

中华人民共和国卫生行业标准

作业场所空气中硝基胍的测定方法

WS/T 162—1999

Workplace air—Determination of nitroguanidine

第一篇 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了用高效液相色谱测定作业场所空气中硝基胍浓度的方法。

本标准适用于作业场所空气中硝基胍浓度的测定。

2 原理

空气中的硝基胍用滤膜采集,经水洗脱,ODSC₁₈柱分离,紫外检测器检测,以保留时间定性,峰面积定量。

3 仪器

3.1 过氯乙烯滤膜:直径 40 mm,孔径 0.4 μm。

3.2 具塞试管:10 mL。

3.3 粉尘采样器:流量 5~40 L/min。

3.4 微量注射器:50 μL。

3.5 高效液相色谱仪:紫外光检测器。

色谱柱:柱长 30 cm,内径 3.9 mm,不锈钢柱。

柱填料:ODSC₁₈。

流动相:甲醇+水(70+30),流量 0.8 mL/min。

紫外检测器波长:264 nm。

进样体积 10 μL。

4 试剂

实验用水为重蒸馏水。

4.1 硝基胍标准溶液:准确称取 0.400 0 g 于 100℃干燥过的硝基胍(纯度 99.9%),用少量热水溶解、转移并用水定容于 100 mL 容量瓶中。此溶液为 4.00 mg/mL 标准贮备液。临用时,用水稀释成 0.10 mg/mL 的标准溶液。

5 采样

将过氯乙烯滤膜固定在采样夹中,以 10 L/min 的流量采集 50 L 空气。

6 分析步骤

- 6.1 对照试验:将装好滤膜的采样夹带到采样点,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:将滤膜放入 10 mL 具塞试管中,准确加入 2.0 mL 水,轻轻摇动,置 50℃ 水浴中保持 60 min。取出,自然冷却至室温。待测定。
- 6.3 标准曲线的绘制:取 4 个 10 mL 具塞试管,用水稀释标准溶液配制成 0,10,20,30,40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准系列。将仪器按操作条件调节到最佳状态,进样 10 μL ,分别测定标准系列,每个浓度测定 3 次,求峰面积的均值。以峰面积的均值为纵坐标,硝基胍浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标,绘制标准曲线。
- 6.4 测定:在标准系列测定的同样条件下,分别测定样品和空白对照;以测得的样品读数减去空白对照的读数后,由标准曲线上查得硝基胍的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

7 计算

- 7.1 按式(1)将采集空气的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)计算空气中硝基胍的浓度。

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

式中: c ——空气中硝基胍的浓度, mg/m^3 ;

m ——由标准曲线查得的洗脱溶液中硝基胍浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V ——样品处理后所得样品溶液的体积, mL; 本法为 2.0 mL;

V_0 ——换算成标准状况下的采样体积, L。

8 说明

8.1 本法的检出限为 0.15 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (进样 10 μL); 最低检出浓度为 0.006 mg/m^3 (采样体积为 50 L); 线性范围为 1~40 $\mu\text{g}/\text{mL}$; 当硝基胍的浓度为 10.3, 20.6, 30.9 和 41.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 时, 本法的相对标准偏差分别为 6.3%, 2.2%, 0.4% 和 0.4%。

8.2 本法平均采样效率为 98.0% (空气中硝基胍浓度为 0.1~10.8 mg/m^3); 平均洗脱效率为 99.9%。

8.3 如果作业场所硝基胍含量过低或过高时, 可通过增加采样体积或稀释的方法来解决。样品在室温至少可贮存 7 天。

第二篇 紫外分光光度法

9 范围

本标准规定了用紫外分光光度测定作业场所空气中硝基胍浓度的方法。

本标准适用于作业场所空气中硝基胍浓度的测定。

WS/T 162—1999

10 原理

空气中硝基胍用滤膜采集,经9%(V/V)乙醇溶液洗脱,在264 nm测量吸光度,比色定量。

11 仪器

- 11.1 过氯乙烯滤膜:直径40 mm,孔径0.4 μm。
 11.2 粉尘采样器:流量5~40 L/min。
 11.3 具塞比色管:15 mL。
 11.4 紫外-可见分光光度计:10 mm 石英比色皿。

12 试剂

实验用水为蒸馏水。

- 12.1 乙醇溶液,9%(V/V)。
 12.2 硝基胍标准溶液:准确称取0.400 0 g于100℃干燥过的硝基胍(99.9%),用少量热水溶解、转移并用水定容于100 mL容量瓶中。此溶液为4.00 mg/mL标准贮备液。临用时用水稀释成0.10 mg/mL的硝基胍标准溶液。

13 采样

将过氯乙烯滤膜固定在采样夹中,以10 L/min的流量采集50 L空气。

14 分析步骤

- 14.1 对照试验:将装好滤膜的采样夹带到采样点,除不采集空气外,其余操作同样品,作为样品的空白对照。
 14.2 样品处理:将采过样的滤膜放入15 mL比色管中,加入10.0 mL乙醇溶液,轻轻振摇使滤膜展开并浸入液面下,置50℃水浴中保持60 min。取出,自然冷却至室温。待测定。
 14.3 标准曲线的绘制:取7个15 mL比色管,按表1配制标准系列。

表1 硝基胍标准系列的配制

管号	0	1	2	3	4	5	6
标准溶液, mL	0	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60
乙醇溶液, mL	10.0	9.9	9.8	9.7	9.6	9.5	9.4
硝基胍含量, μg	0	10.0	20.0	30.0	40.0	50.0	60.0

将上述各管加塞,摇匀。在波长264 nm下,分别测定标准系列,每个浓度测定3次,求吸光度的均值。以吸光度的均值为纵坐标,硝基胍的含量(μg)为横坐标,绘制标准曲线。

14.4 测定:在标准系列测定的同样条件下,分别测定样品和空白对照,以测得的样品读数减去空白对照的读数后,由标准曲线上查得硝基胍的含量(μg)。

15 计算

15.1 按式(3)将采集空气的体积换算成标准状况下的体积。

$$V_0 = V \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{P}{101.3} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: V_0 ——换算成标准状况下的采样体积, L;

V ——采样体积, L;

WS/T 162—1999

P ——采样场所的大气压力, kPa;

t ——采样场所的气温, °C。

15.2 按式(4)计算空气中硝基胍的浓度。

$$c = \frac{m}{V_0} \dots\dots\dots(4)$$

式中: c ——空气中硝基胍的浓度, mg/m³;

m ——由标准曲线查得的硝基胍含量, μg;

V_0 ——换算成标准状况下的采样体积, L。

16 说明

16.1 本法的检出限为 1 μg/10 mL;最低检出浓度为 0.02 mg/m³(采样体积为 50 L);线性范围为 0.1 ~ 6.0 μg/mL;当硝基胍的浓度为 1.6、3.3 和 6.4 μg/mL 时,本法的相对标准偏差分别为 3.7%、3.6% 和 3.8%。

16.2 本法的平均采样效率为 98.0%(空气中硝基胍浓度为 0.1~10.8 mg/m³);平均洗脱效率为 98.3%。

16.3 如果作业场所硝基胍含量过低或过高时,可通过增加采样体积或稀释的方法来解决。样品在室温至少可贮存 7 天。

16.4 用洗脱液洗脱样品时,不能剧烈振摇,仅需将滤膜展开并完全浸入溶液即可,否则滤膜上的纤维颗粒会介入溶液中,影响比色。

16.5 硝酸铵对测定没有干扰。黑素金大于 2 μg/mL,硝化甘油大于 2 μg/mL 时对测定有干扰,这时应采用高效液相色谱法。