

气,再逐级稀释到所需浓度。

4 测定方法

气体样品用真空采样泵定量抽入仪器上的C型吸附管中,加热吸附管进行热解吸,用载气将待测成分携入色谱柱进行分离,经过光离子化检测器(PID)检测。

5 结果与讨论

5.1 测定条件的选择

5.1.1 解吸温度的选择 选择了90、125、160、190、210、220℃6个解吸温度进行测定,实验结果表明随解吸温度增高,峰面积增大,同浓度样品在190℃以上达到完全解吸。

5.1.2 柱温的选择 120℃时胺类化合物完全分离。

5.1.3 进样口温度选择 由于苯胺的沸点较高(184℃),所以进样温度宜选择80~100℃,以避免苯胺在进样口吸附。

5.2 方法精密度与准确度

配制3个浓度水平的胺类化合物气体样品重复测定,结果表明方法变异系数小于10%,可以满足现场监测的要求(见表1)。

表1 胺类化合物测定精密度

化合物名称	浓度(mg/m ³)	测定次数	相对标准偏差(%)
二甲胺	7.97	6	5.3
	3.99	6	6.8
	1.99	6	8.1
二甲基甲酰胺	22.90	6	4.3
	11.45	6	4.1
	5.72	6	3.4
二甲基乙酰胺	23.50	6	3.4
	11.75	6	3.2
	5.88	6	2.9
苯胺	25.54	6	2.5
	12.77	6	4.6
	3.19	6	7.3

5.3 方法检测限

用采气袋配制低浓度胺类气体,测得本方法在进样500毫升气体时,胺类化合物的检测限如表2。

表2 胺类化合物检出限 mg/m³

化合物名称	最低检出限	化合物名称	最低检出限
二甲胺	0.01	二甲基乙酰胺	0.05
二甲基甲酰胺	0.05	苯胺	0.4

5.4 标准曲线绘制

分别配制3种浓度的胺类化合物标准气体样品,直接进样,实际结果表明(见表3)空气中胺类化合物的检测在1~60mg/m³范围内都有良好的线性,相关系数大于0.9990。

表3 胺类化合物测定相关系数

化合物名称	相关系数	化合物名称	相关系数
二甲胺	0.9990	二甲基乙酰胺	0.9998
二甲基甲酰胺	0.9993	苯胺	0.9997

5.5 本实验室所用便携式气相色谱仪,配备了PID检测器。该检测器携带容易,并且具有检测灵敏度高、检测下限低、线性动态范围宽和不破坏被测物质分子结构等特点。它能够测定化学工业中几百种含量低至10⁻⁹级或者10⁻⁶级的有机和无机化合物,检测下限低于工业卫生标准以下^[3]。该仪器配置的色谱柱为毛细色谱柱,它缩小了整台仪器的体积,使得便携成为可能,并且它的优秀的分离效果与PID检测器、笔记本电脑、PCT吸附解吸管、真空进样泵等配合使用,使得快速、准确测定大气中的许多物质成为现实。

参考文献:

- [1] 中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所. 车间空气监测检验方法[M]. 第3版. 北京: 人民卫生出版社, 1990. 410-412.
- [2] 徐伯洪. 作业场所空气和生物材料检测推荐方法[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1996. 187-188.
- [3] 陈烈贤, 等. 光离子检测器及其在环境监测中的应用[J]. 分析仪器, 1993, 3: 38-42.

作业环境中二氧化钛含量测定

Determination of titanium dioxide in working environment

和利

HE Li

(哈尔滨市职业病防治院, 黑龙江 哈尔滨 150080)

摘要: 初步建立了作业环境中二氧化钛含量的测定方法,其灵敏度、精密度、准确度均较好,采样效率基本达到了实验要求。

关键词: 二氧化钛; 测定

中图分类号: O614.411 文献标识码: B

文章编号: 1002-221X(2000)05-0313-02

收稿日期: 1999-08-23; 修回日期: 1999-11-30

作者简介: 和利(1951—),女,河北省人,主管检验技师,从事劳动卫生检验工作。

为探讨电焊作业环境中二氧化钛实际浓度问题,参阅国内外资料,初步建立起以国产慢速定量滤纸阻留电焊烟尘,经湿消化法处理后,用变色酸比色定量的方法。本法的灵敏度、精密度、准确度均较好,采样效率基本达到了实验要求,现场采样分析样品管与标准管色调一致。

1 实验方法

1.1 原理

二氧化钛气溶胶被滤纸阻留后经酸消解生成硫酸钛，再与变色酸作用生成紫红色络合物比色定量。

1.2 仪器与器材

采样夹，测尘器（0~10L/min），慢速定量滤纸，凯氏烧瓶（100~150ml），具塞比色管（25ml），分光光度计。

1.3 试剂

浓硫酸，浓硝酸，过氯酸。

变色酸溶液：于100ml量瓶中加入0.1克变色酸，溶于1ml蒸馏水中，再加浓硫酸至刻度，混匀。

标准溶液：称取二氧化钛（TiO₂）50mg于100ml烧杯中，加硫酸50ml加热溶解，冷却后移入100ml量瓶中，加硫酸至刻度。取上液1.0ml于100ml量瓶中，加硫酸至刻度，此液1.0ml含5.0 μ g二氧化钛。

1.4 采样

将滤纸装在采样夹内，以10L/min抽取100L空气。

1.5 分析

将滤纸放入凯氏烧瓶中，加硫酸2ml，硝酸3ml，过氯酸0.5ml，置于电炉上加热消解，至溶液变为透明，冷后移入25ml比色管中，并用适量硫酸洗涤烧瓶，洗液倒入比色管中，使总体积为25ml，摇匀，取10ml样品溶液加入装有5ml变色酸溶液的25ml比色管中。另取7支装有5ml变色酸溶液的25ml比色管，吸取含量分别为0、5、10、20、30、40、50 μ g二氧化钛的标准液，依次加入硫酸至15ml，制成标准管。将样品管与标准管摇匀，静止30min后于波长545nm下比色定量。

1.6 计算

$$C = \frac{2.5m}{V_0}$$

C——空气中二氧化钛浓度（mg/m³）；

m——样品中二氧化钛含量（ μ g）；

V₀——换算成标准状况下的采样体积（L）。

2 实验结果与讨论

2.1 方法灵敏度、测定范围及线性方程

分别取1~10 μ g、10~100 μ g两组间距不同的标准样品色列进行比较，结果表明5 μ g以下无色，5~50 μ g之间色阶分明，符合比尔定律。故以5~50 μ g浓度进行比较，确定0.5 μ g/ml为本方法灵敏度，其线性方程为y=0.052x-0.0024。

2.2 精密度

用两种浓度的标准溶液在同次实验中的变异系数来衡量此法精密度和重复性，见表1。

2.3 显色溶液的稳定性

将标准样品色列放置不同时间，按本方法测定其吸光度值，见表2。

由表2可见，显色溶液放置1小时其吸光度值变化不大。

2.4 不同流速的采样效率

表1 两种浓度的重复实验

二氧化钛 (μ g/ml)	吸光度 (A)	二氧化钛 (3 μ g/ml)	吸光度 (A)
测定次数 (n=6)	0.045 0.045 0.043 0.048 0.044 0.043	测定次数 (n=6)	0.157 0.156 0.153 0.157 0.156 0.160
$\bar{x} \pm s$	0.045 \pm 0.0018	$\bar{x} \pm s$	0.155 \pm 0.0027
CV%	4.20	CV%	1.74

表2 显色溶液的稳定性实验

浓度 (μ g/ml)	吸光度 (A)			
	10min	20min	40min	60min
1.0	0.045	0.045	0.048	0.050
3.0	0.157	0.150	0.165	0.155
5.0	0.255	0.245	0.255	0.260

将各装有两张定量滤纸的采样器，分别用5L/min和10L/min的流速，于10分钟内抽取电焊作业现场空气，以空白管调零点，测定其吸光度值，见表3。

表3 不同流速的采样效率

采样流速	第一滤纸		第二滤纸	
	吸光度(A)	吸附率(%)	吸光度(A)	吸附率(%)
5L/min	0.160	98.8	0.002	1.2
10L/min	0.245	98.4	0.004	1.6

从表3可以看出流速不超过10L/min对采样效率影响不大。

2.5 干扰试验

由于电焊烟尘中存在二氧化锰，故在二氧化钛浓度为1 μ g/ml的第一组标准管中加入12 μ g二氧化锰；在二氧化钛浓度为3 μ g/ml的第二组标准管中加入24 μ g二氧化锰，按本方法进行试验，其吸光度见表4。

表4 含有两种不同剂量二氧化锰的标准管吸光度值

第一组吸光度值		第二组吸光度值	
n=5	0.045 0.042 0.045 0.043 0.046	n=5	0.156 0.157 0.154 0.156 0.155
$\bar{x} \pm s$	0.044 \pm 0.00173	$\bar{x} \pm s$	0.156 \pm 0.00114
CV%	3.92	CV%	0.73

表4结果表明，两组测定结果的误差均未超过相应的二氧化钛浓度组的变异系数，故可确定二氧化锰对本方法无干扰。

2.6 现场检测

在应用氧化钛型焊条的某焊接研究所，按本方法对现场内外分别进行采样分析，结果见表5。

表5 电焊作业室内外二氧化钛浓度

采样地点	样品数	范围 (mg/m ³)	均值 (mg/m ³)
室内（工作时呼吸带）	10	0.25~3.7	3.0
室外（正常人呼吸带）	4	0	0

表5结果说明外环境浓度均低于0.125mg/m³。