

ICS 13.100
C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.52—2007

代替 GBZ/T 160.52—2004

工作场所空气有毒物质测定 脂肪族醚类化合物

Determination of aliphatic ethers in the air of workplace

2007-06-13 发布

2007-11-30 实施



中华人民共和国卫生部 发布

前 言

根据《中华人民共和国职业病防治法》制定本标准。

本标准代替 GBZ/T160.52—2004,自本标准实施之日起,GBZ/T160.52—2004 同时废止。

本标准与 GBZ/T160.52—2004 相比主要修改如下:

——增加了正丁基缩水甘油醚的测定方法。

本标准由卫生部职业卫生标准专业委员会提出。

本标准由中华人民共和国卫生部批准。

本标准的主要起草单位和主要起草人:

——乙醚和异丙醚的热解吸-气相色谱法

主要起草单位:辽宁省疾病预防控制中心。

主要起草人:程玉琪、高岩。

——正丁基缩水甘油醚的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位:深圳市疾病预防控制中心。

主要起草人:陈卫、李玲、刘桂华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

GB/T 16071—1995;

WS/T 136—1999;

GBZ/T 160.52—2004。

工作场所空气有毒物质测定 脂肪族醚类化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中脂肪族醚类化合物浓度的方法。

本标准适用于工作场所空气中脂肪族醚类化合物(乙醚、异丙醚、正丁基缩水甘油醚)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 乙醚和异丙醚的热解吸-气相色谱法

3.1 原理

空气中的乙醚和异丙醚用活性炭管采集,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。

3.2 仪器

3.2.1 活性炭管:热解吸型,内装 100mg 活性炭。

3.2.3 空气采样器:流量 0mL/min~500mL/min。

3.2.4 热解吸器。

3.2.5 微量注射器:10 μ L。

3.2.6 注射器:100mL, 1mL。

3.2.7 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 OV-17: Shimalite W=1.5: 100;

柱 温:80 $^{\circ}$ C;

汽化室温度:180 $^{\circ}$ C;

检测室温度:180 $^{\circ}$ C;

载气(氮气)流量:40mL/min。

3.3 试剂

3.3.1 OV-17: 色谱固定液。

3.3.2 Shimalite W: 色谱担体, 80 目~100 目。

3.3.3 标准气:用微量注射器准确抽取一定量的乙醚或异丙醚(色谱纯; 20 $^{\circ}$ C, 1 μ L 乙醚和异丙醚分别为 0.7135mg 和 0.7258mg), 注入 100mL 注射器中, 用清洁空气稀释至 100mL, 配成一定浓度的乙醚或异丙醚标准气。或用国家认可的标准气配制。

3.4 样品采集、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 200mL/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 2h~8h 空气样品。

GBZ/T 160.52—2007

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,尽量接近呼吸带,以50mL/min流量采集2h~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7d。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品处理:将采过样的活性炭管放入热解吸器中,进气口与100mL注射器相连,出气口与载气相连,载气为氮气,流量为60mL/min,于300℃解吸至100mL。解吸气供测定。若解吸气体中待测物浓度超过测定范围,可用清洁空气稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 标准曲线的制备:用清洁空气稀释标准气成0.0μg/mL、0.25μg/mL、0.50μg/mL、1.0μg/mL、2.5μg/mL乙醚标准系列或0.0μg/mL、0.20μg/mL、1.0μg/mL、2.0μg/mL、4.0μg/mL异丙醚标准系列。参照仪器操作条件,将气相色谱仪调节至最佳测定状态,分别进样1.0mL,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醚或异丙醚浓度(μg/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气,测得的峰高或峰面积值后,由标准曲线得乙醚或异丙醚的浓度(μg/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。

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

式中:

V_0 ——标准采样体积的数值,单位为升(L);

V ——采样体积的数值,单位为升(L);

t ——采样点的温度数值,单位为摄氏度(℃);

p ——采样点的大气压数值,单位为千帕(kPa)。

3.6.2 按式(2)计算空气中乙醚或异丙醚的浓度。

$$C = \frac{c}{V_0 D} \times 100 \quad (2)$$

式中:

C ——空气中乙醚或异丙醚的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

c ——测得解吸气体中乙醚或异丙醚的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

100——解吸气的总体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——标准采样体积数值,单位为升(L);

D ——解吸效率,单位为%。

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 本法的检出限为 $4.2 \times 10^{-2} \mu\text{g}/\text{mL}$,最低检出浓度为 $0.014 \text{mg}/\text{m}^3$ (以采集3L空气样品计)。测定范围为 $0.014 \text{mg}/\text{m}^3 \sim 400 \text{mg}/\text{m}^3$;相对标准偏差为1.6%~3.1%。

3.7.2 100mg活性炭的穿透容量为21mg异丙醚;平均解吸效率为93.2%。每批活性炭管必须测定其解吸效率。

3.7.3 现场共存的异丙醇和丙烯不干扰测定。

3.7.4 本法也可使用相应的填充柱或毛细管色谱柱。

3.7.5 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。

4 正丁基缩水甘油醚的溶剂解吸-气相色谱法

4.1 原理

空气中蒸汽态正丁基缩水甘油醚用活性炭管采集,二硫化碳解吸后进样,经色谱柱分离,氢火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 活性炭管:溶剂解吸型,内装 100mg/50mg 活性炭。

4.2.2 空气采样器:流量 0mL/min~500mL/min。

4.2.3 溶剂解吸瓶:5mL。

4.2.4 微量注射器:10 μ L。

4.2.5 气相色谱仪,氢火焰离子化检测器

仪器操作参考条件

色 谱 柱:3m \times 2mm,FFAP+chromosorb WAW DMCS=10:100;

柱 温:130 $^{\circ}$ C;

汽化室温度:200 $^{\circ}$ C;

检测室温度:200 $^{\circ}$ C;

载气(氮气)流量:50mL/min。

4.3 试剂

4.3.1 正丁基缩水甘油醚:色谱纯。

4.3.2 解吸液:二硫化碳,色谱鉴定无干扰色谱峰。

4.3.3 标准溶液:于 10mL 容量瓶中,加入少量解吸液,准确称量后,加入一定量的正丁基缩水甘油醚,再准确称量,加解吸液至刻度;由 2 次称量之差计算此溶液的浓度,为标准贮备液,在 4 $^{\circ}$ C 冰箱内储存。临用前,用解吸液稀释成 1.0mg/mL 正丁基缩水甘油醚标准溶液。

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,打开活性炭管两端,以 200mL/min 流量采集 15min 空气样品。

4.4.2 长时间采样:在采样点,打开活性炭管两端,以 30mL/min 流量采集 2h~8h 空气样品。

4.4.3 个体采样: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 30mL/min 流量采集 2h~8h 空气样品。

4.4.4 样品空白:将活性炭管带至采样点,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。样品于 4 $^{\circ}$ C 冰箱中可保存 10d。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理:将采过样的活性炭前后段分别倒入溶剂解吸瓶中,加入 1.0mL 解吸液,封闭后不时振摇,解吸 30min,解吸液供测定。若样品中正丁基缩水甘油醚浓度超过测定范围,可用解吸液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

4.5.2 标准曲线的绘制:用解吸液稀释标准溶液成 0.0 μ g/mL、50 μ g/mL、100 μ g/mL、300 μ g/mL、500 μ g/mL、1 000 μ g/mL 正丁基缩水甘油醚标准系列。参照仪器操作条件,将气相色谱仪调节至最佳测定状态,分别进样 1.0 μ L,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相应的正丁基缩水甘油醚浓度(μ g/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液,测得的峰高或峰面积值后,由标准曲线得正丁基缩水甘油醚的浓度(μ g/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。

GBZ/T 160.52—2007

4.6.2 按式(3)计算空气中正丁基缩水甘油醚的浓度。

$$c = \frac{(c_1 + c_2)V}{V_0} \quad (3)$$

式中:

c ——空气中正丁基缩水甘油醚的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

c_1, c_2 ——分别为测得前后段解吸液中正丁基缩水甘油醚的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——解吸液的体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——标准采样体积的数值,单位为升(L);

4.6.3 时间加权平均接触浓度按照 GBZ 159 计算。

4.7 说明

4.7.1 本法的检出限为 $2.0\mu\text{g}/\text{mL}$;最低检出浓度为 $0.67\text{mg}/\text{m}^3$ (以采集 3L 空气样品计);测定范围为 $0\mu\text{g}/\text{mL} \sim 1\,000\mu\text{g}/\text{mL}$;相对标准偏差 $< 2.58\%$ 。

4.7.2 本法的解吸效率为 $95.4\% \sim 99.2\%$ 。每批活性炭管应测定其解吸效率。

4.7.3 本法采样效率为 $98.0\% \sim 100\%$ 。穿透容量为 5.4mg 。

4.7.4 样品解吸测定方法:先将溶剂解吸型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,再将后段吸附剂解吸并测定。

4.7.5 本法可用相应的毛细管色谱柱。

4.7.6 二苯醚等不干扰本法的测定。

4.7.7 色谱分离参考图谱见图 1。

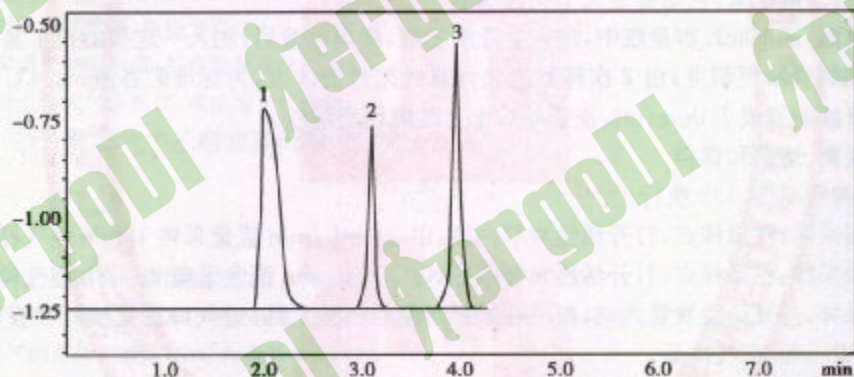


图 1 色谱分离图

1——二硫化碳;2——二苯醚;3——正丁基缩水甘油醚