

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 143—1999

作业场所空气中甲醇的 溶剂解吸气相色谱测定方法

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

1999-12-29 发布

2000-05-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准是与劳动卫生标准配套的监测方法,用于监测作业场所空气甲醇的浓度。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。本标准与 GB/T 16062—1995《车间空气中甲醇的直接进样气相色谱测定方法》和 GB/T 16063—1995《车间空气中甲醇的热解吸气相色谱测定方法》的测定资格等效。

本标准从 2000 年 5 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:安徽省职业病防治研究所、合肥市卫生防疫站。

本标准主要起草人:单晓梅、常虹、刘立明、周义华。

本标准由卫生部委托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

作业场所空气中甲醇的 溶剂解吸气相色谱测定方法

WS/T 143—1999

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

1 范围

本标准规定了作业场所空气中甲醇浓度的溶剂解吸气相色谱测定方法。
本标准适用于作业场所空气中甲醇浓度的测定。

2 原理

空气中的甲醇用硅胶管采集,水作解吸溶剂,经 GDX-102 色谱柱分离后,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 空气采样器:流量 0~1 L/min。

3.2 硅胶管:长 10 cm,内径 4 mm,外径 6 mm 玻璃管,前段与后段分别填装 200 mg 和 100 mg 硅胶,前端用少量玻璃棉、中间及后端用少量泡沫塑料固定硅胶。两端熔封备用。

3.3 具塞试管:5 mL。

3.4 容量瓶:10 mL。

3.5 微量注射器:5 μ L。

3.6 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。

色谱柱:柱长 2 m,内径 2 mm。不锈钢柱。内装 GDX-102。

柱温:140℃。

汽化室温度:180℃。

检测室温度:200℃。

载气(N_2)流量:35 mL/min。

4 试剂

4.1 实验用水为蒸馏水。

4.2 硅胶:40~60 目。

硅胶活化处理方法:将硅胶注入 1+1 盐酸中浸泡一天,然后用水洗净至无氯离子为止,倾水后将硅胶在 90~100℃条件下干燥,再于 200℃条件下活化 3 h,置干燥器内冷却,装管。如采用色谱用硅胶,则可直接于 200℃下活化 2 h,置干燥器内冷却,装管。

4.3 甲醇:色谱纯。

4.4 GDX-102:60~80 目,气相色谱用固定相。

4.5 甲醇标准溶液:于 25 mL 容量瓶中,加入少量水,称量。再用 100 μ L 微量注射器抽取适量甲醇,注入容量瓶中,经再次称量后,加水至刻度;计算出此溶液的浓度,并用水稀释成 1.00 mg/mL 的甲醇贮备液。

5 采样

在采样点,将硅胶管两端锯开,连于采样器,并垂直放置,以 0.1 L/min 的流量采集现场空气 2.0 L。采样后立即用塑料帽将两端套好,带回实验室分析。

6 分析步骤

6.1 对照实验:将硅胶管带至采样点,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:取下采样后硅胶管两端的塑料帽,将前后两段硅胶分别倒入具塞试管中,各加入 1.0 mL 水;密塞,不时振摇,解吸 30 min。

6.3 标准曲线的绘制:取 6 个 10 mL 容量瓶,分别加入 0,0.10,0.50,1.00,1.50,2.50 mL 的甲醇贮备液,用水稀释至刻度,配制成浓度为 0,10,50,100,150,250 μ g/mL 的标准系列。将仪器按操作条件调节到最佳状态,取 1 μ L 进样,分别测定标准系列;每个浓度测定 3 次。以保留时间定性,测量峰高,求峰高的均值。以平均峰高为纵坐标,甲醇的浓度(μ g/mL)为横坐标,绘制标准曲线。

6.4 测定:在标准系列测定的同样条件下,分别测定样品和空白对照的解吸液。进样 1 μ L。以测得的样品峰高减去空白对照的峰高后,由标准曲线查得甲醇的浓度(μ 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。

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

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)计算空气中甲醇的浓度。

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

式中: c ——空气中甲醇的浓度, mg/ m^3 ;

c_1, c_2 ——分别为由标准曲线查得的前后段硅胶解吸液中甲醇浓度, μ g/mL;

V ——解吸液的体积, 本法为 1 mL;

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 2×10^{-3} μ g/ μ L(进样 1 μ L 液体样品)。最低检出浓度为 1.00 mg/ m^3 (采样体积为 2.0 L)。线性范围为 10~250 μ g/mL。当甲醇浓度为 50, 150, 250 μ g/mL 时, 本法的相对标准偏差分别为 3.66%, 3.42% 和 2.89%。

8.2 当空气中的甲醇浓度为 97.5 mg/ m^3 时, 采样效率为 100%(采样体积为 2.0 L)。在相对湿度 80%~85% 时, 用 97.5 mg/ m^3 的甲醇标准气, 以 0.1 L/min 的流量采样, 每 200 mg 硅胶的穿透容量为 0.39 mg 甲醇。在本实验条件下, 其平均解吸效率为 96%。

8.3 样品的稳定性:室温 25℃左右,样品贮存一星期,分析结果差别不超过 6%。如需更长时间保存,可贮于冰箱。

8.4 乙醇、丙酮、丙烯腈、正丙醇、异丙醇等对测定无干扰。

中华人民共和国卫生
行业标准
作业场所空气中甲醇的
溶剂解吸气相色谱测定方法
WS/T 143—1999

*

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 6 千字
2000年8月第一版 2000年8月第一次印刷
印数 1—1 000

*

*

标目 417—54