

广东省职业卫生技术质量控制中心技术指南

GDOHTQC 011—2022

工作场所空气中乙醚和异丙醚的 溶剂解吸-气相色谱法

Ethyl ether and isopropyl ether in workplace air by
solvent desorption-gas chromatography

2022-06-06 发布

2022-06-06 实施

广东省职业卫生技术质量控制中心 发布

前 言

本技术指南按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本技术指南由广东省职业卫生技术质量控制中心提出并归口。

本技术指南负责制定单位为广东省职业病防治院，参与制定单位有深圳市职业病防治院、广州市职业病防治院、佛山市职业病防治所和惠州市职业病防治院。

本技术指南主要起草人：何嘉恒、阙冰玲、张子群、吴邦华、戎伟丰、林佐侃、袁静、胡嘉雯、蒙瑞波、谢玉璇、杨雪姬、骆春霞、游慧圆。

工作场所空气中乙醚和异丙醚的溶剂解吸-气相色谱法

28 范围

本技术指南规定了工作场所空气中化学因素乙醚和异丙醚的溶剂解吸-气相色谱法。
本技术指南适用于工作场所空气中蒸气态的乙醚和异丙醚浓度测定。

29 规范性引用文件

下列文件对于本技术指南的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本技术指南。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本技术指南。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

GBZ/T 210.4 职业卫生标准制定指南 第4部分：工作场所空气中化学物质的测定方法

GBZ/T 300.1 工作场所空气有毒物质测定 第1部分：总则

30 原理

空气中蒸气态的乙醚和异丙醚用活性炭管采集，二硫化碳解吸后进样，经气相色谱柱分离，以氢火焰离子化检测器检测，根据保留时间定性，外标法定量。

31 仪器设备与材料

- 4.1 活性炭管：溶剂解吸型，内装 100mg/50mg 活性炭。
- 4.2 空气采样器：满足 0.03~0.2L/min 的流量。
- 4.3 样品瓶：2mL，瓶盖垫片内衬为聚四氟乙烯材质。
- 4.4 精密微量注射器：10 μ L、50 μ L、100 μ L、250 μ L、500 μ L。
- 4.5 容量瓶：2mL、10mL。
- 4.6 分析天平：感量 0.01mg。
- 4.7 气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器。

32 试剂

- 5.1 乙醚（C₄H₁₀O），色谱纯（20℃时，1 μ L 液体的质量为 0.71mg）。
- 5.2 异丙醚（C₆H₁₄O），色谱纯（20℃时，1 μ L 液体的质量为 0.73mg）。
- 5.3 二硫化碳（CS₂），色谱纯。

5.4 标准储备溶液：10mL 容量瓶中加入少量二硫化碳，准确称量后，加入一定量的乙醚和/或异丙醚，再准确称量，用二硫化碳定容，由称量之差计算溶液的浓度。或用国家认可的标准溶液配制。

5.5 标准应用溶液：准确吸取一定量的乙醚和/或异丙醚标准储备溶液至 10mL 容量瓶，用二硫化碳定容至刻度，配制成浓度分别为 28.54mg/mL 和/或 58.00mg/mL 的乙醚和/或异丙醚标准应用溶液。

33 样品的采集、运输和保存

6.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.2 短时间采样

以 0.2L/min 流量，采集 15min 空气样品。

6.3 长时间采样

以 0.03L/min 流量，采集 2h~8h 空气样品。

6.4 样品空白

打开活性炭管两端，并立即封闭，然后同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。

6.5 采样后，立即封闭活性炭管两端，与样品空白一起置清洁容器中运输和保存。室温下，样品可稳定保存 13d。

34 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

p) 色谱柱：30m×0.32mm×1.0μm，硝基对苯二甲酸改性的聚乙二醇（FFAP）；

q) 柱温：50℃，保持 5.00min，然后以 20℃/min 升至 200℃；

r) 进样口温度：250℃；

s) 进样模式：分流模式，分流比 10:1；

t) 检测器温度：300℃；

u) 载气（氮气）流量：1.0mL/min；

v) 进样体积：1.0μL。

7.2 标准系列溶液的配制与测定

取不少于 6 只 2mL 容量瓶，分别准确吸取一定体积的乙醚和/或异丙醚标准应用溶液至容量瓶，采用二硫化碳定容配制成浓度分别为 0μg/mL~28540.00μg/mL 和/或 0μg/mL~58000.00μg/mL 的乙醚和/或异丙醚标准系列溶液，测定范围根据样品溶液中乙醚和/或异丙醚的含量确定。

参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，由低浓度到高浓度依次测定标准系列溶液，以测得的峰面积或峰高值对相应的乙醚和/或异丙醚浓度（μg/mL）计算回归方程。

7.3 样品处理与测定

将样品的前段活性炭、后段活性炭分别倒入样品瓶中，各加入 1.00mL 二硫化碳，封闭后不时振摇，解吸 30min。样品溶液供测定。用测定标准系列的操作条件测定样品溶液，测得样品峰面积或峰高值后，由回归方程得乙醚和/或异丙醚的浓度（μg/mL）。

若样品溶液中乙醚和/或异丙醚浓度超过测定范围,可用二硫化碳稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

35 计算

8.1 按式(1)将样品的采样体积换算成样品的标准采样体积(V_{20}):

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_{20} —样品的标准采样体积,单位为升(L);

V —样品的采样体积,单位为升(L);

t —样品采集时的空气温度,单位为温度($^{\circ}\text{C}$);

P —样品采集时的空气大气压强度,单位为千帕(kPa)。

8.2 按式(2)计算空气中乙醚和/或异丙醚的浓度:

$$\rho = \frac{\rho_1 v}{D_1 V_{20}} + \frac{\rho_2 v}{D_2 V_{20}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ —空气中乙醚和/或异丙醚的浓度,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

ρ_1, ρ_2 —测得样品前段活性炭解吸液和后段活性炭解吸液中乙醚和/或异丙醚的浓度(减去样品空白),单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

v —样品解吸液的体积,单位为毫升(mL);

V_{20} —标准采样体积,单位为升(L);

D_1, D_2 —与样品前段活性炭、后段活性炭中乙醚和/或异丙醚剂量相当的解吸效率。

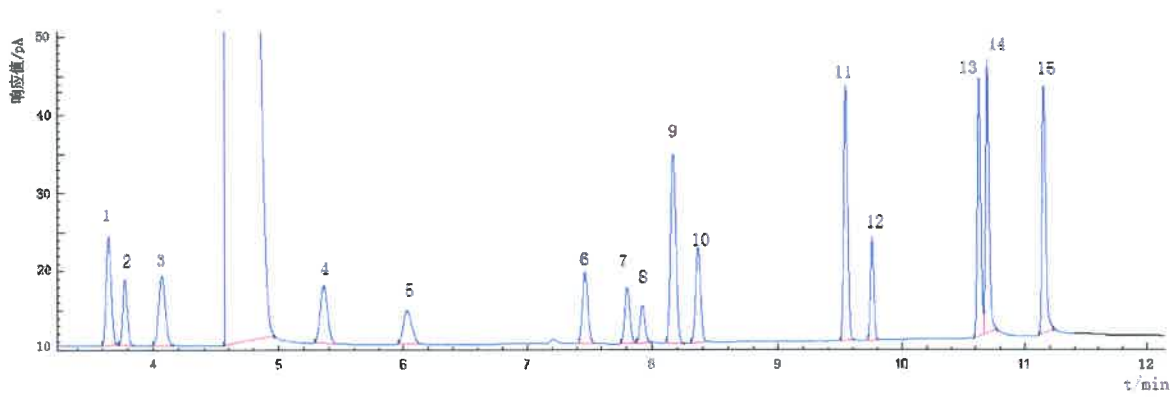
8.3 空气中的时间加权平均接触浓度(ρ_{TWA})按 GBZ 159 规定计算。

36 说明

9.1 本技术指南按照GBZ/T 210.4的方法和要求进行研制。

9.2 本技术指南的乙醚和异丙醚的定量下限均为 $0.5\mu\text{g}/\text{mL}$,定量测定范围分别为 $0.5\mu\text{g}/\text{mL} \sim 28540.00\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 $0.5\mu\text{g}/\text{mL} \sim 58000.00\mu\text{g}/\text{mL}$,最低定量浓度均为 $0.17\text{mg}/\text{m}^3$ (以采集 3.0L 空气样品计),相对标准偏差分别为 $0.9\% \sim 2.3\%$ 和 $1.2\% \sim 2.1\%$,吸附容量(100mg 活性炭)分别大于 9.00mg 和大于 17.80mg ,平均采样效率均为 100.0% ,平均解吸效率分别为 $98.1\% \sim 101.4\%$ 和 $99.6\% \sim 102.8\%$ 。应测定每批活性炭管的空白和解吸效率。

9.3 在本技术指南的仪器操作参考条件下,现场空气中可能共存的正己烷、丙醚、丙酮、丁酮、异丙醇、乙醇、苯、丁醚、甲苯、1,2-二氯乙烷、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯等化合物不干扰测定。乙醚和异丙醚与共存物的色谱分离图见图1。



说明：

1—正己烷；

2—乙醚；

3—异丙醚；

4—丙醚；

5—丙酮；

6—丁酮；

7—异丙醇；

8—乙醇；

9—苯。

10—丁醚；

11—甲苯；

12—1,2-二氯乙烷；

13—对二甲苯；

14—间二甲苯；

15—邻二甲苯。

图 1 乙醚和异丙醚与共存物的色谱分离图