

ICS 13.100
C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.74—2004

工作场所空气有毒物质测定
芳香族硝基化合物

Methods for determination of aromatic nitro-compounds
in the air of workplace

2004-05-21 发布

2004-12-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

为贯彻执行《工业企业设计卫生标准》(GBZ 1)和《工作场所有害因素职业接触限值》(GBZ 2),特制定本标准。本标准是为工作场所有害因素职业接触限值配套的监测方法,用于监测工作场所空气中芳香族硝基化合物[包括硝基苯(Nitrobenzene)、二硝基苯(Dinitrobenzene)、二硝基甲苯(Dinitrotoluene)、三硝基甲苯(Trinitrotoluene)、一硝基氯苯(Chloronitrobenzene)、二硝基氯苯(Chlorodinitrobenzene)等]的浓度。本标准是总结、归纳和改进了原有的标准方法后提出。这次修订将同类化合物的同种监测方法和不同种监测方法归并为一个标准方法,并增加了长时间采样和个体采样方法。

本标准从2004年12月1日起实施。同时代替GB/T 16112—1995、GB/T 16113—1995、GB/T 16102—1995、WS/T 163—1999、GB/T 16115—1995。

本标准首次发布于1995年,本次是第一次修订。

本标准由全国职业卫生标准委员会提出。

本标准由中华人民共和国卫生部批准。

本标准起草单位:中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所、北京大学医学部、辽宁省疾病预防控制中心、广东省职业病防治院、兵器工业卫生研究所。

本标准主要起草人:闫慧芳、阮永道、程玉琪、叶能权、夏宝清等。

工作场所空气有毒物质测定

芳香族硝基化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中芳香族硝基化合物浓度的方法。

本标准适用于工作场所空气中芳香族硝基化合物浓度的测定。

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 工作场所空气中有毒物质监测的采样规范

3 硝基苯、二硝基苯、一硝基氯苯、二硝基氯苯、一硝基甲苯、二硝基甲苯、三硝基甲苯的毛细管柱—气相色谱法

3.1 原理

空气中蒸气态硝基苯、二硝基苯、一硝基氯苯、二硝基氯苯、一硝基甲苯、二硝基甲苯、三硝基甲苯用硅胶管采集,气溶胶态用玻璃纤维滤纸采集,甲醇苯溶液解吸或洗脱后进样,经色谱柱分离,电子捕获检测器检测,以保留时间定性,峰高或峰面积定量。

3.2 仪器

3.2.1 硅胶管,溶剂解吸型,内装 200mg/100mg 硅胶,用于蒸气态的采样。

3.2.2 玻璃纤维滤纸,用于气溶胶态的采样。

3.2.3 采样夹,滤料直径 40mm。

3.2.4 小型塑料采样夹,滤料直径 25mm。

3.2.5 空气采样器,流量 0~500ml/min 和 0~10L/min(防爆型)。

3.2.6 溶剂解吸瓶,5ml。

3.2.7 超声清洗器。

3.2.8 微量注射器,5 μ l。

3.2.9 气相色谱仪,电子捕获检测器。

仪器操作参考条件

色谱柱:30m \times 0.53mm \times 0.5 μ m,FFAP 毛细管色谱柱;

柱温:初始 100 $^{\circ}$ C,保持 6min,以 20 $^{\circ}$ C/min 程序升温至 200 $^{\circ}$ C,保持 6min;

汽化室温度:250 $^{\circ}$ C;

检测室温度:250 $^{\circ}$ C;

载气(氮气)流量:10ml/min。

3.3 试剂

3.3.1 甲醇/苯溶液,5ml 甲醇用苯稀释至 100ml。

3.3.2 标准溶液:准确称取 0.1000g 待测物(色谱纯),溶于甲醇苯溶液,定量转移入 10ml 容量瓶中,并稀释至刻度,此溶液为 10.0mg/ml 标准贮备液。临用前,用甲醇苯溶液稀释成 2.0 μ g/ml 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 蒸气态样品采集

3.4.1.1 短时间采样:在采样点,打开硅胶管两端,以 200ml/min 流量采集 15min 空气样品。

3.4.1.2 长时间采样:在采样点,打开硅胶管两端,以 50ml/min 流量采集 1~4h 空气样品。

3.4.1.3 个体采样:在采样点,打开硅胶管两端,佩戴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 1~4h 空气样品。

3.4.1.4 样品空白:将硅胶管带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,立即封闭硅胶管两端,置清洁容器内运输和保存。样品在室温下至少可保存 7d。

3.4.2 气溶胶样品的采集

3.4.2.1 短时间采样:在采样点,将装好玻璃纤维滤纸的采样夹以 3L/min 流量采集 15min 空气样品。

3.4.2.2 长时间采样:在采样点,将装好玻璃纤维滤纸的小型塑料采样夹,以 1L/min 流量采集 2~8h 空气样品。

3.4.2.3 个体采样:在采样点,将装好玻璃纤维滤纸的小型塑料采样夹佩戴在采样对象的前胸上部,进气口尽量接近呼吸带,以 1L/min 流量采集 2~8h 空气样品。

3.4.2.4 样品空白:将装好玻璃纤维滤纸的采样夹带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,将滤膜的接尘面朝里对折 2 次,放入清洁塑料袋或纸袋内,置于清洁的容器内运输和保存。样品在室温下至少可保存 7d。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品处理:将前后段硅胶或滤纸分别放入溶剂解吸瓶中,各加入 2.0ml 甲醇苯溶液,于超声清洗器中超声 30min,解吸液或洗脱液供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围,可用甲醇苯溶液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 标准曲线的绘制:用甲醇苯溶液稀释标准溶液成 0、0.5、1.0、1.5 和 2.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 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,进样 1.0 μl ,测定各标准系列。每个浓度重复测定 3 次。由测得的峰高或峰面积均值对相应的待测物浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)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或洗脱液,测得峰高或峰面积值后由标准曲线得待测物的浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)。

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,L;

V ——采样体积,L;

t ——采样点的温度, $^{\circ}\text{C}$;

P ——采样点的大气压,kPa。

3.6.2 按式(2)计算空气中待测物的浓度:

$$C = \frac{2c}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C ——空气中待测物的浓度, mg/m^3 ;

c ——测得解吸液或洗脱液中待测物的浓度(减去样品空白), $\mu\text{g}/\text{ml}$;

2——解吸液或洗脱液的体积,ml;

V_0 ——标准采样体积,L;

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:硝基苯为 $5 \times 10^{-3} \mu\text{g/ml}$,二硝基苯为 $4 \times 10^{-2} \mu\text{g/ml}$,二硝基甲苯为 $3 \times 10^{-2} \mu\text{g/ml}$,三硝基甲苯为 $3 \times 10^{-3} \mu\text{g/ml}$ 。最低检出浓度:硝基苯为 $3.3 \times 10^{-3} \text{mg/m}^3$ 、二硝基苯为 $2.7 \times 10^{-2} \text{mg/m}^3$ 、二硝基甲苯为 $2 \times 10^{-2} \text{mg/m}^3$ 、三硝基甲苯为 $2 \times 10^{-3} \text{mg/m}^3$ (以采集 3L 空气样品计)。测定范围:硝基苯为 $5 \times 10^{-3} \sim 2 \mu\text{g/ml}$,二硝基苯为 $4 \times 10^{-2} \sim 2 \mu\text{g/ml}$,二硝基甲苯为 $3 \times 10^{-2} \sim 2 \mu\text{g/ml}$,三硝基甲苯为 $3 \times 10^{-3} \sim 2 \mu\text{g/ml}$ 。相对标准偏差分别为 5.6%~7.0%。

3.7.2 本法的采样效率为 99%。当空气中待测物以蒸气态和气溶胶态共存的情况下,应采用滤料和硅胶管串联采样,采样流量可用 1L/min。

3.7.3 本法的解吸效率和洗脱效率为 96%~98%。

3.7.4 当样品中仅有 1~2 个化合物时,可不用程序升温,在 100~120℃ 柱温下测定硝基甲苯和硝基氯苯,在 200℃ 柱温下测定二硝基甲苯、二硝基氯苯和三硝基甲苯。可以节省测定时间。

3.7.5 样品测定方法:先将溶剂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,再将后段吸附剂倒入解吸瓶中解吸并测定,测定结果计算时将前后段的结果相加后作相应处理。

4 硝基苯、二硝基苯和三硝基甲苯的填充柱—气相色谱法

4.1 原理

空气中的硝基苯和二硝基苯用装有甲苯的冲击式吸收管采集,直接进样;三硝基甲苯用玻璃纤维滤纸采集,甲苯洗脱后进样;经色谱柱分离,电子捕获检测器检测,以保留时间定性,峰高或峰面积定量。

4.2 仪器

4.2.1 冲击式吸收管。

4.2.2 玻璃纤维滤纸,用前于 500℃ 高温炉中加热 40min。

4.2.3 采样夹,滤料直径 40mm。

4.2.4 小型塑料采样夹,滤料直径 25mm。

4.2.5 空气采样器,流量 0~5L/min(防爆型)。

4.2.6 具塞刻度试管,10ml。

4.2.7 微量注射器,10 μl 。

4.2.8 气相色谱仪,电子捕获检测器。

仪器操作参考条件

色谱柱:2m \times 3mm,OV-17:QF-1:Chromosorb WAW DMCS=2:1.5:100;

柱温:190℃;单独测定三硝基甲苯时,可使用 210℃;

汽化室温度:250℃;

检测室温度:250℃;

载气(氮气)流量:50ml/min。

4.3 试剂

4.3.1 甲苯,优级纯。

4.3.2 OV-17 和 QF-1,色谱固定液。

4.3.3 Chromosorb WAW DMCS,色谱担体,60~80 目。

4.3.4 标准溶液:在 25ml 容量瓶中,加入约 10ml 甲苯,准确称量后,加入一定量的硝基苯、二硝基苯或三硝基甲苯(色谱纯),再准确称量;溶解后,用甲苯稀释至刻度。由 2 次称量之差计算溶液的浓度,为

标准贮备液。临用前,用甲苯稀释成 10.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 硝基苯、二硝基苯或三硝基甲苯标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

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:

4.4.1.1 硝基苯和二硝基苯的采集:在采样点,将一只装有 10.0ml 甲苯的冲击式吸收管,以 3.0L/min 流量采集 15min 空气样品。

4.4.1.2 三硝基甲苯的采集:在采样点,将装有玻璃纤维滤纸的采样夹,以 3.0L/min 流量采集 15min 空气样品。

4.4.2 长时间采样:在采样点,将装有玻璃纤维滤纸的小塑料采样夹,以 1.0L/min 流量采集 2~8h 空气样品。

4.4.3 个体采样:在采样点,将装有玻璃纤维滤纸的小塑料采样夹,佩戴在采样对象的前胸上部,进气口尽量接近呼吸带,以 1.0L/min 流量采集 2~8h 空气样品。

4.4.4 样品空白:将装有吸收液的冲击式吸收管或装有玻璃纤维滤纸的采样夹带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,立即封闭吸收管的进出气口;玻璃纤维滤纸采尘面朝里对折 2 次后,置具塞刻度试管中;置清洁容器中运输和保存。甲苯溶液采集的样品应尽快测定。滤纸样品在室温下可保存 7d。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理

4.5.1.1 冲击式吸收管:用吸收管内的吸收液洗涤进气管内壁 3 次,将吸收液倒入具塞刻度试管中,用少量甲苯洗涤吸收管 3 次,洗涤液也倒入具塞刻度试管中,加甲苯至 10.0ml,摇匀,供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围,可用甲苯稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

4.5.1.2 玻璃纤维滤纸:向装有滤纸的具塞刻度试管中,加入 10.0ml 甲苯,不时轻轻振摇,洗脱 30min,洗脱液供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围,可用甲苯稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

4.5.2 标准曲线的绘制:用甲苯稀释标准溶液为 0.0、0.025、0.05、0.25 和 0.50 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 硝基苯标准系列,0.0、0.50、1.00、2.50 和 5.00 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 二硝基苯标准系列,0.0、0.10、0.20、0.50 和 2.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 三硝基甲苯标准系列。参照仪器操作条件,将气相色谱仪调节至最佳测定状态,取 1.0 μl 进样,分别测定标准系列,每个浓度重复测定 3 次;以测得的峰高或峰面积均值对相应的硝基苯、二硝基苯或三硝基甲苯的浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)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溶液;测得峰高或峰面积值后,由标准曲线得硝基苯、二硝基苯或三硝基甲苯的浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)。

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)计算空气中硝基苯、二硝基苯或三硝基甲苯的浓度:

$$C = \frac{10c}{V_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

C——空气中硝基苯、二硝基苯或三硝基甲苯的浓度,mg/m³;

c——测得样品溶液中硝基苯、二硝基苯或三硝基甲苯的浓度(减去样品空白), $\mu\text{g}/\text{ml}$;

10——样品溶液体积,ml;

V₀——标准采样体积,L。

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:硝基苯为 $5 \times 10^{-3} \mu\text{g}/\text{ml}$,二硝基苯为 $4 \times 10^{-2} \mu\text{g}/\text{ml}$,三硝基甲苯为 $3 \times 10^{-3} \mu\text{g}/\text{ml}$;最低检出浓度:硝基苯为 $1.1 \times 10^{-3} \text{mg}/\text{m}^3$,二硝基苯为 $0.9 \times 10^{-2} \text{mg}/\text{m}^3$,三硝基甲苯为 $0.67 \times 10^{-3} \text{mg}/\text{m}^3$ (以采集 45L 空气样品计)。测定范围:硝基苯为 $0.005 \sim 0.5 \mu\text{g}/\text{ml}$,二硝基苯为 $0.04 \sim 5 \mu\text{g}/\text{ml}$,三硝基甲苯为 $0.003 \sim 2 \mu\text{g}/\text{ml}$;相对标准偏差:硝基苯为 $2.3\% \sim 11.2\%$,二硝基苯为 $1.3\% \sim 7.4\%$,三硝基甲苯为 $3.2\% \sim 7.9\%$ 。

4.7.2 若用氚源电子捕获检测器,检测室温度应为 $190 \sim 200^\circ\text{C}$ 。

4.7.3 二硝基苯有三种异构体,应根据现场存在何种异构体,配制标准溶液。

4.7.4 在常温下,硝基苯和二硝基苯主要以蒸气态存在,用本法采样有较好的采样效率。三硝基甲苯则主要以气溶胶态存在,用玻璃纤维滤纸采样,采样效率可达 98% 以上。若现场温度较高,三硝基甲苯会有一些量的蒸气态存在,用本法采样将不能采集蒸气态,造成结果偏低。这种情况下,应在采样夹后面串联一只溶剂解吸型硅胶管(100mg/50mg 硅胶);采样后用甲醇苯溶液解吸和测定。

5 硝基苯、一硝基氯苯、二硝基氯苯和二硝基甲苯的盐酸萘乙二胺分光光度法

5.1 原理

空气中硝基苯、一硝基氯苯、二硝基氯苯和二硝基甲苯用乙醇采集,在酸性溶液中,硝基被还原成氨基,经重氮化后,与盐酸萘乙二胺偶合生成紫色化合物,在 560nm 波长下测量吸光度,进行定量。

5.2 仪器

5.2.1 多孔玻板吸收管。

5.2.2 空气采样器,流量 $0 \sim 3\text{L}/\text{min}$ 。

5.2.3 具塞比色管,10ml,25ml。

5.2.4 分光光度计。

5.3 试剂

实验用水为蒸馏水,试剂为分析纯。

5.3.1 盐酸, $\rho_{20} = 1.18\text{g}/\text{ml}$ 。

5.3.2 吸收液:乙醇溶液(10%,用于硝基苯和二硝基甲苯采集),无水乙醇(用于一硝基氯苯和二硝基氯苯采集)。

5.3.3 盐酸溶液,2mol/L。

5.3.4 三氯化钛溶液,150g/L,置冰箱中保存。

5.3.5 溴化钾溶液,100g/L。

5.3.6 硫酸铜溶液,20g/L。

5.3.7 锌粉。

5.3.8 亚硝酸钠溶液,32g/L,临用前配制。

5.3.9 氨基磺酸铵溶液,20g/L,置冰箱中可保存 7d。

5.3.10 盐酸萘乙二胺溶液,10g/L,置冰箱中可保存 7d。

5.3.11 标准溶液:

5.3.11.1 硝基苯标准溶液:于 25ml 容量瓶中,加 10ml 无水乙醇,准确称量后,加入 2 滴硝基苯(色谱纯),再准确称量;加无水乙醇至刻度。由 2 次称量之差计算溶液浓度,为标准贮备液。临用前,用乙醇溶液(10%)稀释成 $10.0 \mu\text{g}/\text{ml}$ 硝基苯标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

5.3.11.2 一硝基氯苯、二硝基氯苯或二硝基甲苯标准溶液:准确称取 0.1000g 一硝基氯苯、二硝基氯苯或二硝基甲苯(色谱纯),溶于无水乙醇,定量转移入 100ml 容量瓶中,并稀释至刻度,此溶液为 $1.0\text{mg}/\text{ml}$ 标准贮备液;临用前,用乙醇溶液(1:1)稀释成 $10.0 \mu\text{g}/\text{ml}$ 一硝基氯苯、二硝基氯苯或二硝基甲苯标准溶液。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 硝基苯和二硝基甲苯的采集:用一只装有 10.0ml 10%乙醇溶液的多孔玻板吸收管,以 1L/min 流量采集 15min 空气样品。

5.4.2 一硝基氯苯和二硝基氯苯的采集:用一只装有 10.0ml 无水乙醇的多孔玻板吸收管,以 500ml/min 流量采集 15min 空气样品。

5.4.3 样品空白:将装有吸收液的多孔玻板吸收管带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,立即封闭吸收管的进出气口,置于清洁容器内运输和保存。样品应尽快测定。

5.5 分析步骤

5.5.1 样品处理:用吸收管中的吸收液洗涤进气管内壁 3 次;吸收液倒入具塞比色管,用少量吸收液洗涤吸收管 2~3 次,洗涤液也倒入具塞比色管,加吸收液至 10.0ml。混匀后,取 5.0ml 样品溶液置另一具塞比色管中,供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围,可用吸收液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

5.5.2 标准曲线的绘制:

5.5.2.1 硝基苯、一硝基氯苯或二硝基氯苯:在 7 只 10ml 具塞比色管中,分别加入 0.0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80 和 1.00ml 标准溶液,各加 10%乙醇溶液至 5.0ml,配成 0.0、0.20、0.40、0.80、1.20、1.60 和 2.00 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 硝基苯、一硝基氯苯或二硝基氯苯标准系列。向各标准管加入 0.4ml 盐酸溶液和 0.05ml 三氯化钛溶液,摇匀。在 50 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中加热 15min,取出放冷,加 1ml 溴化钾溶液和 0.1ml 亚硝酸钠溶液,摇匀。放置 10min。加 0.5ml 氨基磺酸铵溶液,充分摇至无气泡发生为止,放置 5min。加 1ml 盐酸萘乙二胺溶液,加水至 10.0ml,混匀,放置 15min。在 560nm 波长下测量吸光度,每个浓度重复测定 3 次,以吸光度均值对硝基苯、一硝基氯苯或二硝基氯苯浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)绘制标准曲线。

5.5.2.2 二硝基甲苯:在 7 只 25ml 具塞比色管中,分别加入 0.0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 和 3.00ml 标准溶液,各加 10%乙醇溶液至 5.0ml,配成 0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 和 6.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 二硝基甲苯标准系列。向各标准管加入 0.2g 锌粉,1 滴硫酸铜溶液和 3ml 盐酸。待反应至无气泡产生后,过滤到另一具塞比色管中。用少量水洗涤比色管和漏斗 3 次。将比色管放入 0~5 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中 1min,加入 1.0ml 亚硝酸钠溶液,摇匀。放置 2min。加 1.0ml 氨基磺酸铵溶液,充分摇至无气泡发生为止,放置 5min。加 0.4ml 盐酸萘乙二胺溶液,加水至 25ml,混匀,放置 5min。在 540nm 波长下测量吸光度,每个浓度重复测定 3 次,以吸光度均值对二硝基甲苯浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)绘制标准曲线。

5.5.3 样品测定:用测定标准管的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液,测得吸光度值后,由标准曲线得硝基苯、一硝基氯苯、二硝基氯苯或二硝基甲苯的浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)。

5.6 计算

5.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

5.6.2 按式(4)计算空气中硝基苯、一硝基氯苯、二硝基氯苯或二硝基甲苯的浓度:

$$C = \frac{10c}{V_0} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

C——空气中硝基苯、一硝基氯苯、二硝基氯苯或二硝基甲苯的浓度,mg/m³;

10——吸收液的体积,ml;

c——测得样品溶液中硝基苯、一硝基氯苯、二硝基氯苯或二硝基甲苯浓度(减去样品空白), $\mu\text{g}/\text{ml}$;

V₀——标准采样体积,L。

5.6.3 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:硝基苯为 $0.1\mu\text{g}/\text{ml}$,二硝基甲苯为 $0.5\mu\text{g}/\text{ml}$,一硝基氯苯为 $0.2\mu\text{g}/\text{ml}$,二硝基氯苯为 $0.4\mu\text{g}/\text{ml}$ 。最低检出浓度(以采集 15L 空气样品计):硝基苯为 $0.07\text{mg}/\text{m}^3$,二硝基甲苯为 $0.35\text{mg}/\text{m}^3$,一硝基氯苯为 $0.13\text{mg}/\text{m}^3$,二硝基氯苯为 $0.33\text{mg}/\text{m}^3$ 。测定范围:硝基苯为 $0.1\sim 2\mu\text{g}/\text{ml}$ 、一硝基氯苯为 $0.2\sim 2\mu\text{g}/\text{ml}$,二硝基氯苯为 $0.4\sim 2\mu\text{g}/\text{ml}$,二硝基甲苯为 $0.5\sim 6\mu\text{g}/\text{ml}$;相对标准偏差:硝基苯为 $2.0\%\sim 8.0\%$,二硝基甲苯为 $2.7\%\sim 6.4\%$,一硝基氯苯为 $2.2\%\sim 7.3\%$,二硝基氯苯为 $2.8\%\sim 13.6\%$ 。

5.7.2 采样效率:硝基苯为 $91\%\sim 96\%$,二硝基甲苯为 99% ,一硝基氯苯为 $87\%\sim 96\%$,二硝基氯苯为 $90\%\sim 96\%$ 。

5.7.3 反应溶液的酸度对本法有较大的影响,低则出现浑浊,高则显色所需时间长。过量的亚硝酸钠必须用氨基磺酸铵消除完全,否则,能与盐酸萘乙二胺生成黄色,影响测定。显色后应尽快测量吸光度。

5.7.4 本反应不是特异的,其他硝基化合物和苯胺类化合物等有干扰。如有苯胺类化合物干扰时,可取一半样品不经还原作测定,并扣去此值即可。二硝基苯等硝基化合物也可用此方法测定。
