ICS 13.040.30
C 52

中华人民共和国国家标准

GB/T 16075—1995

车间空气中环氧乙烷的热解吸气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of ethylene oxide—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

车间空气中环氧乙烷的热解吸气相色谱测定方法

GB/T 16075—1995

Workplace air—Determination of ethylene oxide —Thermal desorption gas chromatographic method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用角鲨烷-吐温 80 混合柱分离测定车间空气中环氧乙烷。

本标准适用于环氧乙烷生产车间、洗涤剂合成车间及环氧乙烷消毒场所。

2 原理

用活性炭管采集空气中环氧乙烷，热解吸后进样，经角鲨烷-吐温 80 混合柱分离后，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 活性炭管：用长 250 mm，内径 3.5～4.0 mm，外径约 6 mm 的玻璃管，装入 100 mg20～40 目椰子壳活性炭，两端用少量玻璃棉固定。在装管前应先将活性炭于 300～350℃通氮气处理 3～4 h。装管后再用氮气于上述温度下吹 5～10 min。短时间内应用其两端套上塑料帽保存；长时间应用其两端用火熔封保存。

3.2 采样泵：0～1 L/min。

3.3 注射器：100 mL，1 mL。

3.4 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分组成，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活性炭管能方便地插入加热器中，并使通过管中的气体先经预热，活性炭受热均匀。

3.5 气相色谱仪，氢焰离子化检测器。1 ng 环氧乙烷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。

角鲨烷∶吐温 80∶硅烷化 101 担体＝10∶0.5∶100

柱温：60℃。

汽化室温度：150℃。

检测室温度：150℃。

载气(氮气)：50 mL/min。

4 试剂

4.1 环氧乙烷。

4.2 乙醚。

4.3 角鲨烷，色谱固定液。

国家技术监督局 1995-12-15 批准　　1996-07-01 实施

4.4 吐温 80，色谱固定液。

4.5 硅烷化 101 担体，80～100 目。

5 采样

在采样地点打开活性炭管，两端孔径至少为 2 mm，垂直放置，以 0.05～0.1 L/min 的速度抽取 1 L 空气。采样后将管的两端套上塑料帽，在 0～5℃低温保存，当日分析。

6 分析步骤

6.1 对照试验

将活性炭管带至现场，随样品一起带回实验室，照样品分析，作为空白对照。

6.2 样品处理

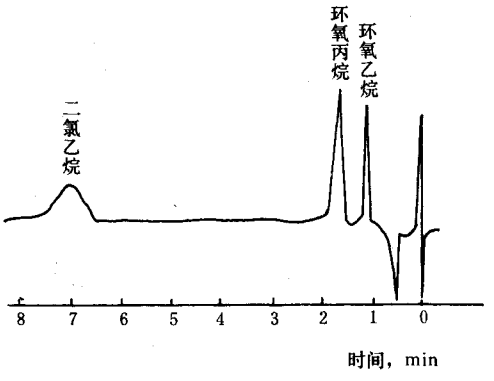
把样品管进气口与 100 mL 注射器相联，放在热解吸装置上，用氮气以 50～60 mL/min 的速度于 200℃解吸，解吸体积为 100 mL。

6.3 标准曲线绘制

用 5 mL 注射器取一定量的环氧乙烷纯气(在标准状况下 1 mL 环氧乙烷气体重 1.965 mg)，注入 100 mL 注射器中，用清洁空气稀释至 100 mL，计算环氧乙烷浓度，然后再用 100 mL 注射器适当稀释配成环氧乙烷浓度为 0.002 5，0.005，0.01，0.05 及 0.1 μg/mL 的标准气体。分别取 1 mL 进样，测量保留时间及峰高，每个浓度重复 3 次，取峰高的平均值。以环氧乙烷的含量对峰高作图，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。色谱图见下图。



环氧乙烷色谱图

7 计算

7.1 按式(1)将样品的体积换算成标准状况下的体积。

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

式中：V_0——标准状况下样品体积，L；

V——样品体积，L；

t——温度，℃；

p——大气压力，kPa。

7.2 按式(2)计算空气中环氧乙烷浓度。

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

式中：X——空气中环氧乙烷浓度，mg/m³；

C——所取解吸气中环氧乙烷的含量，μg；

V_0——标准状况下的样品体积，L；

D——解吸效率，%。

8 说明

8.1 本法的检测限为 1×10^{-3} μg(进 1 mL 解吸气样品)。在本实验条件下，环氧乙烷含量在 0.04，0.4，4 μg/mL时，平均解吸效率为 97%，其变异系数分别为 4.0%，2.9%，6.7%。

8.2 北京光华木材厂生产的 GH-1 型活性炭较适合环氧乙烷采样和热解吸的要求。在空气相对湿度 5%～85%范围下，用 50 mg/m³ 环氧乙烷标准气体，以 0.05 L/min 速度，对 100 mg 活性炭试验的平均穿透容量为 0.067 mg。在实验室以 0.05 L/min 速度，对 500 mg 活性炭管采样 4 h，理论浓度为 0.5～50 mg/m³时，采样效率为 100%～93%。因环氧乙烷穿透容量较小，所以用 100 mg 炭管采样时间不得超过 30 min。需用长时间采样时可用 500 mg 炭管。

8.3 活性炭几乎能吸附所有的有机蒸气，在采样后应防止污染，可用塑料帽套紧管的两端，0～5℃低温保存，当日分析。

8.4 在应用热解吸方法时，应首先试验被测的有机化合物在该解吸温度下的解吸效率，解吸接近完全时方可应用。如解吸效率稍低，但结果尚稳定，在用标准气定量计算结果时应予校正。

附加说明：

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由北京市劳动卫生职业病防治研究所负责起草。

本标准主要起草人季永平、周素梅。

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
车间空气中环氧乙烷的热解吸气相色谱测定方法
GB/T 16075—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9月第一版　1996年9月第一次印刷
印数 1—2 500
*
书号:155066·1-12903　定价 8.00 元
*
标 目 294—61

GB/T 16075-1995