标准状态下的采样体积, L;

V_s —— 采样体积,由采样流量乘以采样时间而得, L;

T —— 标准状态下的绝对温度, 273 K;

t —— 采样时采样点的气温, $^\circ\text{C}$;

p_0 —— 标准状态下的大气压力, 101.3 kPa;

p —— 采样时采样点的大气压力, kPa。

7.2 空气中三氯甲烷、四氯化碳浓度的计算:

7.2.1 用标准曲线则按式(3)计算:

$$c = \frac{a}{V} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: c —— 空气中三氯甲烷、四氯化碳质量浓度, mg/m^3 ;

a —— 样品中三氯甲烷、四氯化碳浓度含量, μg ;

V —— 标准状态下采样体积, L。

7.2.2 用校正因子可按式(4)计算:

$$c = \frac{(h - h_0)f}{V} \dots\dots\dots(4)$$

式中: f ——由 6.2.2 项测得的校正因子, $\mu\text{g}/\text{mm}$ 。

其他符号同上。

8 方法特性

8.1 检出限

当进样量为 $10 \mu\text{L}$ 时, 检出限三氯甲烷为 $0.15 \text{ mg}/\text{m}^3$; 四氯化碳为 $0.03 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

8.2 精密度

当三氯甲烷浓度为 $4 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 30 \text{ mg}/\text{m}^3$ 时, 四个试验室 8 次重复测定的变异系数为 $6.0\% \sim 2.0\%$ 。

当四氯化碳浓度为 $0.5 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 2.0 \text{ mg}/\text{m}^3$ 时, 四个试验室 8 次重复测定的变异系数为 $5.8\% \sim 1.2\%$ 。

8.3 准确度

当三氯甲烷浓度为 $4 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 30 \text{ mg}/\text{m}^3$ 时, 平均回收率为 $92.8\% \sim 100.1\%$ 。

当四氯化碳浓度为 $0.5 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 2.0 \text{ mg}/\text{m}^3$ 时, 平均回收率为 $99.4\% \sim 99.8\%$ 。

8.4 测定范围

当进样量 $10 \mu\text{L}$ 时, 三氯甲烷检测范围为 $0.15 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 30 \text{ mg}/\text{m}^3$, 四氯化碳检测范围为 $0.03 \text{ mg}/\text{m}^3 \sim 4 \text{ mg}/\text{m}^3$ 。

8.5 干扰与排除

由于采用了气相色谱分离技术, 使三氯甲烷、四氯化碳与共存物三氯乙烯、二氯甲烷、1,1-二氯乙烷、四氯乙烯等完全分离, 不干扰测定。