

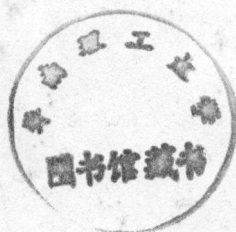


中华人民共和国国家标准

GB/T 17085—1997

车间空气中 2-乙氧基乙醇 的溶剂解吸气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of
2-ethoxyethanol—Solvent desorption
gas chromatographic method



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 17085—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 2-乙氧基乙醇的浓度。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:北京市劳动卫生职业病防治研究所。

本标准主要起草人:季永平、宋景平。

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 2-乙氧基乙醇 的溶剂解吸气相色谱测定方法

GB/T 17085—1997

Workplace air—Determination of
2-ethoxyethanol—Solvent desorption
gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了用气相色谱法测定车间空气中 2-乙氧基乙醇浓度的方法。

本标准适用于车间空气中 2-乙氧基乙醇浓度的测定。

2 原理

空气中 2-乙氧基乙醇用活性炭管采集,用二硫化碳和水二相溶剂解吸,取水相进样,经 FFAP 柱分离后,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 活性炭管:用长 80 mm、内径 3.5~4.0 mm、外径 6 mm 的玻璃管装入 100 mg 和 50 mg 椰子壳活性炭(20~40 目)前后两段,前段用硅烷化玻璃棉固定,中间和后段用 3 mm 泡沫塑料隔开。在装管前应将活性炭于 300~350℃通氮气处理 3~4 h。短时间内使用两端套上塑料帽保存,长时间使用两端用火熔封保存。

3.2 空气采样器:0~1 L/min。

3.3 硅烷化玻璃棉:将玻璃棉在 5%(V/V)二甲基二氯硅烷无水甲醇溶液中浸泡 2 h,然后用无水甲醇洗净残留的二甲基二氯硅烷,80℃烘干即制成硅烷化玻璃棉。

3.4 具塞离心管:10 mL。

3.5 液体快速混合器。

3.6 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。

色谱柱:柱长 2 cm、内径 4 mm 玻璃柱;

FFAP: Chromosorb W AW=10:100;

柱温:105℃;

汽化室温度:160℃;

检测室温度:160℃;

载气(氮气):60 mL/min。

4 试剂

4.1 二硫化碳。

4.2 FFAP:色谱固定液。

- 4.3 二甲基二氯硅烷。
 4.4 无水甲醇。
 4.5 Chromosorb W AW-DMCS 担体:80~100 目。
 4.6 聚氨酯泡沫塑料:市售泡沫塑料用洗涤剂洗净,用去离子水冲净,晾干备用。
 4.7 2-乙氧基乙醇。
 4.8 2-乙氧基乙醇标准溶液:于 25 mL 量瓶中加少量蒸馏水,精确称取 3 滴 2-乙氧基乙醇,并用蒸馏水稀释到刻度,计算每毫升中 2-乙氧基乙醇的量,此液为标准溶液。

5 采样

在采样地点打开活性炭管,两端孔径至少要 2 mm,垂直放置,以 0.5 L/min 的流量抽取 5 L 空气。采样后将炭管两端套上塑料帽,尽快分析。

6 分析步骤

- 6.1 对照试验:将活性炭管带至采样点,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:将前段玻璃棉和活性炭及后段活性炭分别倒入两个盛有 2.0 mL 蒸馏水的离心管中,每个管中加 2.0 mL 二硫化碳,在液体快速混合器上混匀 2 min,待分层后取水层供测定。
 6.3 标准曲线的绘制:临用前取一定量的标准溶液,用蒸馏水稀释成 2-乙氧基乙醇浓度为 200,400,900,2 000 $\mu\text{g/mL}$ 标准系列,取 1.0 μL 进样,测量保留时间及峰高,每个浓度重复 3 次。取峰高均值,以峰高均值对 2-乙氧基乙醇的浓度($\mu\text{g/mL}$)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,测定样品和空白对照。取 1.0 μL 水溶液进样,以测得样品峰高减去空白对照峰高值后,由标准曲线查得 2-乙氧基乙醇的浓度($\mu\text{g/mL}$)。

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 。

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

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 ——采样地点的大气压, kPa;

t ——采样地点的气温, $^{\circ}\text{C}$ 。

- 7.2 按式(2)计算空气中 2-乙氧基乙醇的浓度, mg/m^3 。

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

式中: c ——空气中 2-乙氧基乙醇的浓度, mg/m^3 ;

c_1, c_2 ——分别为测得的前后段解吸液中 2-乙氧基乙醇浓度, $\mu\text{g/mL}$;

2——样品处理后样品水溶液体积, mL;

V_0 ——同式(1)。

8 说明

- 8.1 本法检出限为 $2.8 \times 10^{-2} \mu\text{g}/\mu\text{L}$, 最低检出浓度为 11.2 mg/m^3 (采 5 L 空气), 线性范围 200~2 000 $\mu\text{g/mL}$ 。当 2-乙氧基乙醇浓度为 200, 400, 900, 2 000 $\mu\text{g/mL}$ 时, 其相对标准偏差分别为 8.6%、4.7%、4.8%、4.8%。
 8.2 实验室和现场采样效率均达 100%, 在相对湿度为 90% 以上时, 2-乙氧基乙醇的穿透容量为

19.8 mg,解吸效率在 88.9%以上。

8.3 如遇到现场 2-甲氧基乙醇共存,可将柱温降至 65℃测定,使其达到分离。生产现场的干扰物均可分离。

8.4 标准溶液可保存 3 个月。炭管样品在室温 20℃左右保存 14 天未见有样品损失。

8.5 二硫化碳必要时需蒸馏。

8.6 加入两相溶剂后必须充分混合 2 min,使 2-乙氧基乙醇能从炭管上解吸下来,并提取入水相中。如遇水峰很大干扰测定时,必须将二硫化碳重蒸馏。如遇现场有 2-甲氧基乙醇共存时可将柱温降至 65℃使其分离。

8.7 更换活性炭批号时,必须做解吸效率,做好解吸效率的关键是加准 10 μ L 标准溶液,在以 0.5 L/min速度按采样方法要求通气 5 min,将毒物完全吸入活性炭中,放置过夜分析。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车间空气中 2-乙氧基乙醇
的溶剂解吸气相色谱测定方法

GB/T 17085—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 • 1-14782 定价 6.00 元

*

标 目 336—28