

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对硝基苯胺的浓度。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。本标准与紫外分光光度法和高效液相色谱法的测定资格等效。

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:广东省职业病防治院、湖北省卫生防疫站。

本标准主要起草人:陈利平、叶能权、童映芳、陆展荣、梁禄。

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

车间空气中对硝基苯胺的溶剂解吸 气相色谱测定方法

GB/T 17072—1997

Workplace air—Determination of p-nitroaniline—
Solvent desorption gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了用硅胶管采样,乙醇解吸气相色谱测定车间空气中对硝基苯胺浓度的方法。
本标准适用于车间空气中对硝基苯胺浓度的测定。

2 原理

用硅胶采集空气中对硝基苯胺,乙醇解吸进样,OV-17 色谱柱分离,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。

3 仪器

3.1 硅胶管:长 80mm,内径 4.0~4.5mm 的玻璃管,内装 200mg(前段)和 100mg(后段)处理好的 40~60 目硅胶。硅胶的中间和两端用少量清洁的玻璃棉固定。管两端用塑料帽密封或熔封,前法可保存 10 天,后法可保存 3 个月。

3.2 空气采样器:流量 0~1/min。

3.3 微量注射器:10 μ L,100 μ L。

3.4 具塞刻度试管:5mL。

3.5 气相色谱仪:氢焰离子化检测器。

色谱柱:柱长 1.6m,内径 4mm,玻璃柱;

OV-17: Chromosorb W AW DMCS=2:100;

柱温:80 $^{\circ}$ C 4min,以 8 $^{\circ}$ C/min 升温至 210 $^{\circ}$ C,保持 4min;

汽化室温度:250 $^{\circ}$ C;

检测室温度:250 $^{\circ}$ C;

载气(氮气)流量:30mL/min。

4 试剂

4.1 硅胶:将 40~60 目硅胶于 1+1 盐酸溶液中浸泡一昼夜,弃去酸液,用水洗至无氯离子为止,洗好的硅胶置 90~100 $^{\circ}$ C 干燥,再在 320 $^{\circ}$ C 活化 4h;于干燥器中放冷,备用。

4.2 乙醇:95%(V/V)。

4.3 OV-17: 色谱固定液。

4.4 Chromosorb W AW DMCS:60~80 目,色谱担体。

4.5 对硝基苯胺标准溶液:准确称取 0.2000g 对硝基苯胺于 25mL 量瓶中,用乙醇溶解并稀释至刻度,