

ICS 13.100
C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.28—2004

工作场所空气有毒物质测定
无机含碳化合物

Methods for determination of inorganic carbon 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无机含碳化合物[包括一氧化碳(Carbon monoxide)和二氧化碳(Carbon dioxide)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WS/T 173—1999。

本标准首次发布于1999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:本溪钢铁公司劳动卫生研究所。

本标准主要起草人:曲正和。

工作场所空气有毒物质测定

无机含碳化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中无机含碳化合物浓度的方法。
本标准适用于工作场所空气中无机含碳化合物浓度的测定。

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 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 一氧化碳和二氧化碳的不分光红外线气体分析仪法

3.1 原理

空气中的一氧化碳或二氧化碳抽入不分光红外线分析仪内,选择性吸收各自的红外线;在一定范围内,吸收值与其浓度呈定量关系。根据吸收值测定一氧化碳或二氧化碳的浓度。

3.2 仪器

3.2.1 铝塑采气袋,0.5~1L。

3.2.2 双联橡皮球。

3.2.3 不分光红外线分析仪。

主要技术指标:

指 标	一氧化碳	二氧化碳
测量范围	0~50mg/m ³ ,0~100mg/m ³ , 0~200mg/m ³ ,0~500mg/m ³	0~0.5%或0~100%
重复性	1%满刻度	≤±1%满刻度
零点漂移	1.5h≤±2%满刻度	4h≤±3%满刻度
量程漂移	3h≤±2%满刻度	4h≤±3%满刻度
线性度	≤±2%满刻度	
干扰误差	对500mg/m ³ CO ₂ 或室温下饱和水蒸气 所产生的干扰信号≤±2%满刻度	1250mg/m ³ CO所产生的干扰信号≤ ±1%满刻度
响应时间	≤60s	<15s
指示噪声	≥0.5%满刻度	
抽气流量		0.5L/min

3.3 试剂

3.3.1 变色硅胶:于120℃干燥2h。

3.3.2 零点校准气

3.3.2.1 一氧化碳校准气:高纯氮(纯度 99.99%)或经过霍加拉特氧化剂和变色硅胶管净化的清洁空气。

3.3.2.2 二氧化碳校准气:高纯氮(纯度 99.99%)或经过烧碱石棉或碱石灰和变色硅胶净化的清洁空气。

3.3.3 量程校准气

3.3.3.1 一氧化碳校准气:CO/N₂ 标准气(50mg/m³),储存于铝合金瓶内,不确定度<2%。

3.3.3.2 二氧化碳校准气:CO₂/N₂ 标准气(0.5%),贮存于铝合金瓶内,不确定度<2%。临用前,用二氧化碳零点校准气稀释成所需浓度的标准气体。

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 样品采集:用双联橡皮球将现场空气样品打入采气袋中,放掉后,再打入现场空气,如此重复 5~6次;然后,将空气样品打满采气袋,密封进气口,带回实验室测定。

3.4.2 样品空白:采气袋应在样品采集前,用氮气或清洁空气充满收集器带至现场,并随样品一起储存和运输。

3.5 分析步骤

3.5.1 实验室测定:按仪器操作说明,将不分光红外线分析仪调节至最佳测定状态。将采气袋中的样品空气通过干燥管进入仪器的气室,待读数稳定后,读取一氧化碳或二氧化碳的浓度。

3.5.2 现场测定:将不分光红外线分析仪带至采样点。按仪器操作说明,将不分光红外线分析仪调节至最佳测定状态。直接将空气样品采入仪器内测定,待读数稳定后,读取一氧化碳或二氧化碳的浓度。

3.6 计算

3.6.1 空气中一氧化碳或二氧化碳浓度由仪器直接读取,通常不再进行计算。

3.6.2 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:一氧化碳为 0.1mg/m³,二氧化碳为 0.001%;测定范围:一氧化碳为 0.1~50mg/m³,二氧化碳为 0.001%~0.5%。若浓度超过测定范围,应选择较大量程进行测定。

3.7.2 本法的精密度和准确度取决于量程校准气的不确定度和仪器稳定性误差。

3.7.3 由于空气中的水分对测定有干扰,在测定样品时,应将样品空气先通过变色硅胶管,除去水分。一氧化碳的特征吸收峰为 4.65μm,二氧化碳为 4.3μm,甲烷为 3.3μm,因此,甲烷不干扰本法的测定。

3.7.4 应使用经指定的有关机构认定的不分光红外线分析仪。

4 一氧化碳的直接进样—气相色谱法

4.1 原理

空气中的一氧化碳用注射器采集,直接进样。一氧化碳在氢气中经分子筛与碳多孔小球串联柱分离,通过镍催化剂转化为甲烷,用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。

4.2 仪器

4.2.1 注射器,100ml,2ml。

4.2.2 气相色谱仪,氢焰离子化检测器,带一氧化碳镍催化剂转化炉。

仪器操作参考条件

色谱柱:1.2m×3mm 5A 或 13X 分子筛,放在前;0.8m×3mm 柱内装碳多孔小球;两柱串联。

柱温:60℃;

汽化室温度:130℃;

检测室温度:130℃;

转化炉温度:380℃;

载气(氢气)流量:55ml/min;

氮气流量:130ml/min。

4.3 试剂

4.3.1 5A 或 13X 分子筛,60~80 目。在 550℃活化 2h,于干燥器中冷却后立即装柱。

4.3.2 碳多孔小球(TDX-01),60~80 目。

4.3.3 一氧化碳标准气:用国家认可的标准气配制。

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 在采样点,用空气样品抽洗 100ml 注射器 3 次,然后抽取 100ml 空气样品,立即封闭进气口后,垂直放置,置清洁容器内运输和保存。尽快测定。

4.4.2 样品空白:注射器在样品采集前,用氮气或清洁空气充满收集器带至现场,并随样品一起储存和运输。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理:将采过样的注射器放在测定标准系列同样的环境中,供测定。若浓度超过测定范围,用清洁空气稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

4.5.2 标准曲线的绘制:取标准气用氮气或清洁空气稀释成 0.0、0.005、0.02、0.05、0.20 和 0.50 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 一氧化碳的标准系列。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 1.0ml,分别测定各标准管,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一氧化碳含量(μg)绘制标准曲线。

4.5.3 样品测定:用测定标准管的操作条件测定样品气和样品空白,测得的峰高或峰面积值后,由标准曲线得一氧化碳的含量(μg)。

4.6 计算

4.6.1 按式(1)计算空气中一氧化碳的浓度:

$$C = \frac{m}{V} \times 1000 \quad (1)$$

式中:

C——空气中一氧化碳的浓度, mg/m^3 ;

m——测得的一氧化碳含量(减去样品空白), μg ;

V——进样体积,ml。

4.6.2 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

4.7 说明

4.7.1 本法的最低检出浓度为 1.25 mg/m^3 ;测定范围为 1.25~500 mg/m^3 。相对标准偏差为 4.1%~5.8%。

4.7.2 若空气峰与一氧化碳峰有重叠时,可选择载气或氮气的最佳流量,或将碳多孔小球在氢气流下于 180℃处理 6h,镍催化剂于 380℃处理 10h。

4.7.3 空气中的甲烷、二氧化碳及其他有机物均不干扰测定。