ICS 13.040.30
C 52

中华人民共和国国家标准

GB/T 16099—1995

车间空气中丙烯腈的热解吸气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of acrylonitrile—Thermal desorption gas chromatographic method

1996-01-23发布　　1996-07-01实施

国家技术监督局
中华人民共和国卫生部　发布

需要全本请访问 www.ertongbook.com

中华人民共和国国家标准

车间空气中丙烯腈的热解吸气相色谱测定方法

GB/T 16099—1995

Workplace air—Determination of acrylonitrile —Thermal desorption gas chromatographic method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用 GDX-102 柱分离测定车间空气中丙烯腈。

本标准适用于甲醇、丙烯腈、丙烯酸甲酯共存时丙烯腈的测定。

2 原理

空气中丙烯腈于常温下采集在硅胶采样管中，经热解吸后，用 GDX-102 柱分离，用氢焰离子化检测器检测，以保留时间定性，峰高定量。

3 仪器

3.1 硅胶采样管：长 15 cm，内径 3.5～4.0 mm，外径约 6 mm 的玻璃管，内装 200 mg40～60 目硅胶，两端用玻璃棉固定并加塑料帽密封。此管可供短时间内使用。

3.2 采样泵，0～1 L/min。

3.3 注射器，100 mL，1 mL。

3.4 微量注射器，1 μL。

3.5 热解吸装置：热解吸装置主要由加热器、控温器、测温表及气体流量控制器等部件组成，控温范围为 100～350 ℃，解吸气体为氮气，流量控制范围为 50～100 mL/min。所用热解吸装置的结构应使硅胶管能方便地插入加热器中，并使通过管中气体先经预热，硅胶受热均匀。

3.6 气相色谱仪，氢焰离子化检测器，7 ng 丙烯腈给出的信噪比不低于 3∶1。

色谱柱：柱长 2 m，内径 4 mm，不锈钢柱，填充 GDX-102 固定相。

柱温：150℃；

检测室温度：170℃；

汽化室温度：170℃；

载气(氮气)：110 mL/min。

4 试剂

4.1 丙烯腈，色谱纯。

4.2 GDX-102，40～60 目，色谱固定相。

5 采样

在采样地点除去采样管两端塑料帽，垂直放置，以 0.1 L/min 速度采集 1 L 空气。采样后套上塑料

国家技术监督局 1995-12-15 批准　　1996-07-01 实施

帽，带回实验室分析。

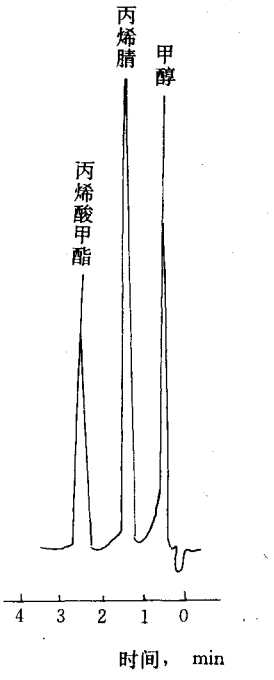
6 分析步骤

6.1 对照试验 用未采过样品的硅胶管(3.1)按照样品的处理(6.2)步骤处理，作为空白对照。

6.2 样品处理 去掉样品管两端塑料帽，将其与 100 mL 注射器相连，放于热解吸装置上，用氮气以 100 mL/min 的速度于 180℃条件下解吸至 100 mL。

6.3 标准曲线的绘制 用 1 μL 微量注射器取一定量的丙烯腈(于 20℃时 1 μL 丙烯腈质量为 0.806 0 mg)，注入 100 mL 注射器中，用清洁空气稀释至一定体积，取一定量上述气体再用空气稀释成 0.05，0.10，0.15，0.20，0.25 μg/mL 的丙烯腈标准气体。分别取 1 mL 进样，测量保留时间及峰高，每个浓度重复三次取峰高的平均值，以丙烯腈含量对峰高作图，绘制标准曲线。保留时间为定性指标。

6.4 测定 取 1 mL 解吸气进样，用保留时间定性，峰高定量。



丙烯腈色谱图

7 计算

7.1 按式(1)将样品体积换算成标准状况下的体积。

$$V_0 = V \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{p}{101.3} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：V_0——标准状况下的样品体积，L；

V——样品体积，L；

t——温度，℃；

p——大气压力，kPa。

7.2 按式(2)计算丙烯腈的浓度。

$$X = \frac{C}{V_0} \times 100 \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：X——空气中丙烯腈的浓度，mg/m^3；

C——所取解吸气中丙烯腈含量，μg；

V_0——标准状况下的样品体积，L。

8 说明

8.1 方法检出限 7×10^{-3} μg(直接进样 1 mL 空气样品)，测定范围 1.4～25 mg/m³(按本法浓缩进样)，直接进样测定范围 14～250 mg/m³；丙烯腈浓度在 0.02 μg/mL 和 0.2 μg/mL 时，各经 6 次测定，其变异系数分别为 3.6%和 4.0%。

8.2 湿度在 90%时，用 20 mg/m³ 丙烯腈标准气，以 0.1 L/min 的速度，对 100 mg 硅胶进行穿透试验，其穿透量为 0.019 7 mg。

8.3 4 μg 丙烯腈标准气样在硅胶管中，于室温下，可保存 5 d，其平均回收率为 100.8%。

8.4 硅胶管能吸附许多有机蒸气，采样后应尽快用塑料帽将管的两端套紧，防止污染。

8.5 甲醇、丙烯酸甲酯对测定不干扰。

附加说明：

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由黑龙江省劳动卫生职业病研究所负责起草。

本标准主要起草人侯树椿、赵东民。

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。

需要全本请访问 www.ertongbook.com

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车间空气中丙烯腈的热解吸气相色谱测定方法
GB/T 16099—1995
*
中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印
*
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字
1996年10月第一版 1996年10月第一次印刷
印数 1—2 500
*
书号:155066·1-13017 定价 8.00 元
*
标 目 297—60

