

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.68—2007

工作场所空气有毒物质测定 腈类化合物

Methods for determination of nitriles
in the air of workplace

2007-6-13 发布

2007-11-30 日实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

为贯彻执行《工业企业设计卫生标准》(GBZ 1)和《工作场所有害因素职业接触限值》(GBZ 2),特制定本标准。本标准是为工作场所有害因素职业接触限值配套的监测方法,用于监测工作场所空气中腈类化合物 [包括乙腈 (Acetonitrile)、丙烯腈 (Acrylonitrile)、丙酮氰醇 (2-甲基-2-羟基丙腈 (Acetone cyanohydrin)、甲基丙烯腈 (methyl acrylonitrile) 等]的浓度。本标准是增加了甲基丙烯腈的检测方法。

本标准从2007年11月30日起实施。同时代替GBZ/T 160.68—2004。

本标准首次发布于1995年,本次是第二次修订。

本标准由全国职业卫生标准委员会提出。

本标准由中华人民共和国卫生部批准。

本标准起草单位:上海医科大学公共卫生学院、黑龙江省劳动卫生职业病防治研究所、中山医科大学、珠海疾病预防控制中心、江门新会疾病预防控制中心。

本标准主要起草人:陈楚良、江龙、侯树椿、赵东民、许发茂、陈剑刚、范衍琼。

工作场所空气有毒物质测定

腈类化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中腈类化合物的方法。
本标准适用于工作场所空气中腈类化合物浓度的测定。

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 乙腈和丙烯腈的溶剂解吸 - 气相色谱法

3.1 原理

空气中的乙腈和丙烯腈用活性炭管采集，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0~500ml/min。
- 3.2.3 溶剂解吸瓶，5ml。
- 3.2.4 微量注射器，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：2m \times 4mm，聚乙二醇6000:6201担体 = 5:100；
- 柱 温：76 $^{\circ}$ C；
- 汽化室温度：150 $^{\circ}$ C；
- 检测室温度：150 $^{\circ}$ C；
- 载气（氮气）流量：60ml/min。

3.3 试剂

- 3.3.1 解吸液：2%(v/v)丙酮二硫化碳溶液，色谱鉴定无干扰杂峰。
- 3.3.2 6201担体，60~80目。
- 3.3.3 聚乙二醇6000，色谱固定液。
- 3.3.4 标准溶液：于25ml 容量瓶中，加约5ml 解吸液，准确称量后，各加入3 滴乙腈或丙烯腈（色谱纯），再准确称量，用解吸液稀释至刻度，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1.0mg/ml 乙腈或丙烯腈标准溶液；于4 $^{\circ}$ C冰箱保存，可使用5d。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500ml/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2~8h 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，进气口尽量接近呼吸带，以50ml/min 流量采集2~8h 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，置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存5d。

3.5 分析步骤

3.5.1 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 解吸液，封闭后，振摇 1min，解吸 10min。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：用解吸液稀释标准溶液成0.0、20.0、100.0、200.0和400 $\mu\text{g/ml}$ 乙腈标准系列和0.0、10.0、50.0、100.0和200.0 $\mu\text{g/ml}$ 丙烯腈标准系列。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 μl ，分别测定标准系列，每个浓度重复测定3次。以测得的峰高或峰面积均值对乙腈或丙烯腈浓度($\mu\text{g/ml}$)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的解吸液；测得的峰高或峰面积值后，由标准曲线得乙腈或丙烯腈的浓度($\mu\text{g/ml}$)。

3.6 计算

3.6.1 按式（1）将采样体积换算成标准采样体积：

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

式中： V_0 — 标准采样体积，L；

V — 采样体积，L；

t — 采样点的温度， $^{\circ}\text{C}$ ；

P — 采样点的大气压，kPa。

3.6.2 按式（2）计算空气中乙腈或丙烯腈的浓度。

$$C = \frac{(c_1 + c_2) v}{V_0 D} \dots\dots\dots (2)$$

式中： C — 空气中乙腈或丙烯腈的浓度， mg/m^3 ；

c_1, c_2 — 测得前后段解吸液中乙腈或丙烯腈的浓度（减去样品空白）， $\mu\text{g/ml}$ ；

v — 解吸液的总体积，ml；

V_0 — 标准采样体积，L；

D — 解吸效率，%。

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：乙腈为 3 $\mu\text{g/ml}$ ，丙烯腈为 2 $\mu\text{g/ml}$ ；最低检出浓度：乙腈为 0.4 mg/m^3 ，丙烯腈为 0.27 mg/m^3 （以采集 7.5L 空气样品计）。测定范围：乙腈为 3~400 $\mu\text{g/ml}$ ，丙烯腈为 2~200 $\mu\text{g/ml}$ ；相对标准偏差：乙腈为 2.6%~5.6%，丙烯腈为 0.8%~9.8%。

3.7.2 本法的穿透容量：乙腈为14mg，丙烯腈为16mg。本法的平均解吸效率：乙腈为85%，丙烯腈为90%。每批活性炭管应测定解吸效率。

3.7.3 样品测定方法：先将溶剂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，再将后段吸附剂倒入解吸瓶中解吸并测定，测定结果计算时将前后段的结果相加后作相应处理。

3.7.4 本法可使用相应的毛细管色谱柱。

4 丙烯腈的热解吸-气相色谱法

4.1 原理

空气中的丙烯腈用硅胶管采集，热解吸后进样，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 硅胶管，热解吸型，内装200mg 硅胶。
- 4.2.3 空气采样器，流量0~500ml/min。
- 4.2.4 热解吸器。
- 4.2.5 注射器，100ml，1ml。
- 4.2.6 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×4mm，聚乙二醇6000:6201担体 = 5:100；
柱 温：76℃；
汽化室温度：150℃；
检测室温度：150℃；
载气（氮气）流量：60ml/min。

4.3 试剂

- 4.3.1 聚乙二醇6000，色谱固定液。
- 4.3.2 6201担体，60~80目。
- 4.3.3 标准气：用微量注射器准确抽取一定量的丙烯腈（色谱纯；在20℃，1μl 丙烯腈为0.8060mg），注入100ml注射器中，用清洁空气稀释至100ml，配成一定浓度的标准气。或用国家认可的标准溶液配制。

4.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照GBZ 159执行。

- 4.4.1 短时间采样：在采样点，打开硅胶管两端，以100ml/min 流量采集15min 空气样品。
- 4.4.2 长时间采样：在采样点，打开硅胶管两端，以50ml/min 流量采集1~4h 空气样品。
- 4.4.3 个体采样：在采样点，打开硅胶管两端，佩戴在采样对象的前胸上部，进气口尽量接近呼吸带，以50ml/min 流量采集1~4h 空气样品。
- 4.4.4 样品空白：将硅胶管带至采样点，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，立即封闭活性炭管两端，置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存5d。

4.5 分析步骤

- 4.5.1 样品处理：将采过样的硅胶管放入热解吸器中，将进气口与100ml 注射器相连，出气口与载气相连。载气为氮气，以100ml/min 流量于180℃下解吸至100ml。解吸气供测定。若解吸气中待测物的浓度超过测定范围，可用清洁空气稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。
- 4.5.2 标准曲线的绘制：用清洁空气稀释标准气成0.0、0.05、0.10、0.15、0.20和0.25μg/ml 丙烯腈标准系列。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1.0ml，分别测定各标准系列。每个浓度重复测定3 次。以测得的峰高或峰面积均值对丙烯腈浓度(μg/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解吸气；测得的峰高或峰面积值后，由标准曲线查得丙烯腈的浓度(μg/ml)。

4.6 计算

- 4.6.1 按式（1）将采样体积换算成标准采样体积。
- 4.6.2 按式（3）计算空气中丙烯腈的浓度。

$$C = \frac{c}{V_0 D} \times 100 \dots\dots (3)$$

式中：C — 空气中丙烯腈的浓度，mg/m³；
c — 测得解吸气中丙烯腈的浓度（减去样品空白），μg/ml；
100 — 解吸气的总体积，ml；
V₀ — 标准采样体积，L；
D — 解吸效率，%。

- 4.6.3 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 $7 \times 10^{-3} \mu\text{g/ml}$ ；最低检出浓度为 0.5mg/m^3 （以采集1.5L空气样品计）。测定范围为 $7 \times 10^{-3} \sim 0.25 \mu\text{g/ml}$ ；相对标准偏差为3.6%~4.0%。

4.7.2 本法200mg 硅胶的穿透容量为0.02mg。解吸效率为100%。解析温度和载气流量应严格按照操作规程。每批硅胶管应测定解吸效率。

4.7.3 现场空气中可能共存的甲醇、丙烯酸甲酯不干扰测定。

4.7.4 样品采集和测定方法：采集工作场所空气中待测物浓度较高的样品时，应串联两根热解吸型固体吸附剂管进行样品采集。实验室分析时先进行前根固体吸附剂管测定，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，再将后根吸附剂解吸并测定，测定结果计算时将前后根的结果相加后作相应处理。

4.7.5 本法可使用相应的毛细管色谱柱。

5 丙酮氰醇的异菸酸钠-巴比妥酸钠分光光度法

5.1 原理

空气中的丙酮氰醇用氢氧化钠溶液采集，在碱性介质中，分解成丙酮和氰化氢，生成的氰化氢和异菸酸钠-巴比妥酸钠反应，生成紫红色，在599nm 波长下测量吸光度，进行定量。

5.2 仪器

5.2.1 大型气泡吸收管。

5.2.2 空气采样器，流量范围0~500ml/min。

5.2.3 具塞比色管，10ml。

5.2.4 恒温水浴锅。

5.2.5 分光光度计，599nm。

5.3 试剂

实验用水为蒸馏水，试剂为分析纯。

5.3.1 乙酸， $\rho_{20} = 1.05 \text{g/ml}$ 。

5.3.2 吸收液：4g/L 氢氧化钠溶液。

5.3.3 酚酞溶液，2g/L。

5.3.4 乙酸溶液，5% (v/v)。

5.3.5 磷酸盐缓冲溶液，pH=5.8：溶解68.0g 磷酸二氢钾和7.6g 磷酸氢二钠于1L水中。

5.3.6 氯胺T溶液，10g/L，临用前配制。

5.3.7 异菸酸钠-巴比妥酸钠溶液：称取1g 异菸酸和1g 巴比妥酸，溶于100ml 吸收液中，必要时过滤，滤液置于棕色瓶中，冰箱内保存。

5.3.8 标准溶液：于25ml 容量瓶中，加入约10ml 水，准确称量后，加3 滴丙酮氰醇（色谱纯），再准确称量，加水至刻度；由2次称量之差计算溶液的浓度。用吸收液稀释成0.1mg/ml 标准贮备液。于室温下可保存10d，4℃冰箱内可保存30d。临用前，用吸收液稀释成10.0 $\mu\text{g/ml}$ 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，串联两只装有5.0ml 吸收液的大型气泡吸收管，以200ml/min 流量采集15min 空气样品。

5.4.2 样品空白：将装有吸收液的大型气泡吸收管带至采样点，除不连接采样器采集空气样品外，其余操作同样品。

采样后，立即封闭吸收管进出气口，置清洁容器内运输和保存。样品可保存7d。

5.5 分析步骤

5.5.1 样品处理：用吸收管中的吸收液洗涤进气管内壁3 次，混匀后取1.0ml样品，置具塞比色管中，加入4.0ml 吸收液，摇匀，供测定。

5.5.2 标准曲线的绘制：取7 只具塞比色管，分别加入0.0、0.050、0.10、0.20、0.40、0.60 和0.80ml

标准溶液，各加吸收液至 5.0ml，配成 0.0、0.10、0.20、0.40、0.80、1.20 和 1.60 $\mu\text{g/ml}$ 丙酮氰醇标准系列。向各管加入 1 滴酚酞溶液，用乙酸溶液中和至褪色，各加入 1.5ml 磷酸盐缓冲液，0.2ml 氯胺 T 溶液，摇匀，封闭后，放置 5min。加入 2.5ml 异菸酸钠-巴比妥酸钠溶液，加水至 10.0ml，摇匀；置 40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中加热 45min；取出冷却后，于 599nm 波长下，测量吸光度。每个浓度重复测定 3 次。以测得的吸光度值对丙酮氰醇浓度 ($\mu\text{g/ml}$) 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；测得的吸光度值后，由标准曲线得丙酮氰醇的浓度($\mu\text{g/ml}$)。

5.6 计算

5.6.1 按式 (1) 将采样体积换算成标准采样体积。

5.6.2 按式 (4) 计算空气中丙酮氰醇的浓度：

$$C = \frac{5(c_1 + c_2)}{V_0} \dots\dots\dots (4)$$

式中：C — 空气中丙酮氰醇的浓度， mg/m^3 ；

c_1, c_2 — 测得前后管样品溶液中丙酮氰醇的浓度（减去样品空白）， $\mu\text{g/ml}$ ；

5 — 吸收液的体积，ml；

V_0 — 标准采样体积，L。

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0.02 $\mu\text{g/ml}$ ；最低检出浓度为0.03 mg/m^3 （以采集3L空气样品计）。测定范围为0.02~1.60 $\mu\text{g/ml}$ 。

5.7.2 平均采样效率>95%。

5.7.3 显色时的温度、时间和 pH 值对测定结果影响很大，应严格控制。

5.7.4 氰化氢和水合肼干扰测定。

6 甲基丙烯腈的溶剂解吸-气相色谱法

6.1 原理

空气中蒸汽态甲基丙烯腈用活性炭管采集，溶剂解吸后注入色谱仪，经 FFAP 毛细管柱分离，用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。

6.2 仪器

6.2.1 活性炭管，溶剂解吸型，内装 100 mg/50mg 活性炭。

6.2.2 空气采样器，流量范围 20~500ml/min。

6.2.4 溶剂解吸管，5ml。

6.2.4 微量注射器，10 μl 。

6.2.4 振荡器。

6.2.5 气相色谱仪，氢焰离子化检测器。

仪器操作参考条件

色 谱 柱：30m \times 0.25 mm \times 0.25 μm FFAP

柱 温：初温 60 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 1min，以 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 100 $^{\circ}\text{C}$

汽化室温度：150 $^{\circ}\text{C}$

检测器温度：150 $^{\circ}\text{C}$

载气（氮气）流量：0.5 ml / min

分 流 比：20:1

尾 吹：30 ml / min

6.3 试剂

- 6.3.1 解吸液：2%(v/v)丙酮的二硫化碳混合液，色谱鉴定无干扰杂峰。
- 6.3.2 标准溶液：在10ml容量瓶中，加入少量解吸液，用微量注射器准确加入12.5μl甲基丙烯腈(色谱纯；20℃，1μl甲基丙烯腈为0.8001mg)；用解吸液稀释至刻度，配成浓度为1000μg/ml的标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

6.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照GBZ159执行。

- 6.4.1 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。
- 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2~8h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2~8h空气样品。
- 6.4.4 样品空白：将活性炭管带至采样地点，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，立即封闭活性炭管两端，置于清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存5d。

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管中，各加入1.0ml解吸液，盖紧瓶盖，振摇1min，解吸30min，解吸液供测定。若样品中甲基丙烯腈浓度超过测定范围，可用解吸液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。
- 6.5.2 标准曲线的绘制：用解吸液将标准溶液稀释成0、10、50、100、200μg/ml甲基丙烯腈标准系列。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1μl，分别测定标准系列；每个浓度重复测定3次。以测得的峰高或峰面积均值分别对甲基丙烯腈浓度(μg/ml)绘制标准曲线。
- 6.5.3 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，由标准曲线得甲基丙烯腈的浓度(μg/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)计算空气中甲基丙烯腈的浓度：

$$C = \frac{(c_1 + c_2)v}{V_0 D} \dots\dots\dots (5)$$

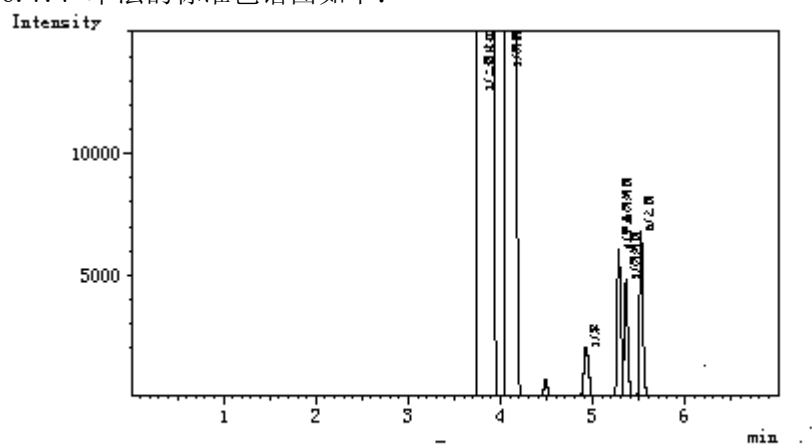
式中：C — 空气中甲基丙烯腈的浓度，mg/m³；
 c₁, c₂ — 测得前后段解吸液中甲基丙烯腈的浓度(减去样品空白)，μg/ml；
 v — 解吸液的总体积，本法为1ml；
 V₀ — 标准采样体积，L；
 D — 甲基丙烯腈的解吸效率，%。

- 6.6.3 时间加权平均接触浓度按GBZ 159规定计算。

6.7 说明

- 6.7.1 本法的检出限为0.9μg/ml；最低检出浓度为0.6mg/m³(以采集1.5L空气样品计)；测定范围为0.9~200μg/ml；相对标准偏差为3.77%~4.79%。
- 6.7.2 本法的穿透容量>10mg，平均解吸效率为93.5%，采样效率≥94%。
- 6.7.3 现场空气中可能共存的丙烯腈、乙腈等腈类化合物不干扰测定，本法可同时测定甲基丙烯腈、丙烯腈、乙腈等组分。当无共存物时，可在90℃恒温下测定甲基丙烯腈。
- 6.7.4 本法使用2%丙酮二硫化碳溶液为解吸溶剂；若仅以二硫化碳解吸，则解吸效率不高。
- 6.7.5 样品解吸和测定方法：先将固体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，再将后段吸附剂倒入解吸瓶中解吸并测定，测定结果计算时将前后段的结果相加后作相应处理。
- 6.7.6 本法可用相应的其他色谱柱，如30m×0.53mm×0.5μm FFAP宽口径毛细管色谱柱，或2m×3.2mm 5% FFAP填充柱。

6.7.7 本法的标准色谱图如下：



①二硫化碳 3.776min;②丙酮 4.085min;③苯 4.922min;④甲基丙烯腈 5.278min;⑤丙烯腈 5.357min;
⑥乙腈 5.520min 。

甲基丙烯腈溶剂解吸-气相色谱法

编制说明

一 国内外有关情况

甲基丙烯腈[methacrylonitrile, $\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)\text{CN}$]是工业合成材料的重要单体,属高毒类物质,可经呼吸道、胃肠道及皮肤进入人体,直接与各种含巯基酶类反应,干扰其生理功能;还可与体内大分子物质如DNA、RNA、蛋白、酶等结合,构成了致癌、致畸、致突变三致作用的生化基础,为潜在致癌物。美国工业卫生学家委员会(ACGIH)2001年规定甲基丙烯腈8h时间加权平均容许浓度(TWA)为1ppm。我国GBZ 2-2002中分别列出了甲基丙烯腈的职业接触限值,PC-TWA为 $3\text{mg}/\text{m}^3$,PC-STEL为 $7.5\text{mg}/\text{m}^3$,但尚未研制配套的测定方法。在《工作场所有害物质监测方法》中,仅有丙烯腈、乙腈的气相色谱法,未见甲基丙烯腈的检测方法。本法应用活性炭管采样,溶剂解吸-气相色谱法测定。

二 采用本法的理由

空气中甲基丙烯腈用活性炭管采集,以2%(v/v)丙酮二硫化碳溶剂解吸,30m×0.25mm×0.25μm FFAP弹性石英毛细管柱在程序升温条件下分离,氢焰离子化检测器检测,以保留时间定性,峰面积定量。通过系列实验对色谱柱、柱温程序、柱流速等色谱参数进行了优化;方法最低检出限 $0.9\mu\text{g}/\text{ml}$,线性范围 $0.9\sim 200\mu\text{g}/\text{ml}$,相对标准偏差为3.77~4.79%,平均解吸效率93.5%,穿透容量 $>546\mu\text{g}$;采样效率 $\geq 94\%$,样品在室温下可稳定保存5天。所有这些方法学参数均符合《车间空气中有毒物质测定研究规范》的要求。

三 影响本法的重要因素

1. 当现场空气中可能共存丙烯腈、乙腈等腈类化合物时,本法必须使用程序升温,否则很难将极性相似的甲基丙烯腈与丙烯腈分开。若无干扰组分存在,可用恒温色谱分析,以节省分析时间。
2. 解吸溶剂应有一定的极性,本法使用2%丙酮二硫化碳溶液,得到满意的解吸效率,平均解吸效率为93.5%。若仅以二硫化碳解吸,则解吸效率不高,只有82%。
3. 采集的样品在室温下可保存5d,不能超过7d。保存5d,含量下降率不到5%;到第7d时,则下降率高达15.5%。因此,样品采集后要在5d内分析。
4. 由于样品空白活性炭管在本法条件下测定时无响应信号。方法的检出限以仪器3倍信噪比来计算,结果为 $0.90\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

四 本法的可行性

应用活性炭管采样,溶剂解吸后气相色谱法测定甲基丙烯腈,方法简单,灵敏度高,重现性好,线性范围宽,精密度高;解吸效率、穿透容量、采样效率、稳定性试验等方法学参数均满足职业卫生检测要求,符合《车间空气中有毒物质测定研究规范》的要求,适用工作场所空气中甲基丙烯腈的测定。

方法中所用到的气相色谱仪等仪器与试剂,目前在各基层单位都能应用开展。

五 参考文献

1. 何凤生,王世俊,任引津主编:中华职业医学。人民卫生出版社,1999,716。
2. American conference of governmental industrial hygienists. Threshold limit values(TLVs)chemical substances and physical agents biological exposure indices for 2001. Cincinnati, OH:ACGIH, 2001, 33.
3. WS/T73-1996 车间空气中有毒物质测定研究规范。
4. 徐伯洪,闫慧芳主编:工作场所有害物质监测方法,中国人民公安大学出版社,2003。