

ICS 13.100
C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.63—2007

代替 GBZ/T 160.63—2004

工作场所空气有毒物质测定 饱和脂肪族酯类化合物

Determination of saturated aliphatic esters in the air of workplace

2007-06-13 发布

2007-11-30 实施



中华人民共和国卫生部 发布

前 言

根据《中华人民共和国职业病防治法》制定本标准。

本标准代替 GBZ/T160.63—2004,自本标准实施之日起,GBZ/T160.63—2004 同时废止。

本标准与 GBZ/T160.63—2004 相比主要修改如下:

——增加了乙酸异丁酯、乙酸异戊酯、硫酸二甲酯的测定方法。

本标准由卫生部职业卫生标准专业委员会提出。

本标准由中华人民共和国卫生部批准。

本标准的主要起草单位和主要起草人:

——甲酸酯类、乙酸酯类和 1,4-丁内酯的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位:辽宁省疾病预防控制中心、沈阳市疾病预防控制中心。

主要起草人:程玉琪、曲宁、徐志洪、张沈燕。

——乙酸乙酯的无泵型采样-气相色谱法

主要起草单位:天津市疾病预防控制中心。

主要起草人:刘黛莉。

——硫酸二甲酯的高效液相色谱法

主要起草单位:辽宁省疾病预防控制中心。

主要起草人:曲宁、聂莉。

——乙酸异丁酯的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位:大连市疾病预防控制中心。

主要起草人:姜汉硕、鲁杰。

——乙酸异戊酯的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位:大连市疾病预防控制中心。

主要起草人:姜汉硕、鲁杰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

GB/T 16066~GB/T 16070—1995;

GB/T 17079~GB/T 17083—1997;

WS/T 158—1999;

WS/T 166—1999;

GBZ/T 160.63—2004。

工作场所空气有毒物质测定 饱和脂肪族酯类化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中饱和脂肪族酯类化合物浓度的方法。

本标准适用于工作场所空气中饱和脂肪族酯类化合物(甲酸甲酯、甲酸乙酯、乙酸甲酯、乙酸乙酯、乙酸丙酯、乙酸丁酯、乙酸戊酯、1,4-丁内酯、硫酸二甲酯、乙酸异丁酯、乙酸异戊酯)浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范。

3 甲酸酯类、乙酸酯类和1,4-丁内酯的溶剂解吸-气相色谱法

3.1 原理

空气中的甲酸酯类、乙酸酯类和1,4-丁内酯用活性炭管采集,溶剂解吸后进样,经色谱柱分离,氢焰离子化检测器检测,以保留时间定性,峰高或峰面积定量。

3.2 仪器

3.2.1 活性炭管:溶剂解吸型,内装100mg/50mg活性炭。

3.2.2 空气采样器:流量0mL/min~500mL/min。

3.2.3 溶剂解吸瓶:5mL。

3.2.4 微量注射器:1 μ L,10 μ L。

3.2.5 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。

仪器操作参考条件:

色谱柱1(用于甲酸酯类和乙酸酯类):2m \times 3mm FFAP:Chromosorb WAW DMCS=10:100;

柱温:70 $^{\circ}$ C;或采用程序升温,60 $^{\circ}$ C保持1min,以4 $^{\circ}$ C/min升温至100 $^{\circ}$ C,保持2min;

汽化室温度:180 $^{\circ}$ C;

检测室温度:180 $^{\circ}$ C;

载气(氮气)流量:30mL/min。

色谱柱2(用于1,4-丁内酯):2m \times 4mm 聚二乙二醇己二酸酯:Chromosorb WAW DMCS=10:100;

柱温:165 $^{\circ}$ C;

汽化室温度:220 $^{\circ}$ C;

检测室温度:220 $^{\circ}$ C;

载气(氮气)流量:30mL/min。

3.3 试剂

3.3.1 解吸液:二硫化碳(用于甲酸酯类、乙酸酯类)、丙酮(用于1,4-丁内酯),色谱鉴定无干扰色谱峰。

3.3.2 FFAP和聚二乙二醇己二酸酯:色谱固定液。

3.3.3 Chromosorb WAW DMCS 色谱担体,60目~80目。

3.3.4 标准溶液:于10mL容量瓶中,加入约5mL解吸液,准确称量后,加入3滴甲酸酯类、乙酸酯类或1,4-丁内酯(色谱纯),再准确称量;加解吸液至刻度,由2次称量之差计算溶液的浓度,为标准贮备液。临用前,用解吸液稀释成3.0mg/mL标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

3.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照GBZ 159执行。

3.4.1 短时间采样:在采样点,打开活性炭管两端,以100mL/min流量采集15min空气样品。

3.4.2 长时间采样:在采样点,打开活性炭管两端,以50mL/min流量采集2h~8h空气样品。

3.4.3 个体采样:在采样点,打开活性炭管两端,佩戴在采样对象的前胸上部,进气端尽量接近呼吸带,以50mL/min流量采集2h~8h空气样品。

3.4.4 样品空白:将活性炭管带至采样点,除不连接空气采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,封闭活性炭管两端,置清洁容器内运输和保存。样品在室温下,甲酸甲酯可保存5d,其余至少可保存7d。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品处理:将采样后的前后段活性炭分别倒入溶剂解吸瓶中,各加入1.0mL解吸液,封闭后,振荡1min,解吸60min。摇匀,解吸液供测定。若解吸液中待测物的浓度超过测定范围,可用解吸液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 标准曲线的绘制:用二硫化碳稀释标准溶液成0 μ g/mL、25 μ g/mL、50 μ g/mL、100 μ g/mL、200 μ g/mL和300 μ g/mL甲酸甲酯和甲酸乙酯标准系列;0 μ g/mL、100 μ g/mL、200 μ g/mL、400 μ g/mL和1000 μ g/mL乙酸甲酯和乙酸乙酯标准系列;0 μ g/mL、300 μ g/mL、600 μ g/mL、1200 μ g/mL和3000 μ g/mL乙酸丙酯、乙酸丁酯和乙酸戊酯标准系列;用丙酮稀释标准溶液成0 μ g/mL、100 μ g/mL、500 μ g/mL、1000 μ g/mL和2000 μ g/mL1,4-丁内酯标准系列。参照仪器操作条件,将气相色谱仪调节至最佳测定状态,进样1.0 μ L,测定各标准系列。每个浓度重复测定3次。以测得的峰高或峰面积均值对相应的甲酸酯类、乙酸酯类或1,4-丁内酯浓度(μ g/mL)绘制标准曲线。

3.5.3 样品测定:用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白解吸液,测得峰高或峰面积值后,由标准曲线得甲酸酯类、乙酸酯类或1,4-丁内酯的浓度(μ g/mL)。

3.6 计算

3.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

$$V_0 = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{p}{101.3} \quad (1)$$

式中:

V_0 ——标准采样体积的数值,单位为升(L);

V ——采样体积的数值,单位为升(L);

t ——采样点的温度数值,单位为摄氏度($^{\circ}$ C);

p ——采样点的大气压数值,单位为千帕(kPa)。

3.6.2 按式(2)计算空气中甲酸酯类、乙酸酯类或1,4-丁内酯的浓度。

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

式中:

c ——空气中甲酸酯类、乙酸酯类或1,4-丁内酯的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

c_1, c_2 ——测得前后段活性炭解吸液中甲酸酯类、乙酸酯类或1,4-丁内酯的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——解吸液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——标准采样体积的数值,单位为升(L);

D ——解吸效率,单位为(%).

3.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

3.7 说明

3.7.1 本法的检出限、最低检出浓度(以采集 1.5L 空气样品计)、测定范围、相对标准偏差、穿透容量(100mg 活性炭)和解吸效率列于表 1。每批活性炭管应测定其解吸效率。

表 1 方法的性能指标

化合物	检出限 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	测定范围 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	最低检出浓度 (mg/m^3)	相对标准偏差 (%)	穿透容量 (mg)	平均解吸效率 (%)
甲酸甲酯	1.4	1.4~300	0.93	2.1~5.8	2.1	>93.6
甲酸乙酯	1.3	1.3~300	0.87	2.3~4.9	8.4	>96.9
乙酸甲酯	0.4	0.4~1 000	0.27	2.6~4.3	2.9	>97.2
乙酸乙酯	0.4	0.4~3 000	0.27	2.6~4.3	14.6	>97.2
乙酸丙酯	0.5	0.5~3 000	0.33	2.6~4.3	24.5	>97.2
乙酸丁酯	0.4	0.4~3 000	0.27	2.6~4.3	32.1	>97.2
乙酸戊酯	0.2	0.2~1 000	0.13	2.6~4.3	21.0	>97.2
1,4-丁内酯	5	5~2 000	3.3	1.2~5.2	1.2	>94.4

3.7.2 样品解吸测定方法:先将溶剂解吸型吸附剂管的前段倒入解吸瓶中解吸并测定,如果测定结果显示未超出吸附剂的穿透容量时,后段可以不用解吸和测定;当测定结果显示超出吸附剂的穿透容量时,再将后段吸附剂解吸并测定。

3.7.3 本法可以使用相应的毛细管色谱柱。

4 乙酸乙酯的无泵型采样-气相色谱法

4.1 原理

空气中的乙酸乙酯用无泵型采样器采集,二硫化碳解吸后进样,经色谱柱分离,氢焰离子化检测器检测,以保留时间定性,峰高或峰面积定量。

4.2 仪器

4.2.1 无泵型采样器,可采用 GJ-1 型无泵型采样器或同类无泵型采样器。

4.2.2 溶剂解吸瓶:10mL。

4.2.3 注射器:1mL。

4.2.4 微量注射器:10 μL 、1 μL 。

4.2.5 气相色谱仪:氢焰离子化检测器。

仪器操作参考条件:

色 谱 柱:2m \times 4mm,FFAP:Chromosorb WAW(或 101 酸洗白色担体)=10:100;

柱 温:60 $^{\circ}\text{C}$;

汽化室温度:150 $^{\circ}\text{C}$;

检测室温度:150 $^{\circ}\text{C}$;

载气(氮气)流量:15mL/min。

4.3 试剂

4.3.1 二硫化碳:色谱鉴定无干扰杂质峰。

4.3.2 FFAP:色谱固定液。

4.3.3 Chromosorb WAW 或 101 酸洗白色担体:60 目~80 目。

4.3.4 标准溶液:于 10mL 容量瓶中,加入少量二硫化碳,用微量注射器准确加入 25 μL 乙酸乙酯(色谱纯,在 20 $^{\circ}\text{C}$,1 μL 乙酸乙酯为 0.8998mg),加二硫化碳至刻度。此溶液为 2.25mg/mL 标准溶液。或

用国家认可的标准溶液配制。

4.4 样品采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

4.4.1 定点采样:在采样点,取出装好活性炭片的无泵型采样器,悬挂在采样对象呼吸带高度的支架上,采集 1h~8h 空气样品。

4.4.2 个体采样:在采样点,取出装好活性炭片的无泵型采样器,佩戴在采样对象的前胸上部,采集 4h~8h 空气样品。

4.4.3 样品空白:将装好活性炭片的无泵型采样器带至采样点,除不采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,立即密封采样器,置清洁容器内运输和保存。在室温下可保存 14d。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理:将采过样的活性炭片放入溶剂解吸瓶中,加入 5.0mL 二硫化碳,封闭后,不时振摇,解吸 30min。摇匀,解吸液供测定。若解吸液中待测物的浓度超过测定范围,可用二硫化碳稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

4.5.2 标准曲线的制备:用二硫化碳稀释标准溶液成 $0\mu\text{g/mL}$ 、 $225\mu\text{g/mL}$ 、 $450\mu\text{g/mL}$ 和 $900\mu\text{g/mL}$ 乙酸乙酯标准系列。参照仪器操作条件,将气相色谱仪调节至最佳测定状态,进样 $1.0\mu\text{L}$,测定标准系列。每个浓度重复测定 3 次。以测得的峰高或峰面积均值对乙酸乙酯浓度($\mu\text{g/mL}$)绘制标准曲线。

4.5.3 样品测定:用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白的解吸液。测得峰高或峰面积值后,由标准曲线得乙酸乙酯的浓度($\mu\text{g/mL}$)。

4.6 计算

4.6.1 按照无泵型采样器的采样流量和采样时间计算采样体积。

4.6.2 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

4.6.3 按式(3)计算空气中乙酸乙酯的浓度。

$$C = \frac{5c}{V_0 D} \dots\dots\dots (3)$$

式中

C ——空气中乙酸乙酯的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

c ——测得活性炭片解吸液中乙酸乙酯的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

5 ——解吸液的总体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——标准采样体积的数值,单位为升(L);

D ——解吸效率,单位为%。

4.6.4 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

4.7 说明

4.7.1 本法的检出限为 $4\mu\text{g/mL}$;最低检出浓度为 $2.4\text{mg}/\text{m}^3$ (以采样 2h 计);测定范围为 $2.4\text{mg}/\text{m}^3 \sim 686\text{mg}/\text{m}^3$ 。平均相对标准偏差为 4.9%,总准确度为 $\pm 12.2\%$ 。每批活性炭片应测定解吸效率。

4.7.2 本法的平均回收率为 98.6%,最大吸附容量 $> 45\text{mg}$ 。平均解吸效率为 94%。无泵型采样器参数由生产厂商提供。

4.7.3 无泵型采样器的采样一般不受工作场所的温度、湿度和风速的影响,但不能直对风机或风扇。

4.7.4 本法可以使用相应的毛细管色谱柱测定。

5 硫酸二甲酯的高效液相色谱法

5.1 原理

空气中硫酸二甲酯经硅胶吸附,丙酮解吸后,在碱性加热的条件下与对硝基苯酚反应生成对硝基茴香醚。经色谱柱分离,用紫外检测器检测。以保留时间定性,峰面积定量。

5.2 仪器

- 5.2.1 硅胶管:溶剂解吸型,内装 200mg/100mg 硅胶。
- 5.2.2 空气采样器:流量 0mL/min~500mL/min。
- 5.2.3 恒温水浴箱。
- 5.2.4 具塞试管:10mL。
- 5.2.5 分液漏斗:250mL。
- 5.2.6 微量注射器:10 μ L。
- 5.2.7 高效液相色谱仪,紫外检测器。

仪器操作参考条件:

色谱柱:25cm \times 4.6mm \times 5 μ m C₁₈;

波长:305nm;

柱温:55 $^{\circ}$ C;

流动相:甲醇:水=50:50;

流量:1mL/min。

5.3 试剂

实验用水为重蒸馏水,试剂为分析纯。

- 5.3.1 对硝基苯酚。
- 5.3.2 解吸液:丙酮,色谱鉴定无干扰峰。
- 5.3.3 乙醚:色谱鉴定无干扰峰。
- 5.3.4 氢氧化钠溶液:12g/L。
- 5.3.5 标准溶液:于 100mL 容量瓶中加入 10mL 丙酮,准确称量,加入 10 滴硫酸二甲酯(色谱纯),再准确称量,加丙酮至刻度,由 2 次称量之差计算溶液的浓度,此溶液为标准贮备液。临用前,用丙酮稀释成 200 μ g/mL 硫酸二甲酯标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

5.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

- 5.4.1 样品采集:在采样点,打开硅胶管两端,以 300mL/min 的流量采集 15min 空气样品。
- 5.4.2 样品空白:将硅胶管带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。采样后,封闭进出气口,置清洁容器内运输和保存。样品在常温下可稳定 2d。

5.5 分析步骤

- 5.5.1 样品处理:将采过样的硅胶倒入具塞试管中,加 2.0mL 丙酮,400mg 对硝基苯酚,8mL 氢氧化钠溶液,混匀,供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围,可用丙酮稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。
- 5.5.2 工作曲线的绘制:取 5 只具塞试管,分别加入 0.00mL、0.050mL、0.50mL、1.00mL 和 1.50mL 硫酸二甲酯标准溶液,用丙酮稀释至 2mL,配成 0.0 μ g/mL、5.0 μ g/mL、50.0 μ g/mL、100.0 μ g/mL 和 150.0 μ g/mL 的硫酸二甲酯标准系列(可稳定 4h)。向各管分别加入 100mg 硅胶、400mg 对硝基苯酚和 8mL 氢氧化钠溶液,充分混匀。在 40 $^{\circ}$ C 水浴中保温 1h,取出后,冷却至室温。移至分液漏斗中,加入 10.0mL 乙醚,提取 3min,静置分层。取 5 μ L 乙醚提取液进样。每个浓度重复测定 3 次,以峰面积均值对硫酸二甲酯浓度(μ g/mL)绘制标准曲线。
- 5.5.3 样品测定:用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白的解吸液。测得的峰面积值后,由标准曲线得硫酸二甲酯的浓度(μ g/mL)。

5.6 计算

- 5.6.1 按式(1)将采样体积换算为标准采样体积。
- 5.6.2 按式(4)计算空气中硫酸二甲酯的浓度。

$$C = \frac{2c}{V_0 D} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- C ——空气中硫酸二甲酯的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);
 c ——测得样品溶液中硫酸二甲酯的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
 2 ——样品溶液的体积数值,单位为毫升(mL);
 V_0 ——标准采样体积的数值,单位为升(L);
 D ——解吸效率。

5.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

5.7 说明

5.7.1 本法的检出限为 $0.2\mu\text{g}/\text{mL}$ 。最低检出浓度为 $0.09\text{mg}/\text{m}^3$ (以采集 4.5L 空气样品计),测定范围为 $0.2\mu\text{g}/\text{mL} \sim 150\mu\text{g}/\text{mL}$ 。相对标准偏差 $\leq 5.2\%$ 。

5.7.2 100mg 硅胶的穿透容量为 0.63mg。解吸效率 $\geq 85.0\%$ 。每批硅胶管应测定其解吸效率。

5.7.3 样品解吸测定方法,先将溶剂解吸型吸附剂管的前段倒入解吸瓶中解吸并测定,如果测定结果显示未超出吸附剂的穿透容量时,后段可以不用解吸和测定;当测定结果显示超出吸附剂的穿透容量时,再将后段吸附剂解吸并测定。

6 乙酸异丁酯的溶剂解吸-气相色谱法

6.1 原理

空气中乙酸异丁酯用活性炭管采集,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,峰面积或峰高定量。

6.2 仪器

- 6.2.1 活性炭管:溶剂解吸型,内装 100mg/50mg 活性炭。
 6.2.2 空气采样器,20mL/min~500mL/min。
 6.2.3 溶剂解吸瓶,5mL。
 6.2.4 微量进样器,1 μL 。
 6.2.5 气相色谱仪,配备氢火焰离子化检测器。
 仪器操作参考条件:
 色谱柱:2m \times 3mm,FFAP:Chromosorb W AW=10:100;
 柱温:80 $^{\circ}\text{C}$;
 汽化室温度:160 $^{\circ}\text{C}$;
 检测室温度:160 $^{\circ}\text{C}$;
 载气(氮气)流量:35mL/min。

6.3 试剂

- 6.3.1 乙酸异丁酯:色谱纯。
 6.3.2 二硫化碳:分析纯(不干扰测定)。
 6.3.3 FFAP 色谱固定液。
 6.3.4 Chromosorb W AW 担体:60目~80目。
 6.3.5 标准溶液:于 25mL 容量瓶中,加入约 10mL 二硫化碳,盖塞。准确称量后,迅速滴加数滴乙酸异丁酯,再盖塞,准确称量。用二硫化碳稀释至刻度。由 2 次称量之差计算出溶液浓度,为乙酸异丁酯标准储备液。用二硫化碳稀释成 3.0mg/mL 标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

6.4 样品的采集、运输与保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

- 6.4.1 短时间采样:在采样点,打开活性炭管两端,以 100mL/min 流量采集 15min 空气样品。

- 6.4.2 长时间采样:在采样点,打开活性炭管两端,以 50mL/min 流量采集 2h~8h 空气样品。
- 6.4.3 个体采样:在采样点,打开活性炭管两端,佩戴在监测对象的前胸上部,进气口尽量接近呼吸带,以 50mL/min 流量采集 2h~8h 空气样品。
- 6.4.4 样品空白:将活性炭管带至现场,除不连接空气采样器采集空气样品外,其余操作同样品。采样后,立即封闭活性炭管两端,置清洁容器中运输和保存。室温保存,至少可以稳定 30d。

6.5 分析步骤

6.5.1 样品处理:将采过样的前后段活性炭分别倒入溶剂解吸瓶中,各加入 1.0mL 二硫化碳,封闭后,振荡 1min,解吸 30min。解吸液供测定。若解吸液中乙酸异丁酯浓度超过测定范围,可用二硫化碳稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

6.5.2 标准曲线的绘制:用二硫化碳稀释标准溶液配制 0 μ g/mL、375 μ g/mL、750 μ g/mL 和 3 000 μ g/mL 乙酸异丁酯标准系列。参照仪器操作条件,将气相色谱仪调节至最佳操作条件,分别进样 1.0 μ L,测定各标准系列。每种浓度重复测定 3 次,以测得的峰高或峰面积均值对乙酸异丁酯的浓度(μ g/mL)绘制标准曲线。

6.5.3 样品测定:用测定标准管的操作条件测定样品和样品空白解吸液,测得的样品峰高或峰面积值后,由标准曲线得乙酸异丁酯的浓度(μ g/mL)。

6.6 计算

6.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

6.6.2 按式(5)计算空气中乙酸异丁酯的浓度。

$$c = \frac{(c_1 + c_2)V}{V_0} \quad (5)$$

式中:

c ——空气中乙酸异丁酯的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

c_1, c_2 ——测得前后段活性炭解吸液中乙酸异丁酯的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——解吸液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——标准采样体积的数值,单位为升(L)。

6.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ159 规定计算。

6.7 说明

6.7.1 本法的检出限为 0.9 μ g/mL。最低检出浓度为 0.6 mg/m^3 (以采集 1.5L 空气样品计)。测定范围为 0.9 μ g/mL~3 000 μ g/mL。相对标准偏差为 3.4%~4.5%。

6.7.2 本法 100mg 活性炭对乙酸异丁酯的穿透容量为 22.1mg。平均采样效率为 100%。

6.7.3 解吸效率为 95.3%~98.2%。

6.7.4 样品解吸测定方法,先将溶剂解吸型吸附剂管的前段倒入解吸瓶中解吸并测定,如果测定结果显示未超出吸附剂的穿透容量时,后段可以不用解吸和测定;当测定结果显示超出吸附剂的穿透容量时,再将后段吸附剂解吸并测定。

6.7.5 现场共存苯、二甲苯、异丁醇时不干扰测定;甲苯对测定有干扰,可适当改变色谱条件。

6.7.6 本法可采用相同极性的毛细管色谱柱。

7 乙酸异戊酯的溶剂解吸-气相色谱法

7.1 原理

空气中乙酸异戊酯用活性炭管采集,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,峰面积或峰高定量。

7.2 仪器

7.2.1 活性炭管:溶剂解吸型,内装 100mg/50mg 活性炭。

7.2.2 空气采样器:20mL/min~500mL/min。

- 7.2.3 溶剂解吸瓶,5mL。
- 7.2.4 微量进样器,1 μ L。
- 7.2.5 气相色谱仪,氢火焰离子化检测器。

仪器操作参考条件:

- 色 谱 柱:2m \times 3mm,FFAP:Chromosorb W AW=10:100;
- 柱 温:80 $^{\circ}$ C;
- 汽化室温度:160 $^{\circ}$ C;
- 检测室温度:160 $^{\circ}$ C;
- 载气(氮气)流量:35mL/min。

7.3 试剂

- 7.3.1 乙酸异戊酯:色谱纯。
- 7.3.2 二硫化碳:色谱纯(经检测不干扰测定)。
- 7.3.3 FFAP 色谱固定液。
- 7.3.4 Chromosorb W AW 担体:60目~80目。
- 7.3.5 标准溶液:于25mL容量瓶中,加入约10mL二硫化碳,盖塞。准确称重后,迅速滴加数滴乙酸异戊酯,盖塞,再准确称重。用二硫化碳稀释至刻度。由2次称量之差计算出溶液浓度,为乙酸异戊酯标准储备液。用二硫化碳稀释成1.5mg/mL标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

7.4 样品的采集、运输与保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

- 7.4.1 短时间采样:在采样点,打开活性炭管两端,以200mL/min流量采集15min空气样品。
- 7.4.2 长时间采样:在采样点,打开活性炭管两端,以50mL/min流量采集2h~8h空气样品。
- 7.4.3 个体采样:在采样点,打开活性炭管两端,佩戴在监测对象的前胸上部,进气口尽量接近呼吸带,以50mL/min流量采集2h~8h空气样品。
- 7.4.4 样品空白:将活性炭管带至现场,除不连接空气采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,立即封闭活性炭管两端,置清洁容器中运输和保存。室温下,至少可以稳定30d。

7.5 分析步骤

- 7.5.1 样品处理:将采过样的前后段活性炭分别倒入溶剂解吸瓶中,各加入1.0mL二硫化碳封闭后,振荡1min,解吸30min。解吸液供测定。若解吸液中乙酸异戊酯浓度超过测定范围,可用二硫化碳稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。
- 7.5.2 标准曲线的绘制:用二硫化碳稀释标准溶液配制0 μ g/mL、500 μ g/mL、1000 μ g/mL和1500 μ g/mL乙酸异戊酯标准系列。参照仪器操作条件,将气相色谱仪调节至最佳操作状态,分别进样1.0 μ L,测定各标准系列。每种浓度重复测定3次,以测得的峰高或峰面积均值对乙酸异戊酯的浓度(μ g/mL)绘制标准曲线。
- 7.5.3 样品测定:用测定标准管的操作条件测定样品和样品空白解吸液,测得样品峰高或峰面积值后,由标准曲线得乙酸异戊酯的浓度(μ g/mL)。

7.6 计算

- 7.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。
- 7.6.2 按式(6)计算空气中乙酸异戊酯的浓度。

$$c = \frac{(c_1 + c_2)V}{V_0 D} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- c——空气中乙酸异戊酯的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m³);
- c₁,c₂——测得前后段活性炭解吸液中乙酸异戊酯的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升(μ g/mL);
- V——解吸液的体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——标准采样体积的数值,单位为升(L);

D ——解吸效率,单位为%。

7.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ159 规定计算。

7.7 说明

7.7.1 本法检出限为 $0.9\mu\text{g}/\text{mL}$ 。最低检出浓度为 $0.3\text{mg}/\text{m}^3$ (以采集 3L 空气样品计)。测定范围为 $0.9\mu\text{g}/\text{mL}\sim 1500\mu\text{g}/\text{mL}$ 。相对标准偏差为 2.3%~3.4%。

7.7.2 100mg 活性炭对乙酸异戊酯的穿透容量为 25.4mg。平均采样效率为 100%。

7.7.3 解吸效率为 94.0%~97.3%。

7.7.4 样品解吸测定方法:先将溶剂解吸型吸附剂管的前段倒入解吸瓶中解吸并测定,如果测定结果显示未超出吸附剂的穿透容量时,后段可以不用解吸和测定;当测定结果显示超出吸附剂的穿透容量时,再将后段吸附剂解吸并测定。

7.7.5 现场共存苯、甲苯、异戊醇等不干扰测定。对、间二甲苯存在时可能产生干扰,可适当改变色谱条件来解决。

7.7.6 本法可采用相同极性的毛细管色谱柱。
