

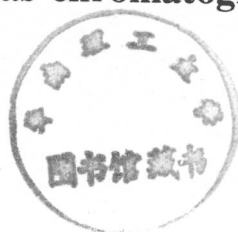


中华人民共和国国家标准

GB/T 17080—1997

车间空气中乙酸乙酯的溶剂 解吸气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of methyl acetate
—Solvent desorption gas chromatographic method



C9904171

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 17080—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酸乙酯的浓度。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:张颖、程玉琪、曲宁、伊萍、聂莉。

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

车间空气中乙酸乙酯的溶剂 解吸气相色谱测定方法

GB/T 17080—1997

Workplace air—Determination of methyl acetate
—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乙酸乙酯浓度的方法。
本标准适用于车间空气中乙酸乙酯浓度的测定。

2 原理

空气中的乙酸乙酯用活性炭管采样后,用二硫化碳解吸,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 150mg20~40 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 μ L,10 μ L,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=10:100;

柱温:60℃;

汽化室温度:180℃;

检测室温度:180℃;

载气(氮气):35mL/min。

4 试剂

4.1 乙酸乙酯:色谱纯。

4.2 二硫化碳:分析纯,经处理后重蒸。

4.3 FFAP:色谱固定液。

4.4 Chromosorb W AW 担体:60~80 目。

4.5 乙酸乙酯标准溶液:加少量二硫化碳于 25mL 量瓶中,密塞,称量,再加入少量乙酸乙酯,密塞,再

称量,两次称量差即为乙酸乙酯加入量。加二硫化碳至刻度,配成一定浓度的贮备液。临用前取一定量贮备液,用二硫化碳稀释成浓度为0,300,600,1 200,3 000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液。

5 采样

在采样现场打开活性炭管,50mg端接采样器并垂直放置,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1mL二硫化碳,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。以乙酸乙酯的浓度($\mu\text{g/mL}$)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,取1 μL 样品和空白对照的解吸液进样,用保留时间定性,用峰高定量。以测得样品的峰高减去空白对照的峰高后,由标准曲线查出乙酸乙酯的浓度($\mu\text{g/mL}$)。

7 计算

7.1 按式(1)将采样体积换算成标准状况下的体积。

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

式中: V_0 ——换算成标准状况下的采样体积,L;

V ——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)计算空气中乙酸乙酯的浓度。

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

式中: c ——空气中乙酸乙酯的浓度, mg/m^3 ;

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

V ——样品的总体积,mL;

V_0 ——同式(1)。

8 说明

8.1 本法的检出限为 $4.0 \times 10^{-4} \mu\text{g}$ (进样1 μL 液体样品);最低检出浓度为 0.2mg/m^3 (采2L空气)。线性范围为 $30 \sim 3\,000 \text{mg/m}^3$;当乙酸乙酯浓度为150,300,600,1 500 mg/m^3 时,相对标准偏差分别为1.6%、1.9%、2.6%、2.1%。

8.2 活性炭管对乙酸乙酯的采样效率接近100%。100mg活性炭对乙酸乙酯的穿透容量为14.6mg。解吸效率平均为98.9%。

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。为避免活性炭吸附其他有机蒸气,最好存放于密闭容器中。

8.4 现场湿度过大,以致在活性炭管中形成雾滴时,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 采样现场共存异丙醇等保留时间与乙酸乙酯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。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车间空气中乙酸乙酯的溶剂
解吸气相色谱测定方法

GB/T 17080—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:155066·1-14768 定价 6.00 元

*

标 目 335—41