

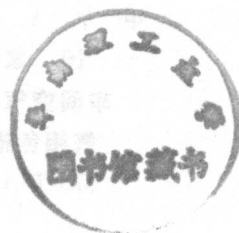


中华人民共和国国家标准

GB/T 17064—1997

车间空气中甲硫醇的 气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of methyl
mercaptan—Gas chromatography method



C9904178

1997-11-11 发布

1998-12-01 实施

国家技术监督局 发布
中华人民共和国卫生部

3711000

中华人民共和国
国家标准
车间空气中甲硫醇的
气相色谱测定方法
GB/T 17064—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 8千字
1998年5月第一版 1998年5月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-14751 定价 6.00 元

*

标 目 335—32

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甲硫醇的浓度。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:四川省卫生防疫站。

本标准主要起草人:武皋绪,赵承礼。

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

车间空气中甲硫醇的 气相色谱测定方法

GB/T 17064—1997

Workplace air—Determination of methyl
mercaptan—Gas chromatography method

1 范围

本标准规定了气相色谱法测定车间空气中甲硫醇浓度的方法。
本标准适用于车间空气中甲硫醇浓度的测定。

2 原理

空气中甲硫醇用乙酸汞浸泡的玻璃纤维滤纸采样,用盐酸处理并溶解在二氯甲烷中。经 β 、 β' -氧二丙腈柱分离,火焰光度检测器检测,以保留时间定性,峰面积方根定量。

3 仪器

- 3.1 采样夹。滤料有效直径 35mm。
- 3.2 滤料:超细玻璃纤维滤纸,直径 40mm。
- 3.3 粉尘采样器。
- 3.4 注射器,50mL,10 μ L。
- 3.5 分液漏斗,30mL。
- 3.6 血清瓶,100mL。
- 3.7 具塞玻璃试管,5mL。
- 3.8 气相色谱仪,火焰光度检测器。

色谱柱:柱长 3m,内径 3mm,玻璃柱,经 10mol/L 磷酸溶液浸泡过液;

固定相: β 、 β' -氧二丙腈:201 红色硅烷化担体=25:100;

柱温:75℃;

气化室温度:110℃;

检测室温度:110℃;

载气(氮气):60mL/min;

氢气:100mL/min;

空气:35mL/min。

4 试剂

- 4.1 二氯甲烷。
- 4.2 盐酸溶液:2+1。
- 4.3 醋酸汞溶液,50g/L,临用新配。

4.4 β 、 β' -氧二丙腈, 色谱固定液。

4.5 201 红色硅烷化担体, 60~80 目。

4.6 甲硫醇。

4.7 甲硫醇标准溶液: 取 100mL 二氯甲烷于血清瓶中, 加盖(内衬塑料膜), 用 50mL 注射器取甲硫醇气体 30mL 注入二氯甲烷中使其溶解。此为贮备液, 置冰箱内保存, 其浓度用式(1)计算。临用时用二氯甲烷配制成甲硫醇标准溶液。

$$\text{甲硫醇浓度}(\text{mg/mL}) = \frac{48.11 \times 30 \times K}{22.4 \times 100} \dots\dots\dots (1)$$

式中: 48.11——甲硫醇分子量;

22.4——1mol 甲硫醇标准状况下所占体积;

K——由操作时的温度, 压力条件下换算成标准状况下的系数。

5 采样

将滤纸剪成采样夹同样大小的圆片, 放入乙酸汞溶液中浸透, 取出在暗处晾干。

把处理好的滤纸安装在采样夹内, 以 1L/min 的流量抽取 20L 空气。把采完样的滤纸对折起来, 放在暗处保存。

6 分析步骤

6.1 对照试验: 将装好滤料的采样夹带到采样点, 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: 用镊子把采样后的滤纸放入已装有 10mL 盐酸溶液和 10mL 二氯甲烷的分液漏斗中, 马上盖上塞子, 振摇 1min, 不要放气。待两相分开后, 取部分二氯甲烷液到 5mL 具塞玻璃试管中, 供测定。

6.3 标准曲线的绘制: 量取一定量的甲硫醇标准溶液注入二氯甲烷中, 配制成 0.5~5 $\mu\text{g/mL}$ 标准系列。取 1.0 μL 进样, 测量保留时间及峰面积, 每个浓度重复 3 次, 取峰面积的平均值, 以峰面积方根为纵坐标, 甲硫醇的浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标, 绘制标准曲线。

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, 进样 1.0 μL 样品溶液, 以测得的样品峰面积方根减去空白对照峰面积方根后, 由标准曲线查得甲硫醇的浓度($\mu\text{g/mL}$)。保留时间为定性指标。

甲硫醇的色谱图见图 1。

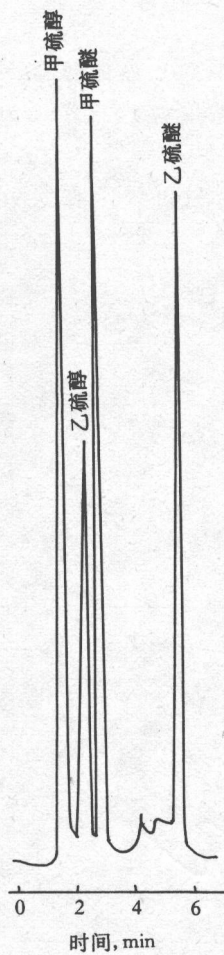


图 1 甲硫醇色谱图

7 计算

7.1 按式(2)将采样体积换算成标准状况下的体积 V_0 。

$$V_0 = V_t \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{p}{101.3} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_0 ——换算成标准状况下的采样体积, L;

V_t ——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(3)计算空气中甲硫醇的浓度。

$$c = \frac{c_1 \times V}{V_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中: c ——空气中甲硫醇的浓度, mg/m^3 ;

c_1 ——测得的甲硫醇浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V ——样品处理后所得样品溶液的体积, mL ;

V_0 ——同式(2)。

8 说明

8.1 本法的检出限为 $2 \times 10^{-4} \mu\text{g}/\mu\text{L}$ (进样 $1.0 \mu\text{L}$ 液体样品); 最低检出浓度为 $0.1 \text{mg}/\text{m}^3$ (采样体积为 20L)。线性范围为 $0.5 \sim 5 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。当甲硫醇浓度为 $1, 2, 4 \mu\text{g}/\text{mL}$ 时, 相对标准偏差分别为 1.6% 、 3.9% 、 3.9% 。

8.2 甲硫醇浓度为 $0.08 \sim 1.80 \text{mg}/\text{m}^3$ 时, 本法的采样效率为 $93.5\% \sim 100\%$; 甲硫醇浓度为 $1, 2, 4 \mu\text{g}/\text{mL}$, 本法的解吸效率为 $90.2\% \sim 94.6\%$ 。

8.3 甲硫醇采样后贮存七天内是稳定的(暗处保存)。

8.4 天然气中的共存物硫化氢、乙硫醇等对测定均无干扰。

版权专有 不得翻印

*

书号: 155066 · 1-14751

定价: 6.00 元

*

标目 335—32