

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 70—1996

车间空气中二甲基乙酰胺的 气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of dimethyl acetamide
—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二甲基乙酰胺的浓度。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:上海市卫生防疫站。

本标准主要起草人:严怀曾、袁克茵、温忆敏。

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

车间空气中二甲基乙酰胺的气相色谱测定方法

WS/T 70—1996

Workplace air—Determination of dimethyl acetamide
—Gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了气相色谱法测定车间空气中二甲基乙酰胺浓度的方法。

本标准适用于生产和使用二甲基乙酰胺的车间空气中二甲基乙酰胺浓度的测定。

2 原理

用多孔玻板吸收管加水采集空气中二甲基乙酰胺直接进样,经聚乙二醇 20M 及氢氧化钾色谱柱分离,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 多孔玻板吸收管。

3.2 微量注射器,1 μ L,10 μ L。

3.3 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。14 ng 二甲基乙酰胺给出的信噪比不低于 3:1。

色谱柱:柱长 2 m,内径 4 mm,不锈钢柱。装柱前先用 30%氢氧化钾涂 1 次,烘干。

聚乙二醇 20M:氢氧化钾:6201 担体=5:5:100。

柱温:120℃。

汽化室温度:200℃。

检测室温度:150℃。

载气(氮气):30 mL/min。

4 试剂

4.1 二甲基乙酰胺,色谱纯。

4.2 聚乙二醇 20M,色谱固定液。

4.3 6201 担体,60~80 目。

4.4 氢氧化钾,分析纯。

5 采样

以内盛 5 mL 水的多孔玻板吸收管,以 1 L/min 的速度抽取 15 L 空气。

6 分析步骤

6.1 对照试验

将装好吸收液的吸收管带到采样点,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

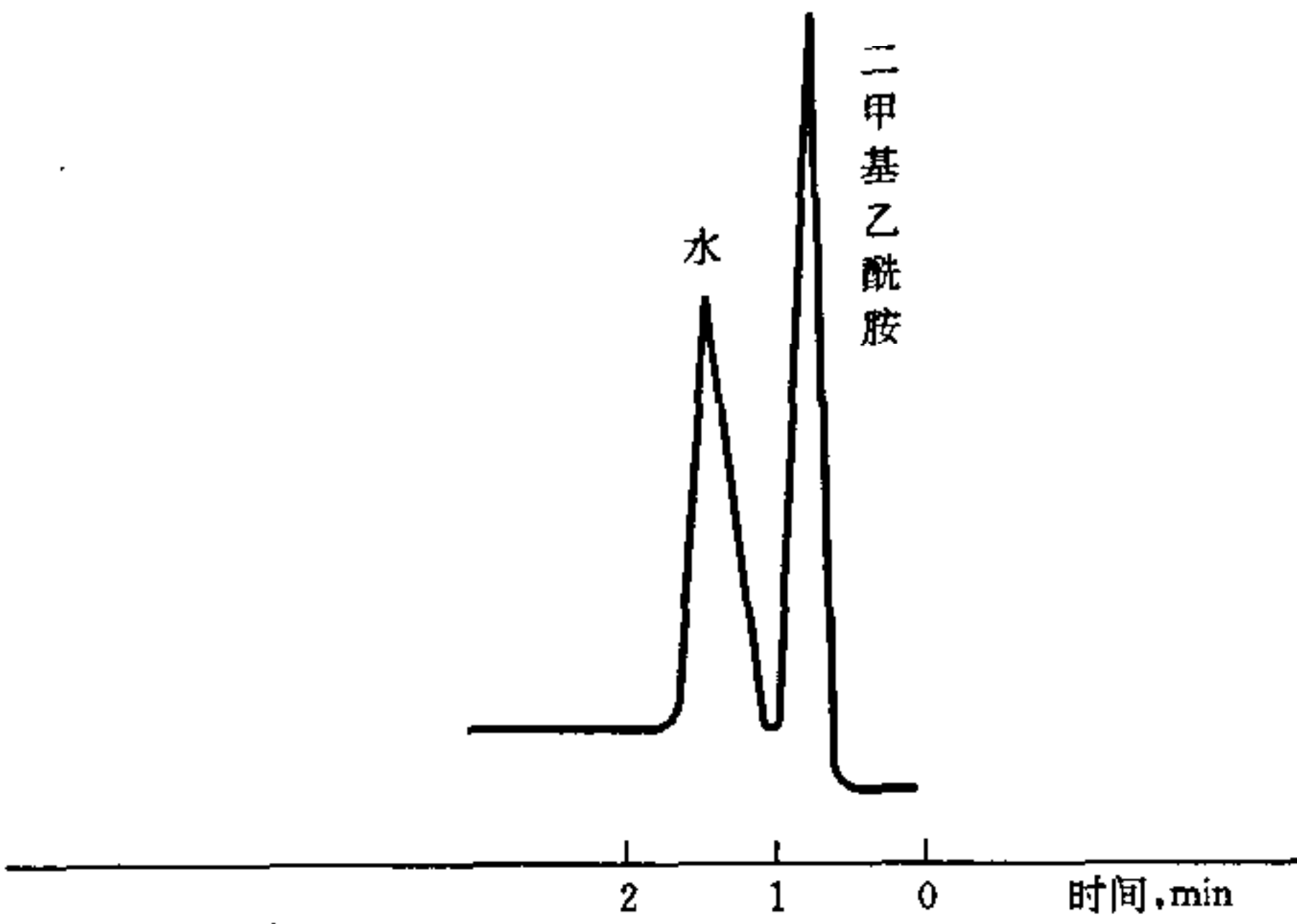
用吸收管中的吸收液洗涤进气管内壁 3 次,然后倒入具塞管中待分析。

6.3 标准曲线的绘制

于一个 25 mL 量瓶中,先加入少量水,精确称量后,用注射器取一定量二甲基乙酰胺(于 20℃时 1 μL 二甲基乙酰胺质量为 0.940 mg)注入量瓶中,再称量,加水至刻度,配成一定量的贮备液,应用前用水稀释成使二甲基乙酰胺的含量为 0.015,0.030,0.060 μg/μL 的标准溶液,取 2 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,以二甲基乙酰胺含量(μg)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 2 μL 样品进样,以峰高定量。



二甲基乙酰胺色谱图

7 计算

7.1 按式(1)将样品体积换算成标准状况下的体积。

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

式中: V_0 ——标准状况下的样品体积,L;
 V ——样品体积,L;
 t ——温度,℃;
 p ——大气压力,kPa。

7.2 按式(2)计算二甲基乙酰胺的浓度。

$$c = \frac{m}{V_0} \times 1\,000 \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——空气中二甲基乙酰胺的浓度,mg/m³;
 V_0 ——标准状况下的样品体积,L;
 m ——由标准曲线上查出样品中二甲基乙酰胺的含量,μg。

8 说明

- 8.1 本法的检出限为 $1.4 \times 10^{-2} \mu\text{g}$ 。当二甲基乙酰胺的浓度为 5, 10, 20 mg/m^3 时其变异系数分别为 3.7%, 2.3%, 2.4%。
- 8.2 采样后在常温下样品可保存七天。
- 8.3 当二甲基乙酰胺浓度为 0.9~10 mg/m^3 时, 其采样效率为 100%。
- 8.4 现场可能存在干扰物与二甲基乙酰胺有相同的保留时间, 干扰二甲基乙酰胺的测定, 在此情况下可改变色谱条件, 予以排除。
-

中华人民共和国卫生
行 业 标 准
车间空气中二甲基乙酰胺的
气相色谱测定方法
WS/T 70—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 6 千字
1997年6月第一版 1997年6月第一次印刷
印数 1—800

*

标 目 312—092