

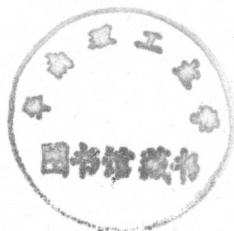


中华人民共和国国家标准

GB/T 17074—1997

车间空气中乙醛的溶剂解吸 气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of acetaldehyde—Solvent
desorption gas chromatographic method



C9904173

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 17074—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乙醛的浓度。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。

本标准起草单位:广东省职业病防治院、陕西省卫生防疫站。

本标准主要起草人:叶能权、陈利平、徐方礼。

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

车间空气中乙醛的溶剂解吸 气相色谱测定方法

GB/T 17074—1997

Workplace air—Determination of acetaldehyde—Solvent
desorption gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了用硅胶管采样,蒸馏水解吸、气相色谱测定车间空气中乙醛浓度的方法。
本标准适用于车间空气中乙醛浓度的测定。

2 原理

空气中的乙醛用硅胶管采集,水解吸进样,FFAP 色谱柱分离,氢焰离子化检测器检测。以保留时间定性,峰面积(或峰高)定量。

3 仪器

3.1 硅胶管:长 80mm,内径 4.0~4.5mm 的玻璃管。内装前后两段处理好的硅胶(前段 400mg,后段 200mg),中间及两端用少量玻璃棉隔开及固定,然后套上塑料帽封紧管的两端。此管放于干燥器中可保存 10 天。若将玻璃管两端熔封,此管可稳定三个月。

3.2 空气采样器:流量 0~1L/min。

3.3 微量注射器:10 μ L,100 μ L。

3.4 具塞刻度试管:5mL。

3.5 气相色谱仪:氢焰离子化检测器。

色谱柱:长 1.6m,内径 4mm 玻璃柱;

FFAP: Chromosorb G AW-DMCS=15:100;

柱温:90 $^{\circ}$ C;

汽化室温度:150 $^{\circ}$ C;

检测室温度:150 $^{\circ}$ C;

载气(氮气):30mL/min。

4 试剂

4.1 蒸馏水。

4.2 FFAP:色谱固定液。

4.3 Chromosorb G AW-DMCS:60~80 目,色谱担体。

4.4 纯氮:99.99%。

4.5 乙醛标准溶液:取 1mL 40%乙醛,置于 250mL 全玻璃蒸馏器中,加蒸馏水至 100mL,加 10mL 1+1硫酸溶液,投入玻璃珠数粒,加热蒸馏,用装有少量蒸馏水的 250mL 量瓶收集馏出液,尾接管要插

入量瓶内水面以下,量瓶放在冰水浴内。收集馏液约 50mL,停止蒸馏。加蒸馏水至刻度,标定后作为标准溶液。

乙醛含量的标定:吸取 10.00mL 上述蒸馏液,置于 250mL 玻璃瓶中,加入 25.00mL 0.05mol/L 亚硫酸氢钠溶液,混匀后在暗处放置 30min,加入 50mL 0.10mol/L 碘标准溶液,再在暗处放置 5min。用 0.100 0mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定,当滴至溶液呈淡黄色时,加入 1mL 0.5% 淀粉溶液,继续滴定至蓝色刚褪去为止。按同样条件作空白滴定。根据硫代硫酸钠标准溶液用量,计算每毫升溶液中乙醛含量。

5 采样

在采样地点打开硅胶管,两端孔径至少 2mm,垂直放置,以 0.1L/min 的流量采样 10min 后,将管的两端套上塑料帽,并记录采样时的温度和大气压力。样品可保存一周。

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:将硅胶管前段和后段的玻璃棉及硅胶分别倒入 5mL 具塞刻度试管中,前段加入 2.0mL,后段加入 1.0mL 蒸馏水解吸,立即塞紧管口,解吸 30min 后,再用玻璃棒搅拌,摇匀。
- 6.3 标准曲线的绘制:用蒸馏水稀释标准溶液成 150.0,300.0,450.0,600.0,750.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准系列。将仪器按测定条件调节到最佳状态,分别取 2.0 μL 进样,测量保留时间和峰面积(或峰高)。每个浓度重复 3 次。以峰面积(或峰高)均值为纵坐标,乙醛的浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,绘制标准曲线。

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的解吸液,以测得的样品峰面积(或峰高)值减去空白对照峰面积(或峰高)值后,由标准曲线查得乙醛的浓度($\mu\text{g/mL}$)。以保留时间为定性指标。

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 。

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

- 式中: V_0 ——换算成标准状况下的采样体积, L;
- V_t ——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)计算空气中乙醛的浓度。

$$c = \frac{m_1 V_1 + m_2 V_2}{V_0 D} \dots\dots\dots (2)$$

- 式中: c ——空气中乙醛的浓度, mg/m^3 ;
- m_1, m_2 ——分别为测得的前后段解吸液中乙醛浓度, $\mu\text{g/mL}$;
- V_1, V_2 ——分别为样品处理后所得前后段解吸液的体积, mL;
- V_0 ——同式(1);
- D ——解吸效率。

8 说明

8.1 本法的检出限为 $5 \times 10^{-3} \mu\text{g}$ (进样 2.0 μL),最低检出浓度为 5.0 mg/m^3 (采样 1L)。线性范围为 10.0 ~ 900.0 $\mu\text{g/mL}$,乙醛浓度在 150.0,300.0,750.0 $\mu\text{g/mL}$ 时,相对标准偏差分别为 5.2%,2.9%和

3.8%。

8.2 当乙醛浓度在 $32.4 \sim 957.9 \text{ mg/m}^3$, 本法的采样效率为 100%。当乙醛浓度为 $18.9 \sim 957.9 \text{ mg/m}^3$, 室温 $15 \sim 20^\circ\text{C}$, 相对湿度 85%, 400mg 硅胶对乙醛的穿透容量为 4.7mg。蒸馏水对乙醛的平均解吸效率为 90.6%。

8.3 样品在室温下可保存 5 天。

8.4 乙醇、丙醛、丙酮对测定无干扰。

8.5 采样流量为 0.1 L/min 时, 采样时间不超过 20min 为宜, 否则会影响采样效率。

采样后, 立即用塑料帽套紧, 不可用橡皮帽代替。

8.6 乙醛在空气中以蒸气状态存在。但乙醛遇亚硫酸氢钠易发生加成作用, 生成难溶的结晶状的亚硫酸氢钠的加成产物。因此应将采样后两端固定的玻璃棉和硅胶倒入具塞刻度试管中, 加蒸馏水(前段 2.0mL, 后段 1.0mL)。放置 30min 后用玻璃棒搅拌, 使其完全解吸溶于水中, 稍放片刻后进样分析。

2

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车间空气中乙醛的溶剂解吸
气相色谱测定方法
GB/T 17074—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—1500

*

书号: 155066·1-14763 定价 6.00 元

*

标 目 335—36