

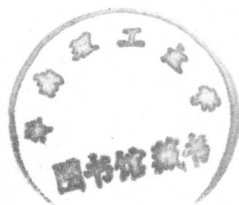


# 中华人民共和国国家标准

GB/T 17065—1997

## 车间空气中偏二甲基胍的 气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of 1,1-dimethylhydrazine  
—Gas chromatographic method



C9904174

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 17065—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偏二甲基肼的浓度。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。

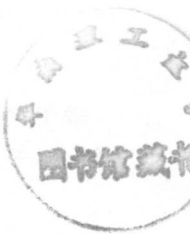
本标准从 1998 年 12 月 1 日起实施。

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:中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所。

本标准主要起草人:黄雪祥、刘薇、杭世平。

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

## 车间空气中偏二甲基胍的 气相色谱测定方法

GB/T 17065—1997

Workplace air—Determination of 1,1-dimethylhydrazine  
—Gas chromatographic method

### 1 范围

本标准规定了气相色谱测定车间空气中偏二甲基胍浓度的方法。

本标准适用于生产和使用偏二甲基胍的车间空气中偏二甲基胍浓度的测定。

### 2 原理

用涂有硫酸的硅胶管采集空气中偏二甲基胍,经水解吸,糠醛衍生,乙酸乙酯萃取后,经 OV-17 色谱柱分离,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 硅胶管:用长 80mm,内径 3.5~4.0mm 的玻璃管,分前后两段装入处理好的硅胶 200mg 和 100mg,中间和两端用少量玻璃棉固定,套上塑料帽备用,或熔封后保存。

3.2 空气采样器,0~1L/min。

3.3 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。

色谱柱:柱长 2m,内径 4mm,不锈钢柱

OV-17: Gas Chrom Q=1:100

柱温:120℃

汽化室温度:250℃。

检测室温度:200℃。

载气(氮气):71mL/min。

### 4 试剂

4.1 硅胶:用多孔微球硅胶(20~40目)。装管前用 1:1 盐酸煮沸 3h,水洗至中性,于 110℃干燥,350℃活化 3h,称取 100g 置入 250mL 磨口锥形瓶,边摇边滴加高纯硫酸至总重 125g,封好瓶子,振摇 1h,使硫酸均匀分布在硅胶上。

4.2 硫酸溶液:0.2mol/L。

4.3 糠醛:分析纯,重蒸馏处理。

4.4 乙酸乙酯:分析纯,重蒸馏处理。

4.5 衍生剂:称取无水乙酸钠 8.2g,加二次蒸馏水 200mL 溶解,摇匀得 0.5mol/L 乙酸钠溶液。取 1mL 糠醛用该溶液稀释至 25mL。临用前配制。

4.6 OV-17:色谱固定液。

4.7 Gas Chrom Q 担体:80~100 目。

4.8 偏二甲基胂:99%。

4.9 偏二甲基胂标准溶液:于 10mL 容量瓶中准确加入 3.8 $\mu$ L 偏二甲基胂,然后加硫酸溶液至刻度,摇匀得 0.3mg/mL 标准贮备液。

## 5 采样

采样前打开硅胶管与采样泵相连,以 1L/min 的流量抽取 50~100L 空气后,迅速用塑料帽将两端盖好。

## 6 分析步骤

6.1 对照试验:将硅胶管带到采样点,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:将前、后段的硅胶分别倒入 5mL 具塞试管中,加 2mL 二次蒸馏水,不时振摇浸泡 1h。

6.3 标准曲线的绘制:取偏二甲基胂标准贮备液 0.1,0.2,0.3,0.4mL,分别置入 5mL 磨口刻度试管,用硫酸溶液稀释至 2mL,加入 2mL 衍生剂反应 1h,然后加入 0.5mL 乙酸乙酯萃取 1min,浓度分别为 60,120,180,240 $\mu$ g/mL。取萃取液 2 $\mu$ L 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。以偏二甲基胂的浓度( $\mu$ g/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,测定样品和空白对照。由标准曲线查得偏二甲基胂浓度( $\mu$ g/mL)。

## 7 计算

7.1 按式(1)将采样体积换算成标准状态下的体积。

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

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)计算空气中偏二甲基胂的浓度。

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

式中:  $c$ ——空气中偏二甲基胂的浓度, mg/ $\text{m}^3$ ;

$c_1, c_2$ ——分别测得的前后段硅胶萃取液中偏二甲基胂浓度,  $\mu$ g/mL;

$V$ ——样品萃取溶液的体积, mL。

## 8 说明

8.1 本法的检出限为 2 $\mu$ g/mL(进样 2 $\mu$ L)。最低检出浓度为 0.02mg/ $\text{m}^3$ (50L 空气样品)。0~60 $\mu$ g/mL 时线性关系良好( $r=0.9999$ )。相对标准偏差小于 3%,在浓度大于 60 $\mu$ g/mL 时,线性不好。

8.2 本法的采样效率为 100%。穿透容量为 4.8mg。解析效率大于 90%。

8.3 硅胶管采集偏二甲基胂在室内避光放置 7 天,测定结果变化 3.1%。

8.4 本色谱柱能将偏二甲基胂与甲基胂很好分离。

8.5 糠醛和乙酸乙酯纯度影响偏二甲基胂、胂与甲基胂的衍生结果。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
车 间 空 气 中 偏 二 甲 基 肼 的  
气 相 色 谱 测 定 方 法

GB/T 17065—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:155066·1-14752 定价 6.00 元

\*

标 目 335—33