

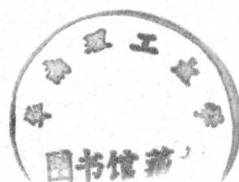


中华人民共和国国家标准

GB/T 17076—1997

车间空气中异丁醇 的溶剂解吸气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of
isobutyl alcohol—Solvent desorption
gas chromatographic method



C9904167

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 17076—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异丁醇的浓度。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。

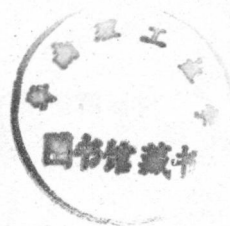
本标准从 1998 年 12 月 1 日起实施。

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:程玉琪、姜汉硕、孟凡利、董惠玉、张杰。

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

车间空气中异丁醇 的溶剂解吸气相色谱测定方法

GB/T 17076—1997

Workplace air—Determination of
isobutyl alcohol—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异丁醇浓度的方法。
本标准适用于车间空气中异丁醇的浓度测定。

2 原理

空气中的异丁醇用活性炭管采样后,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 80 mm、内径 3.5~4.0 mm、外径 5.5~6.0 mm 的玻璃管中,分前、后两段装入 150 mg 20~40 目椰子壳活性炭,前段 100 mg,后段 50 mg,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 4 h。

3.2 空气采样器:流量 0~1 L/min。

3.3 微量注射器:100 μ L, 10 μ L, 1 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 3~4 mm,不锈钢柱;

FFAP: Chromosorb W AW=10:100;

柱温:80℃;

汽化室温度:180℃;

检测室温度:180℃;

载气(氮气):50 mL/min。

4 试剂

4.1 异丁醇:色谱纯。

4.2 解吸液:1%(V/V)异丙醇的二硫化碳溶液。

4.3 FFAP:色谱固定液。

4.4 Chromosorb W AW 担体:60~80 目。

4.5 异丁醇标准溶液:加少量解吸液于 25 mL 量瓶中,密塞,称量,再加入少量异丁醇,密塞,再称量,两次称量差即为异丁醇加入量。加解吸液至刻度,配成一定浓度的贮备液。临用前取一定量贮备液,用解吸液稀释成浓度为 0,150,300,600,1 500 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液。

5 采样

在采样现场打开活性炭管,50 mg 端接采样器并垂直放置,以 0.2 L/min 的流量抽取 2 L 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 1 mL 解吸液,密塞,不时振摇,解吸 1 h。

6.3 标准曲线的绘制:将仪器调整到测量条件,各取 1.0 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。以异丁醇的浓度($\mu\text{g/mL}$)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,峰高定量。以测得样品的峰高减去空白对照的峰高后,由标准曲线查出异丁醇的浓度($\mu\text{g/mL}$)。

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)计算空气中异丁醇的浓度。

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

式中: c ——空气中异丁醇的浓度, mg/m^3 ;
 $c_1、c_2$ ——分别为从标准曲线上查出的炭管前、后段中异丁醇的浓度, $\mu\text{g/mL}$;
 V ——解吸液的体积,mL;
 V_0 ——同式(1)。

8 说明

8.1 本法的检出限为 $5.4 \times 10^{-4} \mu\text{g}$ (进样 1 μL 液体样品);最低检出浓度为 0.27 mg/m^3 (采 2 L 空气);线性范围为 $10 \sim 2\,000 \text{ mg/m}^3$;当异丁醇浓度为 100,200,400,1 000 mg/m^3 时,相对标准偏差分别为 2.2%、3.0%、1.2%、1.0%。

8.2 活性炭管对异丁醇的采样效率接近 100%。100 mg 活性炭对异丁醇的穿透容量为 21.2 mg。解吸效率平均为 92.9%。

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。

- 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 采样现场共存乙酸丁酯、二甲苯等保留时间与异丁醇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,应重新测量穿透容量和解吸效率。
-

2

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车 间 空 气 中 异 丁 醇
的 溶 剂 解 吸 气 相 色 谱 测 定 方 法
GB/T 17076—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 7 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: 155066·1-14780 定价 6.00 元

*

标 目 336—26