

工作场所空气有毒物质测定：苜基氯和对氯甲苯

蔡赛微

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 空气中的蒸汽态苜基氯和对氯甲苯用活性炭采集, 二硫化碳解吸后进样, 经气相色谱柱分离, 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。

关键词: 工作场所; 有毒物质; 苜基氯; 对氯甲苯

1 参考标准

《GBZ/T 300.82-2017 工作场所空气有毒物质测定 第 82 部分: 苜基氯和对氯甲苯》

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 二硫化碳: 分析纯

2.1.2 苜基氯: 分析纯

2.1.3 对氯甲苯: 分析纯

2.1.4 苯: 分析纯

2.1.5 氯苯: 分析纯

2.1.6 溴苯: 分析纯

2.1.7 间二氯苯: 分析纯

2.1.8 对二氯苯: 分析纯

2.1.9 邻二氯苯: 分析纯

2.1.10 1,3,5-三氯苯: 分析纯

2.1.11 1,2,4-三氯苯: 分析纯

2.1.12 1,2,3-三氯苯: 分析纯

2.2 仪器设备

2.2.1 福立 GC9720Plus-FID 气相色谱仪

2.2.2 FL1092T 自动进样器

2.2.3 RB-FFAP/30m*0.32mm*0.5um

2.2.4 微量注射器, 10ul

3 溶液配制

3.1 标准溶液配制

一级标准溶液：准确抽取苜基氯 1.82 μ L，对氯甲苯 1.87 μ L 于 10mL 容量瓶中，用二硫化碳溶解并定容，配制苜基氯 200ug/mL、对氯甲苯 200ug/mL 的标准溶液，摇匀，待测。

二级标准溶液：准确移取一级标准溶液 0.7mL，加二硫化碳 0.7mL，配制苜基氯 100ug/mL、对氯甲苯 100ug/mL 的标准溶液，摇匀，待测。

三级标准溶液：准确移取一级标准溶液 0.3mL，加二硫化碳 0.9mL，配制苜基氯 50ug/mL、对氯甲苯 50ug/mL 的标准溶液，摇匀，待测。

四级标准溶液：准确移取一级标准溶液 0.1mL，加二硫化碳 0.9mL，配制苜基氯 20ug/mL、对氯甲苯 20ug/mL 的标准溶液，摇匀，待测。

五级标准溶液：准确移取二级标准溶液 0.10mL，加二硫化碳 0.9mL，配制苜基氯 10ug/mL、对氯甲苯 10ug/mL 的标准溶液，摇匀，待测。

六级标准溶液：准确移取一级标准溶液 10.0 μ L，加二硫化碳 0.99mL，配制苜基氯 2ug/mL、对氯甲苯 2ug/mL 的标准溶液，摇匀，待测。

七级标准溶液：准确移取三级标准溶液 10.0 μ L，加二硫化碳 0.99mL，配制苜基氯 0.5ug/mL、对氯甲苯 0.5ug/mL 的标准溶液，摇匀，待测。

3.2 样品溶液配制

在采样点，用活性炭管以 200mL/min 流量采集 15min 空气样品。将采过样的前后段活性炭分别放入两支溶剂解析品中，各加入 1.0mL 二硫化碳，密封，解析 30min，不时地振荡。样品溶液供测试。

4 测定

4.1 色谱条件

- (1) 进样口 200 $^{\circ}$ C
- (2) 初温 100 $^{\circ}$ C，保持 12min，以 10 $^{\circ}$ C/min 升温至 200 $^{\circ}$ C
- (3) 检测器 250 $^{\circ}$ C
- (4) 柱流量 2.0 mL/min
- (5) 分流比 60:1

4.2 典型谱图

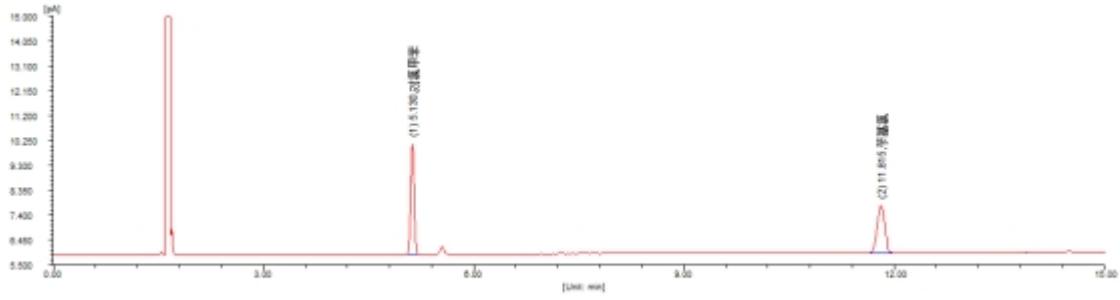
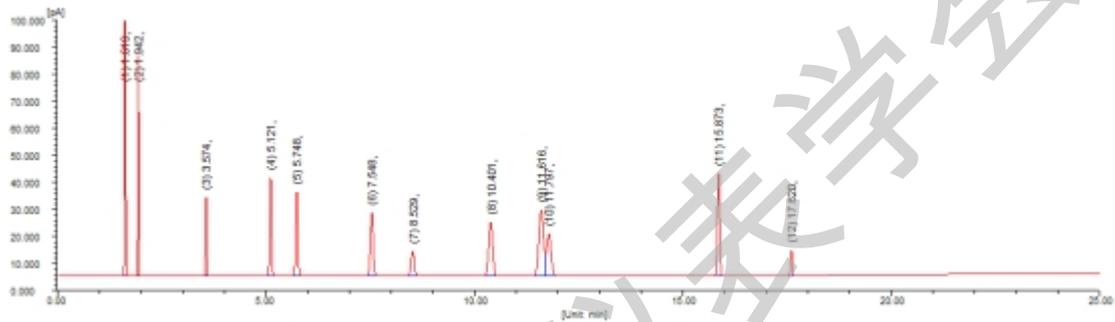


图 1 100ug/mL 苄基氯、对氯甲苯标样谱图

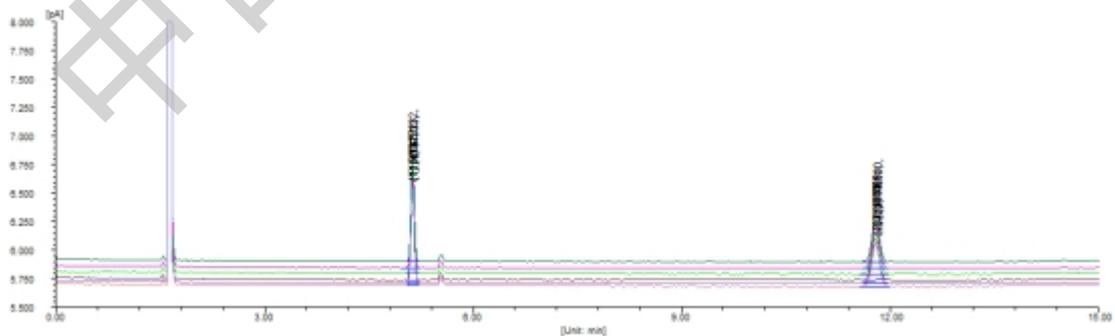
4.3 干扰谱图



- 1、二硫化碳 2、苯 3、氯苯 4、对氯甲苯 5、溴苯 6、间二氯苯 7、对二氯苯
8、邻二氯苯 9、苄基氯 10、1,3,5-三氯苯 11、1,2,4-三氯苯 12、1,2,3-三氯苯

4.4 重复性实验

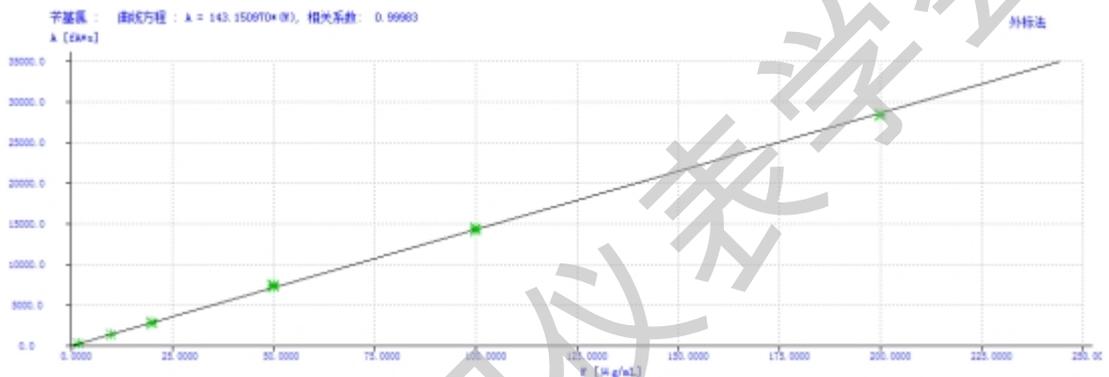
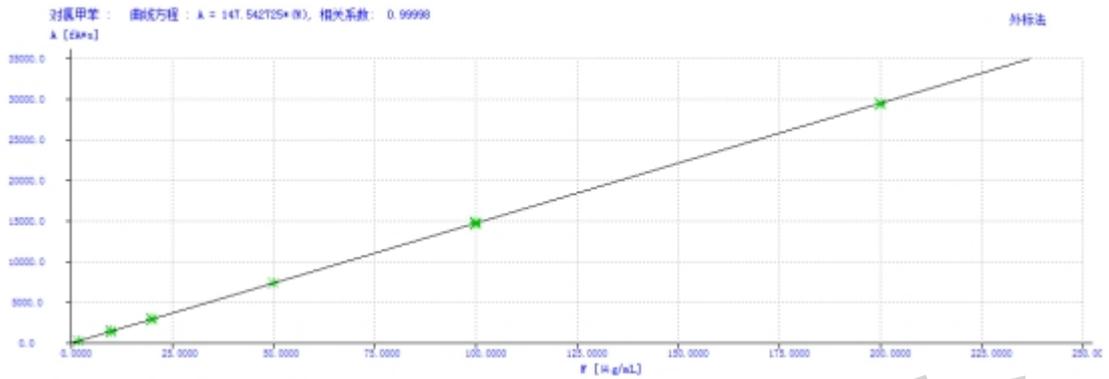
序号	组分名	平均时间[min]	时间 RSD%	平均面积[fA*s]	面积 RSD%	平均峰高[fA]	峰高 RSD%	平均含量[%]	含量 RSD%	谱图数
1	对氯甲苯	5.131	0.044	2991.9	1.1617	847.0	1.2040	50.7420	0.8579	6
2	苄基氯	11.808	0.030	2904.5	1.4629	368.5	0.8025	49.2580	0.8837	6



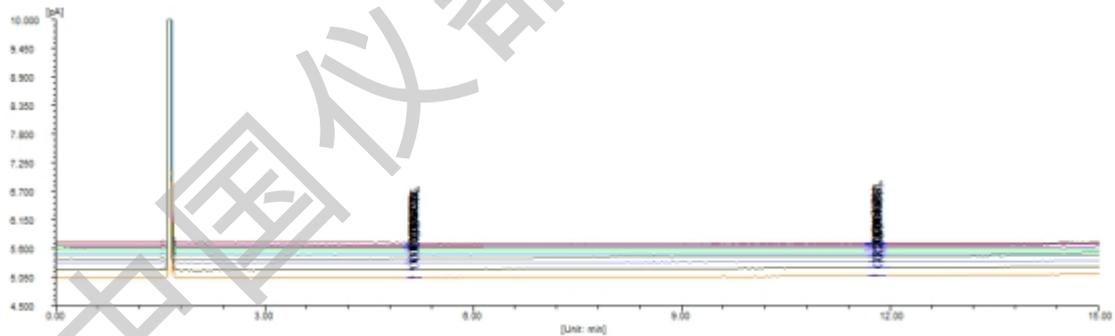
- 1、对氯甲苯 2、苄基氯

图 2 20ug/mL 苄基氯、对氯甲苯标样重复性谱图

4.5 标准曲线



4.6 检出限



1、对氯甲苯 2、苜基氯

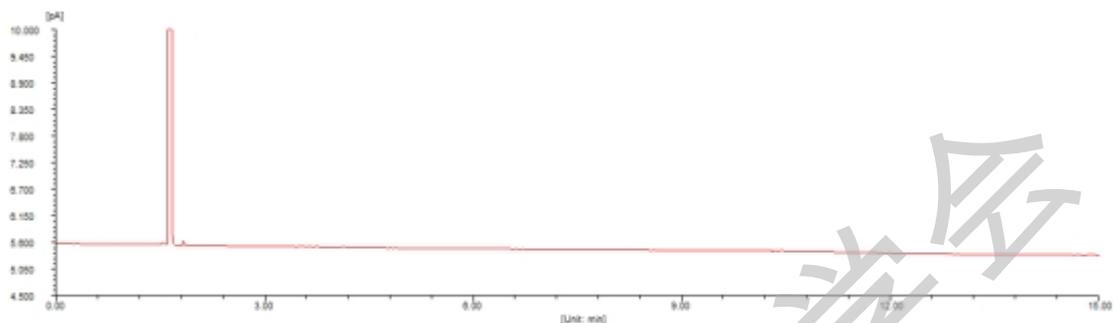
序号	组分名	平均时间[min]	时间 RSD%	平均面积[$\mu A \cdot s$]	面积 RSD%	平均峰高[μA]	峰高 RSD%	平均含量[%]	含量 RSD%	谱图数
1	对氯甲苯	5.130	0.099	96.6	2.5112	25.7	4.4119	49.0767	2.0863	10
2	苜基氯	11.804	0.075	100.3	3.3092	13.1	10.8810	50.9233	2.0106	10

图3 0.5 μ g/mL 苜基氯、对氯甲苯标样重复性谱图

以采集 2.0L 空气样品计, 定量限按三倍检出限计算。

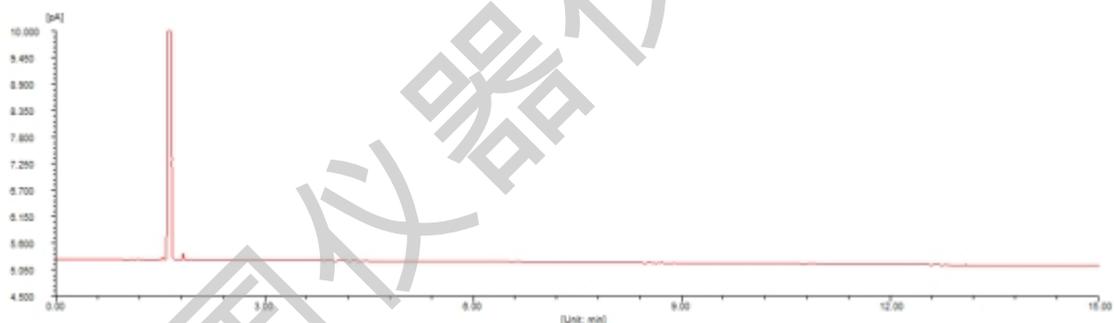
组分名	含量 [ug/mL]	检出限 mg/m ³	定量限 mg/m ³	解析率 %									
对氯甲苯	0.6526	0.6371	0.6457	0.6438	0.6614	0.6291	0.666	0.6567	0.6713	0.6832	0.0215	0.0645	96.7293
苄基氯	0.7329	0.6593	0.7073	0.7235	0.6899	0.6858	0.6976	0.7279	0.699	0.68	0.0324	0.0972	92.5348

4.7 样品 1 的典型谱图及分析结果



结果：未检出

4.8 样品 2 的典型谱图及分析结果



结果：未检出

5 系统评价

组分名	保留时间/min	检出限mg/m ³	定量限mg/m ³	峰面积 RSD%	线性相关系数	解析率%
对氯甲苯	5.130	0.022	0.065	1.16	0.999	96.73
苄基氯	11.815	0.032	0.097	1.76	0.999	92.53