

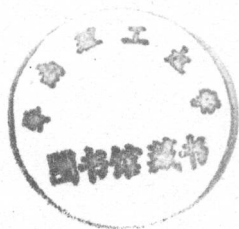


中华人民共和国国家标准

GB/T 17075—1997

车间空气中丁醇的溶剂 解吸气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of butyl alcohol—Solvent
desorption gas chromatographic method



C9904176

1997-11-11 发布

1998-12-01 实施

国家技术监督局 发布
中华人民共和国卫生部

GB/T 17075—1997

前 言

本标准是为劳动卫生标准配套的监测方法,用于监测车间空气中丁醇的浓度。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。本标准与直接进样气相色谱法的测定资格等效。

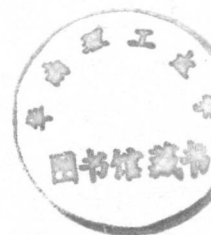
本标准从 1998 年 12 月 1 日起实施。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准起草单位:辽宁省劳动卫生职业病防治所。

本标准主要起草人:程玉琪、曲宁、聂莉、李梦燕、蔡颖。

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

车间空气中丁醇的溶剂 解吸气相色谱测定方法

GB/T 17075—1997

Workplace air—Determination of butyl alcohol
—Solvent desorption gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了溶剂解吸气相色谱测定车间空气中丁醇浓度的方法。
本标准适用于车间空气中丁醇浓度的测定。

2 原理

空气中的丁醇用活性炭管采样后,用异丙醇的二硫化碳溶液解吸,经 FFAP 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 溶剂解吸型活性炭管:在长 80mm、内径 3.5~4.0mm、外径 5.5~6.0mm 的玻璃管中,分前后两段装入 150mg 20~40 目椰子壳活性炭,前段 100mg,后段 50mg,中间用玻璃棉或聚氨酯泡沫塑料隔开,两端用玻璃棉固定,套上塑料帽备用或熔封后保存。在装管前,应先将活性炭于 300~350℃通氮气处理 4h。

3.2 空气采样器:流量 0~1L/min。

3.3 微量注射器:100,10,1 μ L。

3.4 具塞试管:5mL。

3.5 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。

色谱柱:柱长 2m,内径 3~4mm,不锈钢柱;

FFAP: Chromosorb W AW 担体=10:100;

柱温:80℃;

汽化室温度:180℃;

检测室温度:180℃;

载气(氮气):50mL/min。

4 试剂

4.1 丁醇:色谱纯。

4.2 解吸液:1%(V/V)异丙醇的二硫化碳溶液。

4.3 FFAP:色谱固定液。

4.4 Chromosorb W AW 担体:60~80 目。

4.5 丁醇标准溶液:取少量解吸液加于 25mL 量瓶中,密塞,称量,再加少量丁醇,密塞,再称量,两次称

国家技术监督局 1997-11-11 批准

1998-12-01 实施

量差即为丁醇加入量。加解吸液至刻度，配成一定浓度的储备液。临用前取一定量储备液用解吸液稀释成浓度为 0, 200, 400, 800, 2000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液。

5 采样

在采样现场打开活性炭管，50mg 端接采样泵并垂直放置，以 0.2L/min 的流量抽取 2L 空气。采样后将管的两端套上塑料帽，1 周内分析。

6 分析步骤

6.1 对照试验：将未采过样的活性炭管带到采样点，除不采集空气外，其余操作同样品，作为样品的空白对照。

6.2 样品处理：将溶剂解吸型活性炭管中的两段活性炭分别倒入具塞试管中，加 1.0mL 解吸液。密塞，不时振摇，解吸 1h。

6.3 标准曲线的绘制：将仪器调整到测量条件，各取 0.1 μL 标准溶液进样，测量保留时间及峰高。每种浓度重复 3 次，取峰高的平均值，以丁醇的浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) 对峰高作图，绘制标准曲线。保留时间为定性指标。

6.4 测定：在标准曲线测定的同样条件下，取 1.0 μL 样品和空白对照的解吸液进样，用保留时间定性，峰高定量。以测得样品的峰高减去空白对照的峰高后，由标准曲线查得丁醇的浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

7 计算

7.1 按式(1)将采样体积换算成标准状况下的体积。

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

式中： V_0 ——换算成标准状况下的采样体积，L；

V ——采样体积，L；

p ——采样场所的大气压力，kPa；

t ——采样场所的气温， $^{\circ}\text{C}$ 。

7.2 按式(2)计算空气中丁醇的浓度。

$$c = \frac{(c_1 + c_2) \times V}{V_0} \quad (2)$$

式中： c ——空气中丁醇的浓度， mg/m^3 ；

c_1, c_2 ——分别为从标准曲线上查出的炭管前、后段中丁醇的浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

V ——解吸剂的总体积，mL；

V_0 ——同式(1)。

8 说明

8.1 本法的检出限为 $5.3 \times 10^{-4} \mu\text{g}$ (进样 1 μL 液体样品)；最低检出浓度为 $0.27 \text{mg}/\text{m}^3$ (采 2L 空气)。线性范围为 $10 \sim 2000 \text{mg}/\text{m}^3$ 。当丁醇浓度为 100, 200, 400, $1000 \text{mg}/\text{m}^3$ 时，相对标准偏差分别为 1.1%、1.2%、1.6%、1.0%。

8.2 活性炭管对丁醇的采样效率接近 100%。100mg 活性炭对丁醇的穿透容量为 15.04mg。解吸效率平均为 97.9%。

8.3 采样后将活性炭管两端套上塑料帽，于室温下保存，至少可稳定 1 周。为保存更长时间，可将采样管两端熔封或低温冷藏。

为避免活性炭吸收其他有机蒸汽，最好存放于密闭容器中。

- 8.4 现场湿度过大,以致在炭管中形成雾滴时,将严重影响采样的可靠性。此时应连接适宜的干燥管以降低湿度。
- 8.5 采样现场共存二甲苯、乙酸等保留时间与丁醇相近的物质时干扰测定。此时可通过变更色谱条件来排除。
- 8.6 当使用不同厂家、不同型号、不同批号的活性炭时,应重新测定穿透容量和解吸效率。
-

2

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

车间空气中丁醇的溶剂
解吸气相色谱测定方法

GB/T 17075—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 6千字

1998年5月第一版 1998年5月第一次印刷

印数 1—1 500

*

书号:155066·1-14764 定价 6.00 元

*

标 目 335—37