

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 72—1996

车间空气中丙烯醇的 溶剂解吸气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of propenol
—Solvent desorption gas chromatographic method

1996-10-14 发布

1997-05-01 实施

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,用于监测车间空气中丙烯醇的浓度。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 1997 年 5 月 1 日起实施。

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准起草单位:沈阳市劳动卫生职业病研究所。

本标准主要起草人:林树莲、徐志洪。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。

中华人民共和国卫生行业标准

车间空气中丙烯醇的 溶剂解吸气相色谱测定方法

WS/T 72—1996

Workplace air—Determination of propenol
—Solvent desorption gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了溶剂解吸气相色谱法测定车间空气中丙烯醇浓度的方法。

本标准适用于生产和使用丙烯醇的车间空气中丙烯醇浓度的测定。

2 原理

用活性炭管采集空气中丙烯醇,二硫化碳解吸进样,经聚乙二醇 6 000 柱分离后,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 活性炭管 用长 10 mm,内径 3.5~4.0 mm,外径 6 mm 的玻璃管,装入 150 mg 活性炭,分前后两段,中间用玻璃棉隔开,前段装 100 mg,后段装 50 mg,两端用玻璃棉固定。在装管前应先将活性炭于 300~350℃通氮气处理 3~4 h,短时间内应用其两端套上塑料帽保存,长时间应用其两端用火熔封保存。

3.2 采样泵,0~1 L/min。

3.3 微量注射器,100 μ L,5 μ L,1 μ L。

3.4 具塞试管,2 mL。

3.5 气相色谱仪,氢焰离子化检测器,1 $\times 10^{-3}$ μ g 丙烯醇给出的信噪比不低于 3:1。

色谱柱:柱长 2 m,内径 3 mm,不锈钢柱。

聚乙二醇 6 000:6 201 红色担体=5:100。

柱温:90℃。

汽化室温度:150℃。

检测室温度:120℃。

载气(氮气):60 mL/min。

4 试剂

4.1 丙烯醇,经重蒸馏。

4.2 二硫化碳,经重蒸馏。

4.3 聚乙二醇 6 000,色谱固定液。

4.4 6 201 红色担体,60~80 目。

5 采样

在采样地点打开活性炭管两端,50 mg 端连接采样器并垂直放置,以 0.2 L/min 的速度采 5 L 空气样品。采样后将管的两端套上塑料帽。

6 分析步骤

6.1 对照试验

将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

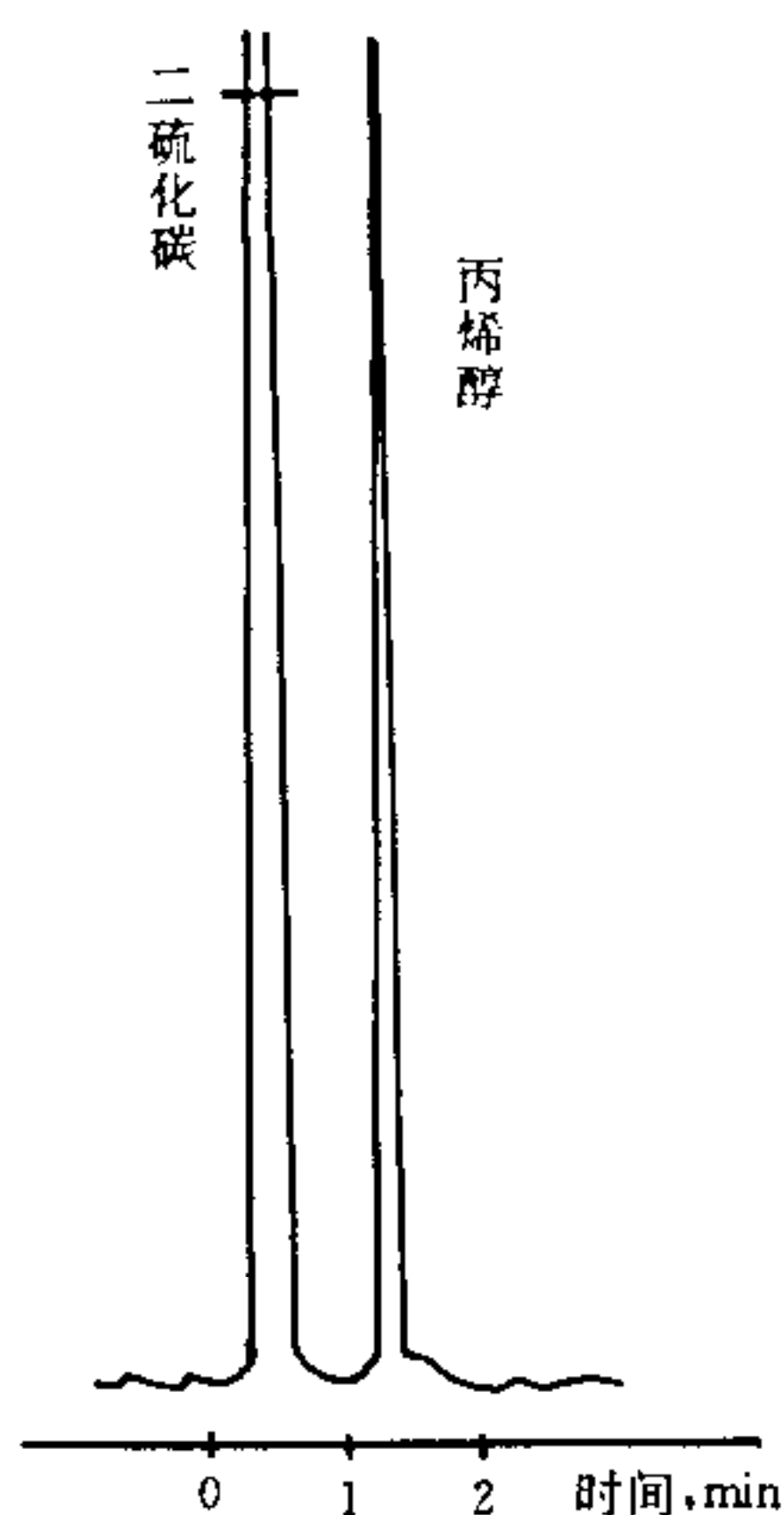
将采样后的活性炭管前后两段的活性炭,分别移入 2 mL 具塞试管中,加 1 mL 二硫化碳,塞紧管塞,解吸 30 min 并时常振摇。

6.3 标准曲线的绘制

于 50 mL 量瓶中,先加适量二硫化碳,用微量注射器准确量取一定量丙烯醇(于 20℃ 时 1 μL 丙烯醇质量为 0.853 mg)注入量瓶中,加二硫化碳至刻度,配成一定浓度的贮备液。临用前,取一定量贮备液,用二硫化碳分别稀释成 0.005,0.010,0.025,0.05 μg/μL 的标准溶液,各取 1 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,以丙烯醇含量对峰高作图,绘制标准曲线。保留时间为定性指标。

6.4 测定

取 1 μL 丙烯醇的二硫化碳解吸液进样,以保留时间定性,峰高定量。色谱图见下图。



丙烯醇标准色谱图

7 计算

7.1 按式(1)将采样体积换算成标准状况下的体积。

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

式中： V_0 ——标准状况下的采样体积，L；
 V ——采样体积，L；
 t ——温度，℃；
 p ——大气压力，kPa。

7.2 按式(2)计算空气中丙烯醇的浓度。

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

式中： c ——空气中丙烯醇的浓度，mg/m³；
 m_1 、 m_2 ——分别为前段和后段活性炭二硫化碳解吸液中丙烯醇的含量，μg；
 V_0 ——换算成标准状况下的采样体积，L。

8 说明

- 8.1 本法的检出限为 1×10^{-3} μg(进样 1 μL 液体)，测定范围为 5~200 μg/mL。当丙烯醇浓度为 0.005, 0.010, 0.025, 0.050 μg/μL 时变异系数分别为 4.3%, 3.4%, 4.4%, 4.1%。在本实验条件下，丙烯醇含量在 20 μg/mL, 40 μg/mL, 80 μg/mL 时平均解吸效率为 96.1%，其变异系数分别为 4.7%, 4.2%, 4.7%。
- 8.2 北京光华木材厂生产的 GH-1 型活性炭较适合丙烯醇采样和解吸要求，在空气相对湿度 91%，用 2 mg/m³ 丙烯醇标准气体，以 0.2 L/min 速度采样 8 h，未呈现穿透，采样效率 100%。用 120 mg/m³ 丙烯醇标准气体，以 0.2 L/min 速度，对 100 mg 活性炭试验，穿透容量为 7.32 mg。因此，活性炭管可用于采集丙烯醇空气样品。
- 8.3 活性炭几乎能吸附所有的有机蒸气，在采样后应防止污染，用塑料帽套紧管的两端，室温下可保存 5 天。

中华人民共和国卫生
行 业 标 准
车间空气中丙烯醇的
溶剂解吸气相色谱测定方法
WS/T 72—1996

*

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
1997 年 6 月第一版 1997 年 6 月第一次印刷
印数 1—800

*

*

标 目 310—60