

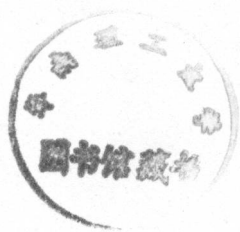


中华人民共和国国家标准

GB/T 17088—1997

车间空气中 N-甲基苯胺的 溶剂解吸气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of
N-methylaniline—Solvent desorption
gas chromatographic method



1997-11-11 发布



C9811617

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 17088—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 N-甲基苯胺的浓度。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。

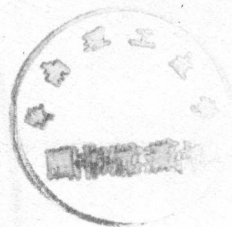
本标准从 1998 年 12 月 1 日起实施。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准起草单位:上海市卫生防疫站、上海市长宁区卫生防疫站。

本标准主要起草人:徐以盛、董玉香、陈扣娣、刘平、俞进明。

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 N-甲基苯胺的 溶剂解吸气相色谱测定方法

GB/T 17088—1997

Workplace air—Determination of
N-methylaniline—Solvent desorption
gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了气相色谱测定车间空气中 N-甲基苯胺浓度的方法。
本标准适用于车间空气中 N-甲基苯胺的测定。

2 原理

用硅胶管采集空气中 N-甲基苯胺,用无水乙醇解吸,经 FFAP 柱分离,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:长 30 mm,内径 4 mm,内装两段经活化处理过的 20~40 目硅胶,前段装 150 mg,后段装 75 mg,中间隔 1 mm 玻璃棉,两端用 2 mm 的聚氨酯泡沫塑料塞紧,再熔封二头,塑料帽套紧,备用。
- 3.2 空气采样器,流量 0~1 L/min。
- 3.3 微量注射器,10 μ L。
- 3.4 具塞试管,5 mL。
- 3.5 气相色谱仪,氢焰离子化检测器
色谱柱:柱长 2 m,内径 4 mm,不锈钢柱;
FFAP: Chromosorb W=10:100;
柱温:170℃;
汽化室温度:230℃;
检测室温度:260℃;
载气(氮气):40 mL/min。

4 试剂

- 4.1 无水乙醇。
- 4.2 N-甲基苯胺,用前重蒸馏。
- 4.3 FFAP,色谱固定液。
- 4.4 Chromosorb W AW DMCS 80~100 目。
- 4.5 N-甲基苯胺标准溶液:于 10 mL 容量瓶中,加入 5 mL 无水乙醇,准确称量,加入 1 滴经重蒸馏的 N-甲基苯胺,再准确称量,两次称量之差即为 N-甲基胺的质量。然后用无水乙醇稀释到刻度,配成一定

浓度的标准溶液。

5 采样

在采样地点打开硅胶管,以 75 mg 端接采样泵,垂直放置,以 0.2 L/min 的流量抽取空气 4.5 L。

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:将硅胶管中的两段硅胶分别倒入具塞试管中,加 1.0 mL 无水乙醇密塞,不时振摇,放置 30 min。

6.3 标准曲线的绘制:临用前取一定量的标准溶液用无水乙醇稀释成浓度为 0.09、0.18 及 0.36 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列,各取 2.0 μL 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。以峰高均值对 N-甲基苯胺的浓度作图,绘制标准曲线,保留时间为定性指标。

6.4 测定:在测定标准系列的同样条件下,取 2.0 μL 解吸液进样,测定样品和空白对照。以测得的样品峰高值减去空白对照峰高值后,由标准曲线查得 N-甲基苯胺的浓度($\mu\text{g/mL}$)。

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 。

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

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)计算空气中的 N-甲基苯胺的浓度。

$$c_0 = \frac{c \times V}{V_0} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: c_0 ——空气中 N-甲基苯胺的浓度, mg/m^3 ;

c ——测得的解吸液中 N-甲基苯胺的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——样品处理后所得样品溶液的体积, mL;

V_0 ——同式(1)。

8 说明

8.1 本法检出限为 0.12 $\mu\text{g/mL}$;最低检出浓度为 0.026 mg/m^3 (采 4.5 L 空气)。进样 2 μL 。当 N-甲基苯胺的浓度为 0.09、0.18 和 0.36 $\mu\text{g/mL}$ 时的相对标准偏差分别为 2.8%、2.8% 及 3.1%。

8.2 本法的穿透容量为 1.2 mg。解吸效率平均为 96%。

8.3 采样后在室温下,可保存 7 天,硅胶管需垂直放置。

8.4 硅胶吸水性强,应注意硅胶管的保存。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车间空气中 N-甲基苯胺的
溶剂解吸气相色谱测定方法
GB/T 17088—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 4 月第一版 1998 年 4 月第一次印刷
印数 1—1 500

*
书号: 155066 · 1-14676 定价 6.00 元

*
标 目 332—54