

广东省职业卫生技术质量控制中心技术指南

GDOHTQC 027-2023

工作场所空气中煤焦油沥青挥发物(按苯溶物计) 的超声洗脱称重法

Determination of coal tar pitch volatiles(as benzene soluble matter) in workplace air
by ultrasonic elution and weighing method

2023-08-22 发布

2023-08-22 实施

广东省职业卫生技术质量控制中心 发布

前 言

本技术指南按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本技术指南由广东省职业卫生技术质量控制中心提出并归口。

本技术指南负责制定单位为广东省职业病防治院，参与制定单位有广州市职业病防治院、东莞市职业病防治中心、佛山市职业病防治所、惠州市职业病防治院和佛山市南海区疾病预防控制中心。

本技术指南主要起草人：孙毅、吴川、王伟辉、秦亦如、杨雪姬、郭尧平、张凤华、蔡小璇、陈冠林、张琼、谭广辉、兰红军、吴邦华、戎伟丰。

工作场所空气中煤焦油沥青挥发物的超声洗脱称重法

1 范围

本技术指南规定了工作场所空气中煤焦油沥青挥发物的超声洗脱称重法。
本技术指南适用于工作场所空气中气溶胶态煤焦油沥青挥发物的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本技术指南的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本技术指南。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本技术指南。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 原理

空气中气溶胶态的煤焦油沥青挥发物用超细玻璃纤维滤膜采集，用苯洗脱，挥发苯后，用称量法测定苯溶物的含量。

4 仪器设备与材料

- 4.1 超细玻璃纤维滤膜，孔径 $0.8\mu\text{m}$ 。
- 4.2 采样夹，滤料直径 37mm 或 40mm。
- 4.3 空气采样器，满足 $5.0\text{L}/\text{min}\sim 80.0\text{L}/\text{min}$ 。
- 4.4 溶剂洗脱瓶，带聚四氟乙烯帽，10mL。
- 4.5 聚四氟乙烯杯。
- 4.6 铝箔或不透明容器。
- 4.7 针式过滤器（有机相），孔径 $0.45\mu\text{m}$ 。
- 4.8 真空干燥箱。
- 4.9 超声波清洗器。
- 4.10 分析天平，感量 0.01mg 。

5 试剂

- 5.1 苯（ C_6H_6 ），优级纯。
- 5.2 四氢呋喃（ $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$ ），优级纯。

6 样品的采集、运输和保存

6.1 采样前滤膜的准备：将滤膜在环境控制的称重区域或容器中静置1h以上，用镊子取下滤膜的衬纸，将滤膜通过除静电器，除去滤膜的静电，在分析天平上准确称量，记录滤膜的质量和编号。将滤膜和衬纸放入相应容器中备用，或将滤膜直接安装在采样头上。

6.2 现场采样

6.2.1 现场采样按照GBZ 159执行。

6.2.2 样品采集

短时间采样时，用装好超细玻璃纤维滤膜的采样夹，以80.0L/min流量采集15min空气样品。长时间采样时，用装好超细玻璃纤维滤膜的采样夹，根据现场待测物的浓度情况，以20.0L/min~50.0L/min流量采集2h~8h空气样品，或以5.0L/min流量采集4h~8h空气样品。

6.2.3 样品空白：打开装有超细玻璃纤维滤膜的采样夹，立即取出滤膜，放入清洁的塑料袋或纸袋中，然后同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于2个样品空白。

6.2.4 样品保存和运输：采样后，立即打开采样夹，取出滤膜，接尘面朝里对折两次，放入清洁塑料袋或纸袋中，置清洁铝箔或不透明容器内保存和运输。样品在室温下至少可稳定保存5d，在4℃条件下至少可稳定保存21d。

7 分析步骤

7.1 称量容器的准备：用四氢呋喃在超声波清洗器中清洗聚四氟乙烯杯3次，每次3min~5min。将杯子放在架子上放入预先加热的真空干燥箱中(40℃，20mmHg)1h。用镊子取出聚四氟乙烯杯，置干燥器内冷却后，在分析天平上反复准确称量，直至恒重，得聚四氟乙烯杯的质量。

7.2 样品的预称量：将采样后的滤膜在环境控制的称重区域或容器中静置1h以上。称重并记录采样后的重量，与采样前的重量进行比较，若增重小于0.10mg，则认为样品测得值小于最低定量浓度，可不进行样品的提取。

7.3 样品的提取：

7.3.1 样品的洗脱：将超细玻璃纤维滤膜放入溶剂洗脱瓶中，加入5mL苯，封闭后，置超声清洗器中洗脱60min。样品洗脱溶液通过针式过滤器（以除去颗粒物）过滤到已称量好的聚四氟乙烯杯中。再用5mL苯洗脱超细玻璃纤维滤膜两次，每次20min，洗脱溶液并入聚四氟乙烯杯中。用少量苯洗涤针式过滤器两次，洗涤溶液也并入聚四氟乙烯杯中。

7.3.2 样品的干燥：将装有洗脱溶液的聚四氟乙烯杯放入预先加热的真空烘箱(40℃，20mmHg)中。通入适当的空气将苯蒸气从真空烘箱中驱除。加热3h~4h。取出，供称量。

7.3.3 样品的称量：在分析天平上，反复准确称量干燥的聚四氟乙烯杯，直至恒重，得到聚四氟乙烯杯和苯溶物的总质量。

7.4 样品空白的测定：同样品的处理一致。

8 计算

8.1 按GBZ 159 的方法和要求将样品的采样体积换算成样品的标准采样体积 (V_{20}):

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273 + t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_{20} ——样品的标准采样体积，单位为升（L）；

V ——样品的采样体积，单位为升（L）；

t ——样品采集时的空气温度，单位为摄氏度（℃）；

P ——样品采集时的空气大气压，单位为千帕（kPa）。

8.2 按式（2）计算空气中煤焦油沥青挥发物（以苯溶物计）的浓度：

$$\rho = \frac{(m_2 - m_1 - m_0)}{V_{20}} \times 1000 \dots\dots\dots (2)$$

ρ ——空气中煤焦油沥青挥发物（以苯溶物计）的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m³）；

m_0 ——样品空白质量，单位为毫克（mg）；

m_1 ——聚四氟乙烯杯的质量，单位为毫克（mg）；

m_2 ——聚四氟乙烯杯和苯溶物的总质量，单位为毫克（mg）；

V_{20} ——标准采样体积，单位为升（L）。

8.3 空气中的时间加权平均接触浓度（ ρ_{TWA} ）按 GBZ 159 规定计算。

9 说明

9.1 本技术指南的定量下限为 0.10mg，最低定量浓度为 0.083mg/m³（以采集 1200.0L 空气样品计），平均相对标准偏差为 4.3%~7.8%，负载容量（直径 37mm 超细玻璃纤维滤膜）为 5.0mg，采样效率为 100.0%，加标回收率为 95.9%~100.8%，洗脱效率为 93.6%~96.5%。应测定每批超细玻璃纤维滤膜的空白和洗脱效率。

9.2 采集煤焦油沥青挥发物应根据现场浓度决定样品采集流量和采样时间，采集的苯溶物量宜≥0.1mg。

9.3 实验中使用的试剂和标准物质为易挥发、具有刺激性或具有致癌性的有毒化学物质，操作过程应在通风柜中进行，并按要求佩戴防护用品，避免吸入呼吸道及接触皮肤和衣物。

9.4 工作场所空气中共存的能溶于苯的气溶胶态化学物质可能干扰本技术指南的测定。