

装的色谱柱需在通载气的情况下升温至140℃老化4h,再升温至210℃老化8h,最后升温至240℃继续老化24h。老化时,载气流可比在正常工作时大些。老化时,检测器应与色谱柱断开,以免检测器受污染。

3.4 标准溶液:准确称量甲基-1605固体标准样品,用丙酮溶解,配制成1.00mL含1mg的贮备液。临用时,用丙酮稀释成1.00mL含1μg的甲基-1605标准溶液。

4 仪器设备

4.1 气相色谱仪:附火焰光度检测器。

4.2 空气采样器:流量范围0.2~1L/min,流量稳定,使用时用皂膜流量计校准采样系列采样前和采样后的流量。流量误差应小于5%。

4.3 具塞比色管:10mL。

4.4 微量注射器:10μL(体积刻度应校正)。

5 采样

取一支硅胶采样管将两端割断,与采样器连接的一端的开口直径应小于玻璃管的内径。以0.5L/min流量,采样10~20L。采样后,采样管的两端加塞封闭,置暗处保存。记录采样点的气温和大气压力。

6 分析步骤

6.1 色谱分析条件

由于色谱分析条件常因实验条件不同而有差异,所以应根据所用气相色谱仪的型号和性能,制定分析甲基-1605的最佳色谱分析条件。附录A(参考件)所列举的色谱分析条件仅是一个实例。

6.2 标准曲线的绘制和测定计算因子

6.2.1 绘制标准曲线:将试剂空白和浓度为0.05,0.1,0.2,0.4,0.6,0.8,1.0μg/mL的甲基-1605标准溶液10μL分别注入色谱柱,得各个浓度点的色谱峰和保留时间,每个浓度点作三次测定,得峰高平均值,以浓度(μg/mL)为横坐标,平均峰高(mm)为纵坐标,绘制标准曲线。计算回归曲线的斜率,以斜率的倒数 B_s [μg/(mL·mm)]作样品测定的计算因子。

6.2.2 测定校正因子:当仪器稳定性较差时,可用单点校正法求校正因子。在样品测定同时,取空白溶液与样品溶液中甲基-1605浓度相接近的标准溶液,按6.2.1进行色谱测定,得空白和标准的平均峰高(mm),用式(1)计算校正因子:

$$f = \frac{c_0}{h_s - h_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中: f ——校正因子, μg/(mL·mm);

c_0 ——标准溶液浓度, μg/mL;

h_s 和 h_0 ——标准和空白的平均峰高, mm。

6.3 样品测定

在作标准曲线或校正因子的相同条件下,作样品分析。将采样后的硅胶,连同进气口一端的玻璃棉一起转移至10mL比色管中,加入2.0mL丙酮提取,放置10min,随时振摇。待澄清后取上清液10μL,按6.2.1进行色谱测定,测量甲基-1605峰高,以保留时间定性。每个样品作三次测定,求平均峰高(mm)。另取未采样的硅胶采样管,按相同操作步骤作空白管测定。

7 结果计算

7.1 将采样体积按式(2)换算成标准状况下的采样体积:

$$V_0 = V_t \cdot \frac{T_0}{273 + t} \cdot \frac{p}{p_0} \quad (2)$$

式中： V_0 ——换算成标准状况下采样体积，L；

V_t ——采样体积，L；

T_0 ——标准状况下绝对温度，273 K；

t ——采样时采样点的气温，℃；

p_0 ——标准状况下的大气压力，101.3 kPa；

p ——采样时采样点的大气压力，kPa。

7.2 用绘制标准曲线的计算因子，按式（3）计算空气中甲基-1605浓度：

$$c = \frac{2 \times (h - h_0) \times B_s}{V_0 \times E} \quad (3)$$

式中： c ——空气中甲基-1605浓度，mg/m³；

h ——样品溶液平均峰高，mm；

h_0 ——空白溶液平均峰高，mm；

B_s ——由6.2.1得到的计算因子，μg/(mL·mm)；

2 ——样品溶液体积，mL；

E ——由实验确定的硅胶的解吸效率。

7.3 用单点校正法，按式（4）计算空气中甲基-1605浓度：

$$c = \frac{2 (h - h_0) \times f}{V_0 \times E} \quad (4)$$

式中： c ——空气中甲基-1605浓度，mg/m³；

h ——样品溶液平均峰高，mm；

h_0 ——空白溶液平均峰高，mm；

f ——由6.2.2得到的校正因子，μg/(mL·mm)。

其他符号同式（3）。

8 精密度和准确度

测得样品加1 μg标准甲基-1605的回收率为91~104%，平均为98%。浓度范围为0.2~1.0 μg/mL重复测定的合并变异系数小于10%。

中华人民共和国国家标准

居住区大气中甲基-1605卫生
检验标准方法 气相色谱法

GB 11734-89

Standard method for hygienic examination
of methylparathion in air of residential
areas—Gas chromatography

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用气相色谱法测定居住区大气中甲基-1605的浓度。

本标准适用于居住区大气中甲基-1605浓度的测定。

1.1 检出下限

当进样体积为 $10\mu\text{L}$ 时,检出下限为 $0.05\mu\text{g}/\text{mL}$,当采样体积为 20L 时,最低可测浓度为 $0.005\text{mg}/\text{m}^3$ 。

1.2 测定范围

进样量为 $10\mu\text{L}$,测定范围为 $0.05\sim 2.0\mu\text{g}/\text{mL}$,若采样 20L ,可测浓度范围为 $0.005\sim 0.20\text{mg}/\text{m}^3$ 。

1.3 干扰及排除

乐果、敌敌畏、马拉硫磷、甲基-1605、乙基-1605经过色谱柱分离,互不干扰测定。

2 原理

空气中甲基-1605农药经硅胶吸附后,用丙酮洗脱,再通过气相色谱柱分离和火焰光度检测器测定,以保留时间定性,峰高定量。

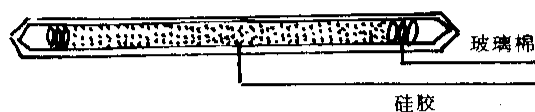
3 试剂和材料

实验用水均为去离子水,所用化学试剂,除特别指出外均为分析纯。

3.1 硅胶采样管

3.1.1 硅胶前处理:将 $20\sim 40$ 目原色硅胶置于烧杯内,加 $1+1$ 硫酸-硝酸混合液,使液面高出硅胶面约 1cm ,搅拌放置过夜,倾去酸液,用自来水洗至中性,再用去离子水冲洗至无硫酸根离子。置于烘箱中 120C 烘干,再置于高温炉 360C 活化 3h ,冷却后,保存在干燥器内备用。

3.1.2 硅胶管的制作:取长 100mm 、内径 6mm 的玻璃管,内装经处理后的硅胶 0.6g ,硅胶两端用重约 0.01g 玻璃棉固定,然后玻璃管两端熔封(见下图)。



硅胶采样管

3.2 丙酮:色谱纯。

3.3 色谱柱:称取 0.45g DC 550和 10.27g OV-210溶于 40mL 丙酮中。另取 9g Chromosorb WHP ($80\sim 100$ 目),经 150C 烘 4h ,乘热倒入上述丙酮溶液中, 60C 回流后,挥发至干。放冷后装柱。新