

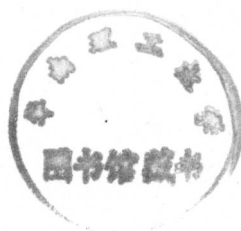


中华人民共和国国家标准

GB/T 17078—1997

车间空气中三硝基苯酚的 高效液相色谱测定方法

Workplace air—Determination of trinitrophenol
—Liquid chromatographic method



C9904175

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

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三硝基苯酚的浓度。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:辽宁省劳动卫生职业病防治所。

本标准主要起草人:姜汉硕、丁宏启、王家庚、余波、孙龙尧。

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

车间空气中三硝基苯酚的 高效液相色谱测定方法

GB/T 17078—1997

Workplace air—Determination of trinitrophenol
—Liquid chromatographic method

1 范围

本标准规定了高效液相色谱测定车间空气中三硝基苯酚浓度的方法。

本标准适用于车间空气中三硝基苯酚浓度的测定。

2 原理

空气中的三硝基苯酚用微孔滤膜采样后,用70%甲醇水溶液洗脱,经Zorbax ODS C_{18} 柱分离,用紫外检测器检测。以保留时间定性,峰面积定量。

3 仪器

3.1 微孔滤膜:孔径0.8 μ m、直径37mm。

3.2 粉尘采样器:流量0~20L/min。

3.3 微量注射器:25 μ L,10 μ L。

3.4 具塞试管:5mL。

3.5 高效液相色谱仪,紫外检测器。

色谱柱:柱长25cm,内径4.6mm,不锈钢柱;

柱填料:Zorbax ODS(5 μ m);

柱温:55℃;

流动相:甲醇:水=70:30(V/V),流量1mL/min;

检测器波长:UV-254nm。

4 试剂

4.1 甲醇:分析纯,重蒸馏。

4.2 2,4,6-三硝基苯酚:分析纯。

4.3 洗脱液:70%(V/V)甲醇的水溶液。

4.4 三硝基苯酚标准溶液:准确称量100mL量瓶,加入约0.2g三硝基苯酚,再准确称量,两次称量之差即为三硝基苯酚加入量。加洗脱液至刻度,配成一定浓度的贮备液。临用前取一定量贮备液用洗脱液稀释成浓度为0,2.0,4.0,8.0,20 μ g/mL的标准溶液。

5 采样

在采样现场以5L/min的流量抽取200L空气。采样后将滤膜轻轻取下,小心地放入具塞试管中,盖

紧塞,1周内分析。

6 分析步骤

6.1 对照试验:将未采过样的滤膜带到采样点,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:加 5mL 洗脱液于装有采样滤膜的具塞试管中,密塞,充分振摇,洗脱完全。

6.3 标准曲线的绘制:将仪器调节到测定条件,分别取 5 μ L 标准溶液进样,测量保留时间及峰面积,每种浓度重复 3 次,取峰面积的平均值。以三硝基苯酚的浓度(μ g/mL)对峰面积作图,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 5 μ L 样品和空白对照的洗脱液进样,用保留时间定性,用峰面积定量。以测得样品的峰面积减去空白对照的峰面积后,由标准曲线查出三硝基苯酚的浓度(μ g/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 。

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

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)计算空气中三硝基苯酚的浓度。

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

式中: c ——空气中三硝基苯酚的浓度, mg/m^3 ;

c_1 ——从标准曲线上查出三硝基苯酚的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V ——洗脱液的总体积, mL;

V_0 ——同式(1)。

8 说明

8.1 本法的最低检出浓度为 $2.5 \times 10^{-3} \text{mg}/\text{m}^3$ (采样体积为 200L), 线性范围为 $0.05 \sim 0.5 \text{mg}/\text{m}^3$ 。当三硝基苯酚浓度为 0.05, 0.10, 0.20, $0.50 \text{mg}/\text{m}^3$ 时, 相对标准偏差分别为 3.4%、3.0%、1.4%、0.8%。

8.2 本法的采样效率高于 97.5%, 洗脱效率平均为 97.9%。

8.3 采样后将滤膜轻轻取下, 放入具塞试管中, 于室温下保存, 至少可稳定 1 周。

8.4 采样现场共存二硝基苯酚等保留时间与三硝基苯酚相近的物质时干扰测定。此时可通过改变色谱条件来排除。

2

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车间空气中三硝基苯酚的
高效液相色谱测定方法

GB/T 17078—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 • 1-14766 定价 6.00 元

*

标 目 335—39