

中华人民共和国国家标准

车间空气中三氟甲基次氟酸酯卫生标准

GB 16191—1996

Health standard for trifluoromethyl
hypofluorite in the air of workplace

1 主题内容与适用范围

本标准规定了车间空气中三氟甲基次氟酸酯的最高容许浓度及其监测检验方法。
本标准适用于生产和使用三氟甲基次氟酸酯的各类工作场所。

2 卫生要求

车间空气中三氟甲基次氟酸酯最高容许浓度为 0.2 mg/m^3 。

3 监测检验方法

本标准的监测检验方法采用固定相冷冻浓缩-气相色谱法,见附录 A。

4 监测执行

各级卫生行政部门负责监督本标准的执行。

附录 A
固定相冷冻浓缩-气相色谱法
(补充件)

A1 原理

空气中三氟甲基次氟酸酯用全氟醚油-硅胶色谱固定相冷冻浓缩,热解吸后经该柱分离,电子捕获检测器检测,保留时间定性,峰面积定量。

本法检测限为 $6 \times 10^{-3} \text{ mg/m}^3$ 。

A2 仪器

- A2.1 气相色谱仪,电子捕获检测器。
- A2.2 超级恒温器。
- A2.3 广口保温瓶。
- A2.4 10 L 聚氯乙烯薄膜(0.2 mm)取样袋。
- A2.5 浓缩管;不锈钢螺旋管,长 1 m、内径 4 mm。
- A2.6 注射器:100 mL、2 mL、100 μL 。

A3 试剂

- A3.1 三氟甲基次氟酸酯标准气(纯度 $>98\%$)。
- A3.2 全氟醚油,色谱固定液。
- A3.3 色谱硅胶,60~80 目。
- A3.4 液氮。
- A3.5 酒精。

A4 采样

用已经纯化洁净的取样袋连上三通三路活塞和 100 mL 注射器,用 100 mL 注射器计量抽取现场空气中样品储存于气袋中备用。

A5 分析步骤

A5.1 冷冻浓缩方法

A5.1.1 将浓缩管置于 -116°C 冷阱中预冷 25 min 后在管的进样端接氮气袋,开水泵并调至所需流速,5 min 后进样端换上样品袋控制一定流速进行样品浓缩。

A5.1.2 浓缩一定体积后,关闭进样端和样品袋出口,取下样品袋,继续抽气 2 min,以减少氧气残留。关闭浓缩管抽气端,取出浓缩管,在抽气端接通 100 mL 注射器以收集浓缩样品。

A5.1.3 待浓缩管自然升温 10 min 后,将管置于 40°C 恒温水浴中,热解吸 40 min 后用 100 mL 注射器在管进样端 8 min 内均匀补氮气 80 mL,将浓缩管中样品全部置换到样品收集器中,立即夹住收集器上的橡皮管,取下收集器,准确记录收集的浓缩气体积,混匀后作色谱分析。

A5.2 色谱条件

- a. 色谱柱:10%全氟醚油-硅胶,375 mm \times 4 mm(内径)不锈钢管。

冷冻浓缩及热解吸收集装置见图 A1。

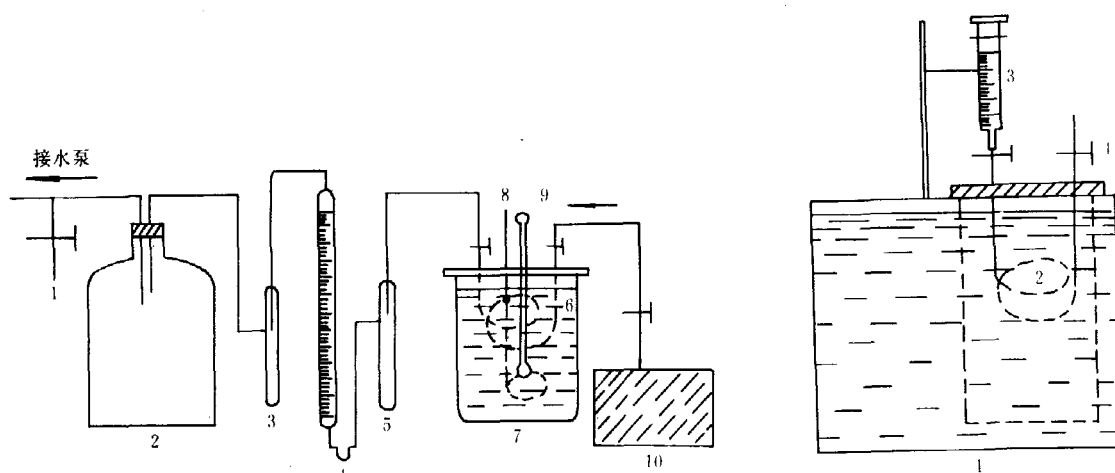


图 A1

a. 样品冷冻浓缩装置

1—螺旋止水夹(其余为弹簧止水夹);2—3 L 安全瓶;3、5—
气分离仪;4—皂膜流速计;6—固定相样品浓缩管;
7—广口保温瓶;8—搅拌棒;9—温度计;10—样品袋

b. 热解吸收集装置

1—超级恒温器;2—样品浓缩管;
3—样品收集器;4—弹簧止水夹

b. 柱温:40℃。

c. 汽化室温度:60℃。

d. 检测室温度:240℃。

e. 检测器: ECD⁶³Ni, 脉冲周期, 100 μs, 放大器输入高阻, 10⁹Ω。

f. 载气: 氮气, 15 mL/min(经活化活性炭, 5A 分子筛脱水硅胶纯化)。

A5.3 标准样品的配制

将 100 mL 注射器抽至真空后封闭进气口, 注入氮气 20 mL, 用微量注射器准确抽取一定量的三氟甲基次氟酸酯纯气, 注入该注射器内, 再用氮气稀释至 100 mL 刻度, 混合后作为备用标准气, 然后再用氮气逐次稀释配制成所需的各种浓度标准气样。测量保留时间及峰面积, 绘制标准曲线。

A5.4 色谱图

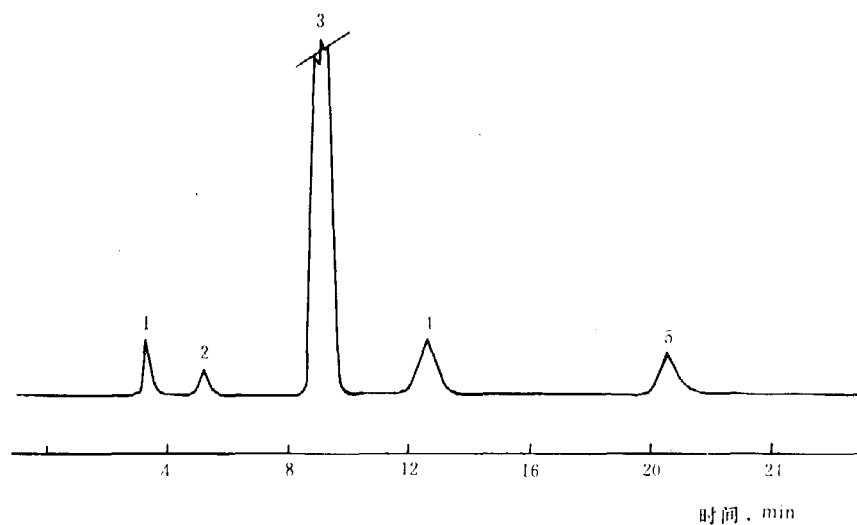


图 A2 样品分离图

1—空气;2—CF₄;3—CF₃OF;4—CO₂;5—CF₃OOCF₃

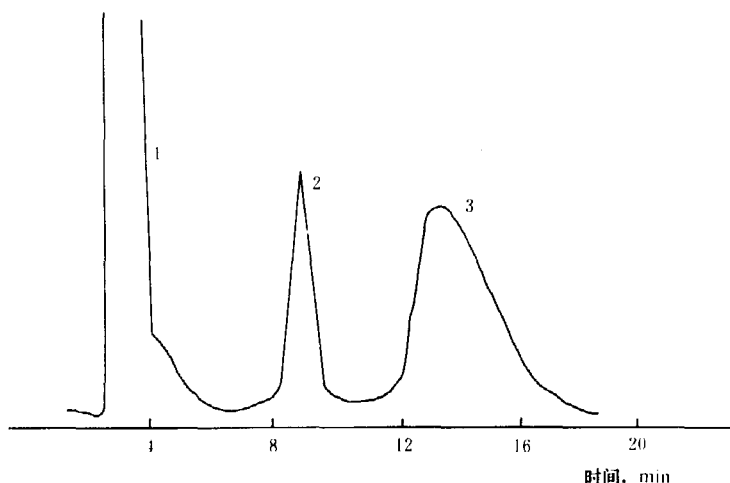


图 A3 浓缩样品分析图

1—O; 2—CF₃OF; 3—CO₂

A5.5 样品分析

采用与标准样品相同的分析条件,分析浓缩样品,用保留时间定性,峰面积、回收浓缩倍数定量。

A6 计算

$$C = \frac{A_d \cdot C_s}{A_s \cdot T_v \cdot R} \dots\dots\dots (A1)$$

- 式中: C——空气中三氟甲基次氟酸酯的浓度,mg/m³;
 A_d——浓缩样品峰面积,cm²;
 C_s——三氟甲基次氟酸酯的标准浓度,mg/m³;
 A_s——标准的峰面积,cm²;
 T_v——体积浓缩倍数;
 R——回收率。

说明:浓缩管使用后检查并在 40℃水浴中通氮气处理,再检查后备下次浓缩之用。

附加说明:

本标准由中华人民共和国卫生部提出。
 本标准由四川省劳动卫生职业病防治研究所负责起草。
 本标准主要起草人王泽甫、康忠玉、丁守先、张万友、向维君。
 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。