



中华人民共和国国家标准

GB/T 17069—1997

车间空气中丙酸的 气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of propionic acid
—Gas chromatographic method



C9904166

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

前 言

本标准是为劳动卫生标准配套的监测方法,用于监测空气中丙酸的浓度。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:湖北省卫生防疫站。

本标准主要起草人:梁禄、张国祥、来爱平。

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

车间空气中丙酸的 气相色谱测定方法

GB/T 17069—1997

Workplace air—Determination of propionic acid
—Gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了车间空气中丙酸的气相色谱测定方法。

本标准适用于车间空气中丙酸的测定。

2 原理

用硅胶管采集空气中的丙酸,用丙酮解吸,经 FFAP- H_3PO_4 -Chromosorb W AW-DMCS 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,用长 100 mm,内径 4 mm 的玻璃管,前段装 300 mg,后段装 150 mg 20~40 目硅胶,两端和中间用脱脂棉固定或隔开,两端用塑料帽封闭。

3.2 空气采样器:0~1 L/min。

3.3 微量注射器:1 μL ,10 μL 。

3.4 具塞比色管:10 mL。

3.5 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。

色谱柱:柱长 1.5 m,内径 3 mm,玻璃柱;

FFAP : H_3PO_4 : Chromosorb W AW-DMCS=3 : 0.5 : 100;

柱温:120℃;

汽化室温度:200℃;

检测室温度:200℃;

载气(氮气):15 mL/min。

4 试剂

4.1 硅胶:20~40 目,微球型,粗孔硅胶于烧杯中,加 1+1 硫酸-硝酸混合液至高过硅胶表面 1~2 cm,置沸水浴中煮沸 4 h,待冷后弃去酸层,用自来水洗去酸液,再用蒸馏水多次洗涤,至无硫酸根离子为止。洗好的硅胶在 110℃烘干,360℃活化 3 h,取出放在干燥器中备用。

4.2 丙酮。

4.3 丙酸。

4.4 磷酸。

4.5 FFAP:色谱固定液。

4.6 Chromosorb W AW-DMCS 担体:60~80 目。

5 采样

在采样地点打开硅胶管,150 mg 端接空气采样器,垂直放置,以 0.5 L/min 的流量,抽取 10 L 空气。

6 分析步骤

6.1 对照试验:同采样,在现场打开硅胶管,但不抽取空气。将样品管与对照样品管分别存放。

6.2 样品处理:将样品管和对照样品管中的两段硅胶分别倒入具塞比色管中,加 0.6 mL 丙酮,振摇,浸泡 30 min。

6.3 标准曲线的绘制:在 25 mL 量瓶中加入 10 mL 丙酮,准确称量,加入 2 滴丙酸,再准确称量;两次重量之差即为丙酸的量。加丙酮至刻度,混匀,计算 1 mL 溶液中丙酸含量,此液为贮备液,冰箱内保存。临用时取贮备液用丙酮稀释成 1 mL 含 0.5,0.75,1.0,1.5 mg 丙酸的标准溶液。取 1 μ L 上述标准溶液分别进样,相当于进入 0.50,0.75,1.00,1.5 μ g 丙酸,每个浓度重复三次,以峰高的平均值与丙酸浓度绘制标准曲线。保留时间为定性指标。

6.4 测定:取 1 μ L 样品溶液进样,保留时间定性,峰高定量。

7 计算

7.1 按式(1)将空气样品体积换算成标准状况下的体积。

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

式中: V_0 ——标准状况下的样品体积,L;

V ——采样体积,L;

t ——采样地点的温度, $^{\circ}\text{C}$;

p ——采样地点的大气压力,kPa。

7.2 按式(2)计算空气中乙酸浓度。

$$c = \frac{m_1 + m_2}{V_0} \times 600 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——空气中丙酸浓度, mg/m^3 ;

m_1 、 m_2 ——分别为采样管前后段硅胶解吸溶液中所取样品中的丙酸含量, μg ;

V_0 ——标准状况下的采样体积,L。

8 说明

8.1 本法检出限为 $4.8 \times 10^{-1} \mu\text{g}$ (进样 1 μL 液体样品)。最低检出浓度为 $29 \text{ mg}/\text{m}^3$ (采 10 L 空气)。当丙酸浓度为 0.68,1.35,2.03 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$,其相对标准偏差分别为 5.4%,5.8%,8.8%。

8.2 硅胶管采集丙酸,用丙酮解吸,当丙酸浓度为 0.41~1.2 mg 时其解吸效率为 90.3%~116.8%。其穿透容量为 49.9 mg/300 mg 硅胶。

8.3 采样后的硅胶管和对照试验的硅胶管两端必须用塑料帽封密,严防污染。

8.4 样品在常温下保存,最少可以稳定 15 天。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车 间 空 气 中 丙 酸 的
气 相 色 谱 测 定 方 法
GB/T 17069—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 • 1-14777 定 价 6.00 元

*

标 目 336—23