

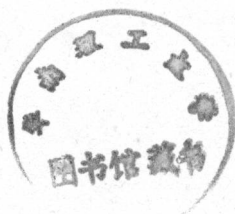


中华人民共和国国家标准

GB/T 17068—1997

车间空气中甲酸的气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of formic acid
—Gas chromatographic method



C9904163

1997-11-11 发布

1998-12-01 实施

国家技术监督局
中华人民共和国卫生部

发布

GB/T 17068—1997

前 言

本标准是为劳动卫生标准配套的监测方法,用于监测空气中甲酸的浓度。本标准是参考了国外的监测方法,结合我国情况经过实验室研究和现场验证后提出的。

本标准从 1998 年 12 月 1 日起实施。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准起草单位:湖北省卫生防疫站。

本标准主要起草人:梁禄、张国祥、来爱平。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院负责解释。



中华人民共和国国家标准

车间空气中甲酸的气相色谱测定方法

GB/T 17068—1997

Workplace air—Determination of formic acid
—Gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了车间空气中甲酸的气相色谱测定方法。

本标准适用于车间空气中甲酸的测定。

2 原理

用硅胶管采集空气中的甲酸,用硫酸溶液解吸,与乙醇酯化生成甲酸乙酯,FFAP-6201 色谱柱分离,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 硅胶管:用长 70 mm,内径 4 mm 的玻璃管,其中装两段浸渍有碳酸钠的 20~40 目硅胶,前段装 600 mg,后段装 200 mg,中间隔以 1 mm 脱脂棉,两端用 2 mm 厚的脱脂棉塞紧,塑料帽封口保存。

3.2 空气采样器:0~1 L/min。

3.3 微量注射器:10 μ L。

3.4 具塞比色管:10 mL。

3.5 反应瓶:具有螺旋帽的平底反应瓶,总体积为 4.5 mL,帽盖的中央有一小孔,内衬聚四氟乙烯或橡皮垫,用螺旋帽扣压封口,不准漏气。

3.6 超级恒温水浴锅: $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

3.7 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。

色谱柱:柱长 2 m,内径 3 mm,不锈钢柱;

FFAP:6201=10:100;

柱温: 80°C ;

汽化室温度: 130°C ;

检测室温度: 150°C ;

载气(氮气):17 mL/min。

4 试剂

4.1 碳酸钠溶液: $c(\text{Na}_2\text{CO}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

4.2 硅胶:20~40 目。将原色硅胶粉碎,过筛,选 20~40 目的硅胶于烧杯中,加硫酸-硝酸混合液(1+1)至高过硅胶表面 1~2 cm,置沸水浴中煮沸 4 h,待冷后弃去酸层,用自来水洗去酸液,再用蒸馏水多次洗涤至无硫酸根离子为止,洗好的硅胶在 110°C 烘干, 360°C 活化 3 h,取出放在试剂瓶中备用。

国家技术监督局 1997-11-11 批准

1998-12-01 实施

- 4.3 碳酸钠硅胶:取硅胶(4.2)加碳酸钠溶液(4.1)浸泡 30 min,弃去碳酸钠溶液,晾干,备用。
- 4.4 硫酸溶液:1+19。
- 4.5 硫酸-乙醇溶液:15 体积浓硫酸加 85 体积 95%乙醇,混合。
- 4.6 FFAP:色谱固定液。
- 4.7 6201 担体:80~100 目。

5 采样

在采样地点打开硅胶管,200 mg 端接采样泵,垂直放置,以 0.5 L/min 的流量,抽取 3 L 空气。

6 分析步骤

- 6.1 对照试验:同采样,在现场打开硅胶管,但不抽取空气,将样品与对照样品分别存放。
- 6.2 样品处理:样品管和对照样品管中的两段硅胶分别倒入具塞比色管中,加 1.5 mL 硫酸溶液(4.4),漩涡混合器上混合,浸泡 30 min。取 0.5 mL 于反应瓶中。
- 6.3 标准曲线的绘制:称取 0.147 9 g 甲酸钠,加水溶解,移入 100 mL 量瓶中,加水至刻度,此液 1 mL 含 1.0 mg 甲酸,临用前用硫酸溶液(4.4)稀释成 250 μg/mL 甲酸标准溶液。取 5 只反应瓶,分别加入标准溶液 0.0, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40 mL (相当于 0.0, 25.0, 50.0, 75.0, 100.0 μg 甲酸),加硫酸溶液(4.4)至 0.5 mL,各加入 0.5 mL 硫酸-乙醇溶液(4.5);放入超级恒温水浴中,于 55℃±0.5℃加热 90 min。在保温情况下,从反应瓶中取 0.1 mL 气体进样。每个浓度重复 3 次,取峰高的平均值,以甲酸的含量对峰高作图,绘制标准曲线。保留时间为定性指标。
- 6.4 测定:向样品管中加入 0.5 mL 硫酸-乙醇溶液(4.5),其后操作同标准曲线绘制(6.3),用保留时间定性,峰高定量。

7 计算

- 7.1 按式(1)将样品体积换算成标准状况下的体积。

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

式中: V_0 ——标准状况下的样品体积, L;

V ——采样体积, L;

t ——采样地点的温度,℃;

p ——采样地点的大气压力, kPa。

- 7.2 按式(2)计算空气中甲酸浓度。

$$c = \frac{3 \times (m_1 + m_2)}{V_0} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——空气中甲酸浓度, mg/m³;

m_1, m_2 ——所取样品气体的甲酸含量, μg;

V_0 ——标准状况下的采样体积, L。

8 说明

- 8.1 本法检出限为 1 μg(进样 0.1 mL 气体)。最低检出浓度为 3 mg/m³(采 3 L 空气)。当甲酸浓度为 20, 40, 80 μg/0.1 mL 时,其相对标准偏差分别为 9.5%, 9.8%, 7.7%。
- 8.2 碳酸钠硅胶管采集甲酸后用硫酸溶液(4.4)为解吸剂,其解吸效率为 76.9%~87.5%。当空气中

甲酸浓度为 $35\sim 66\text{ mg/m}^3$ 时采样效率在 99% 以上。相对湿度对穿透容量影响不显著, 穿透容量大约为 $2\text{ mg}/600\text{ mg}$ 碳酸钠硅胶。

8.3 甲酸在碳酸钠硅胶上比较稳定, 保存 7 天其回收率还在 97% 以上。

2

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车间空气中甲酸的
气相色谱测定方法
GB/T 17068—1997

*

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 5 千字
1998年5月第一版 1998年5月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-14778 定价 6.00 元

*

标 目 336—22