

中华人民共和国国家标准

车间空气中四氟乙烯的 直接进样气相色谱测定方法

GB/T 16094—1995

Workplace air—Determination of tetrafluoroethylene
—Direct injection gas chromatographic method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用 Durapak 柱气相色谱法分离测定车间空气中四氟乙烯。
本标准适用于测定有机氟材料生产与加工现场空气中四氟乙烯浓度。

2 原理

空气中的四氟乙烯经 Durapak 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 盐水瓶,500 mL(精确测量体积)。
- 3.2 注射器,100 mL,1 mL。
- 3.3 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。2 ng 四氟乙烯给出的信噪比不低于 3:1。
色谱柱:柱长 2 m,内径 3 mm,不锈钢柱。
Durapak(氧二丙腈化学键合固定相);
柱温:室温;
汽化室温度:室温;
检测室温度:100℃;
载气(氮气):20 mL/min。

4 试剂

- 4.1 四氟乙烯,纯度为 99%以上。
- 4.2 Durapak(氧二丙腈化学键合固定相)色谱固体固定相。

5 采样

取 100 mL 注射器取下橡皮帽,在采样地点用现场空气抽洗 3 次,然后抽取 100 mL 空气,套上橡皮帽,垂直放置,带回实验室,当天分析。

6 分析步骤

- 6.1 对照试验 将 100 mL 注射器,取下橡皮帽,抽取 100 mL 清洁空气与样品同时分析,作为对照。
- 6.2 样品处理 将样品与对照样品的注射器垂直放置,记录实验室的温度和压力。
- 6.3 标准曲线的绘制 取一只 500 mL 盐水瓶(瓶内放一小铝片),瓶口塞上带有玻璃管的橡皮塞,通

过橡皮管将玻璃管与真空泵连接。用真空泵抽气 30 s 后立刻用夹子夹紧橡皮管。然后放松夹子,向瓶内压入纯氮,使盐水瓶内充满纯氮。用 1 mL 注射器,取一定量四氟乙烯(于 20℃ 时 1 mL 四氟乙烯质量为 4.159 mg)注入上述盐水瓶中,配成 4 μg/mL 四氟乙烯标准气体。用 100 mL 注射器和纯氮分别配成 0.02, 0.04, 0.06 μg/mL 的标准气体。分别取 0.5 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,以四氟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 测定 取 0.5 mL 空气样品直接进样,用保留时间定性,用峰高定量。

7 计算

7.1 按式(1)将进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 ——标准状况下的样品体积, mL;

V ——样品体积, mL;

t ——温度, °C;

p ——大气压力, kPa。

7.2 按式(2)计算四氟乙烯的浓度。

$$X = \frac{C}{V_0} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X ——空气中四氟乙烯的浓度, mg/m³;

V_0 ——标准状况下的样品体积, mL;

C ——由标准曲线上查出的样品中四氟乙烯的含量, μg。

8 说明

8.1 本法检出限为 2×10^{-3} μg(直接进样 0.5 mL 空气样品)。测定范围为 20~70 mg/m³。当四氟乙烯浓度为 20, 40, 60 mg/m³ 时, 变异系数分别为 3.2%, 3.6%, 4.1%。

8.2 本法为测定四氟乙烯的瞬间浓度, 为全面评价车间空气质量, 应增加采样次数。

8.3 本法于六氟丙烯, F₁₂(二氟二氯甲烷), F₂₂(二氟一氯甲烷)同时存在下可以测定四氟乙烯。

8.4 现场采样的样品以当天分析为最好。

附加说明：

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由上海市劳动卫生职业病防治研究所负责起草。

本标准主要起草人史秀娟。

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。