

中华人民共和国国家标准

车间空气中硫酸二甲酯的 溶剂解吸液相色谱测定方法

GB/T 17077—1997

Workplace air—Determination of dimethyl sulphate
—Solvent desorption liquid chromatographic method

1 范围

本标准规定了溶剂解吸高效液相色谱测定车间空气中硫酸二甲酯浓度的方法。
本标准适用于车间空气中硫酸二甲酯浓度的测定。

2 原理

空气中的硫酸二甲酯用硅胶管采样后,用丙酮解吸,在碱性和加热的条件下与对硝基苯酚反应生成对硝基茴香醚。经 ODS C₁₈柱分离,用紫外检测器检测。以保留时间定性,峰面积定量。

3 仪器

3.1 硅胶管:在长 70mm,内径 3.5~4.0mm,外径 5.5~6.0mm 的玻璃管中装入 100mg60~80 目层析用硅胶,两端用玻璃棉固定,套上塑料帽或熔封后保存。装管前于 120~130℃活化 2h。

3.2 空气采样器:0~1L/min。

3.3 恒温水浴箱。

3.4 具塞试管:10mL。

3.5 分液漏斗:250mL。

3.6 微量注射器:10 μ L。

3.7 高效液相色谱仪,紫外检测器。

色谱柱:柱长 25cm,内径 4.6mm,不锈钢柱;

柱填料:ODS C₁₈(5 μ m);

柱温:55℃;

流动相:5+5 甲醇;

流量:1mL/min;

紫外检测器波长:305nm。

4 试剂

4.1 硫酸二甲酯。

4.2 对硝基苯酚。

4.3 重蒸馏水。

4.4 丙酮、乙醚、甲醇:重蒸馏提纯。

4.5 氢氧化钠溶液:0.3mol/L。

4.6 标准溶液:取10mL丙酮加于100mL量瓶中。准确称量,加入10滴硫酸二甲酯,再准确称量,两次称量之差即为硫酸二甲酯的质量。加丙酮至刻度,计算1mL溶液中硫酸二甲酯的含量。使用时,用丙酮稀释成浓度分别为0.5.0,30.0,50.0,100.0,150.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液。此溶液须临用前配制,4h内稳定。

5 采样

在采样现场打开硅胶管,以0.2~0.3L/min的流量采集10L以上空气。采样后将管的两端套上塑料帽。2天内分析。

6 分析步骤

6.1 对照试验:将未采过样的硅胶管带到采样现场,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:将样品中的硅胶倒入具塞试管中,加2mL丙酮,0.4g对硝基苯酚,8mL氢氧化钠溶液,以下按标准曲线操作。

6.3 标准曲线的绘制:取6支试管,分别加入2mL五种浓度标准溶液。再加0.1g硅胶,0.4g对硝基苯酚,8mL氢氧化钠溶液,充分混匀。在40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中恒温1h,取出冷至室温。用10.0mL乙醚在分液漏斗中提取3min,静置分层。用微量注射器取5.0 μL 乙醚提取液进样。每种浓度重复3次,取峰面积的平均值。以峰面积对硫酸二甲酯含量作图,绘制标准曲线,保留时间为定性指标。

6.4 测定:取5.0 μL 样品和空白对照的乙醚提取液进样,用保留时间定性,峰面积定量。以测得样品的峰面积减去空白对照的峰面积后,由标准曲线查得硫酸二甲酯的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

7 计算

7.1 按式(1)将采样体积换算成标准状况下的体积。

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

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)计算空气中硫酸二甲酯的浓度。

$$c = \frac{c_1 \times V}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——空气中硫酸二甲酯的浓度, mg/m^3 ;

c_1 ——由标准曲线上查出的硫酸二甲酯的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V ——样品溶液总体积,mL;

V_0 ——同式(1)。

8 说明

8.1 本法的检出限为1ng(进样5 μL 液体样品);最低检出浓度为0.04 mg/m^3 (采10L空气)。测定范围为0.25~30.0 mg/m^3 ;当硫酸二甲酯浓度为1.0,10.0,30.0 mg/m^3 时,相对标准偏差分别为6.7%,4.7%,3.0%。

8.2 硅胶管对硫酸二甲酯的采样效率接近100%。100mg硅胶对硫酸二甲酯的穿透容量为630 μg 。丙

酮解吸效率不低于 85.0%。

8.3 采样后将硅胶管两端套上塑料帽,于室温下保存,至少可稳定两天。

为避免硅胶管吸附其他有机蒸气,最好存放于密闭容器中。

8.4 现场湿度过大,将影响采样结果,此时可连接适宜的干燥管以降低湿度。

8.5 使用不同厂家、不同型号、不同批号的硅胶时,应重新测定穿透容量和解吸效率。
