

ICS 13.100
C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.38—2007

代替 GBZ/T 160.38—2004

工作场所空气有毒物质测定 烷烃类化合物

Determination of alkanes 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/T 160.38—2004，自本标准实施之日起，GBZ/T 160.38—2004 同时废止。

本标准与 GBZ/T 160.38—2004 相比主要修改如下：

——增加了庚烷、辛烷、壬烷的测定方法。

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。

本标准的起草单位和起草人：

——戊烷、己烷和庚烷的热解吸—气相色谱法

主要起草单位：广东省职业病防治院、深圳市疾病预防控制中心。

主要起草人：童映芳、叶能权、苏汉惠、陈卫。

——辛烷溶剂解吸—气相色谱法

主要起草单位：广东省职业病防治院。

主要起草人：陈利平、张子群、吴邦华。

——壬烷的溶剂解吸—气相色谱法

主要起草单位：广东省职业病防治院。

主要起草人：陈利平、张子群、吴邦华。

——戊烷、己烷和庚烷的溶剂解吸—气相色谱法

主要起草单位：中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所、湖南省劳动卫生职业病防治所。

主要起草人：傅胜、黄雪祥。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

WS/T 169—1999；

GBZ/T 160.38—2004。

工作场所空气有毒物质测定 烷烃类化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中烷烃类化合物浓度的方法。

本标准适用于工作场所空气中烷烃类化合物(包括戊烷、己烷、庚烷、辛烷、壬烷)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 戊烷、己烷和庚烷的热解吸—气相色谱法

3.1 原理

空气中的戊烷、己烷和庚烷用活性炭管采集,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。

3.2.2 空气采样器:流量 0mL/min~500mL/min。

3.2.3 热解吸器。

3.2.4 注射器:100mL,1mL。

3.2.5 微量注射器:10 μ L。

3.2.6 气相色谱仪,氢焰离子化检测器。

仪器操作参考条件:

色谱柱 1:3m \times 4mm,FFAP:Chromosorb WAW DMCS=10:100;

柱温:60 $^{\circ}$ C;

汽化室温度:120 $^{\circ}$ C;

检测室温度:150 $^{\circ}$ C;

载气(氮气)流量:40mL/min。

色谱柱 2:3m \times 4mm,内装 GDX-102;

柱温:90 $^{\circ}$ C;

汽化室温度:250 $^{\circ}$ C;

检测室温度:250 $^{\circ}$ C;

载气(氮气)流量:50mL/min。

3.3 试剂

3.3.1 FFAP:色谱固定液。

3.3.2 Chromosorb WAW DMCS 担体,60目~80目;GDX-102 固定相,60目~80目。

3.3.3 标准气:用微量注射器准确抽取一定量的戊烷、己烷或庚烷(色谱纯,20 $^{\circ}$ C时,1 μ L 戊烷、己烷和庚烷的质量分别为 0.6262mg、0.6603mg 和 0.6837mg),注入 100mL 注射器中,用清洁空气稀释至

GBZ/T 160.38—2007

100mL,计算出浓度,再稀释成 $10.0\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准气。或用国家认可的标准气配制。

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 $200\text{mL}/\text{min}$ 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 $50\text{mL}/\text{min}$ 流量采集 $2\text{h}\sim 8\text{h}$ 空气样品。

3.4.3 个体采样:打开活性炭管两端,佩戴在采样对象的前胸上部,尽量接近呼吸带,以 $50\text{mL}/\text{min}$ 流量采集 $2\text{h}\sim 8\text{h}$ 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,置清洁的容器内运输和保存。样品在室温下可保存 8d ,置冰箱内可保存更长时间。

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,抽气端与载气相连,进气端与 100mL 注射器相连;于 250°C ,以 $50\text{mL}/\text{min}$ 载气(氮气)流量,解吸至 100mL ,解吸气供测定。若浓度超过测定范围,用氮气稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 标准曲线的绘制:用清洁空气稀释标准气成 $0\mu\text{g}/\text{mL}\sim 100\mu\text{g}/\text{mL}$ 戊烷、己烷或庚烷标准系列。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戊烷、己烷或庚烷浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)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解吸气,测得峰高或峰面积值后,由标准曲线得戊烷、己烷或庚烷浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

3.6 计算

3.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积:

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

式中:

V_0 ——标准采样体积数值,单位为升(L);

V ——采样体积数值,单位为升(L);

t ——采样点的温度数值,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$);

p ——采样点的大气压数值,单位为千帕(kPa)。

3.6.2 按式(2)计算空气中戊烷、己烷或庚烷的浓度:

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

式中:

C ——空气中戊烷、己烷或庚烷的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

c ——测得解吸气中戊烷、己烷或庚烷的浓度数值(减去样品空白),单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

100 ——解吸气的体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——标准采样体积数值,单位为升(L);

D ——解吸效率数值, %。

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 $5 \times 10^{-3} \mu\text{g}/\text{mL}$ (以进样 1.0mL 计);最低检出浓度为 $0.2\text{mg}/\text{m}^3$ (以采集 3L 空气样品计)。测定范围为 $5 \times 10^{-3} \mu\text{g}/\text{mL}\sim 10\mu\text{g}/\text{mL}$ 。相对标准偏差为 $1.2\%\sim 5.7\%$ 。

3.7.2 100mg 活性炭的穿透容量:己烷为 9.1mg ,庚烷为 6.8mg 。平均解吸效率:己烷为 86.7% ,庚烷为 81% 。每批活性炭管必须测定其解吸效率。

3.7.3 本法可以采用色谱柱1或色谱柱2,也可采用相应的毛细管色谱柱。均能分离戊烷、己烷、异己烷、庚烷和辛烷,以及苯、甲苯等化合物。

3.7.4 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。

4 辛烷溶剂解吸—气相色谱法

4.1 原理

空气中的辛烷用活性炭管采集,二硫化碳解吸后进样,经色谱柱分离,氢焰离子化检测器检测,以保留时间定性,峰面积或峰高定量。

4.2 仪器

- 4.2.1 活性炭采样管:溶剂解吸型,内装100mg/50mg活性炭;
 4.2.2 空气采样器:流速0mL/min~500mL/min;
 4.2.3 溶剂解吸管:5mL;
 4.2.4 微量注射器:10 μ L;
 4.2.5 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 0.25mm \times 0.25 μ m,FFAP;
 柱 温:开始45 $^{\circ}$ C,以5 $^{\circ}$ C/min升温至80 $^{\circ}$ C;
 进样口温度:250 $^{\circ}$ C;
 检测室温度:300 $^{\circ}$ C;
 检测器温度:150 $^{\circ}$ C;
 分 流 比:50:1;
 载气(氮气)流量:1mL/min。

4.3 试剂

- 4.3.1 二硫化碳,色谱鉴定无干扰杂峰。
 4.3.2 标准溶液:将5mL二硫化碳加入10mL容量瓶中,用微量注射器准确加入10 μ L辛烷(色谱纯,20 $^{\circ}$ C,1 μ L辛烷质量为0.7025mg),用二硫化碳稀释至刻度,为标准溶液。

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300mL/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50mL/min流量采集2h~8h空气样品。
 4.4.3 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。
 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。样品在室温下可保存10d。

4.5 分析步骤

- 4.5.1 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二硫化碳,封闭后,振摇,解吸30min,摇匀,解吸液供分析。
 4.5.2 标准曲线的绘制:用二硫化碳稀释标准溶液成0、200、600、1200、2400 μ g/mL辛烷浓度的标准系列,参考仪器操作条件,将色谱仪调节到最佳测定状态,分别取1.0 μ L进样,测定标准系列,每个浓度重复3次,以测的峰面积或峰高均值与对应的辛烷浓度绘制标准曲线。
 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的解吸液。测得的样品峰面积或峰高值后,由标准曲线查得辛烷的浓度。

GBZ/T 160.38—2007

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)计算空气中辛烷的浓度。

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

式中:

c——空气中辛烷的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3); c_1, c_2 ——测得的样品前、后段活性炭解吸液中辛烷的浓度(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 ——标准采样体积数值,单位为升(L)。

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 $5.0 \times 10^{-1} \mu\text{g}/\text{mL}$,最低检出浓度为 $0.15 \text{mg}/\text{m}^3$ (以采集 4.5L 空气样品计)。4.7.2 本法测定范围为 $0 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 2400 \mu\text{g}/\text{mL}$,当浓度在 $300 \mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $600 \mu\text{g}/\text{mL}$ 和 $1200 \mu\text{g}/\text{mL}$ 时,相对标准偏差分别为 3.5%、2.9% 和 3.5%。4.7.3 当辛烷的浓度在 $500 \text{mg}/\text{m}^3$ 时,在室温 20°C ,相对湿度在 80% 的条件下,100mg 活性炭对辛烷的穿透容量 $>36.0 \text{mg}$ 。

4.7.4 活性炭采集辛烷的样品平均解吸效率为 98.5%,每批活性炭管必需测定其解吸效率。

4.7.5 空气中与辛烷共存的正己烷、正庚烷、正壬烷、丙酮、丁酮等在本方法条件下对测定不干扰。

4.7.6 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。

5 壬烷的溶剂解吸气相色谱法

5.1 原理

空气中的壬烷用活性炭管采集,二硫化碳解吸后进样,经 HP-5 色谱柱分离,氢火焰离子化检测器检测,以保留时间定性,峰面积或峰高定量。

5.2 仪器

5.2.1 活性炭管;100mg/50mg。

5.2.2 空气采样器;流速 $0 \text{mL}/\text{min} \sim 500 \text{mL}/\text{min}$ 。

5.2.3 溶剂解吸管;5mL。

5.2.4 微量注射器;10 μL 。

5.2.5 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:30m \times 0.25mm \times 0.25 μm ,5%苯基-95%二甲基聚硅氧烷;柱 温:45 $^\circ\text{C}$,以 5 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温至 80 $^\circ\text{C}$;进样口温度:250 $^\circ\text{C}$;检测器温度:250 $^\circ\text{C}$;

分 流 比:50:1;

载气(氮气)流量:1mL/min。

5.3 试剂

5.3.1 二硫化碳,色谱鉴定无干扰杂峰。

5.3.2 标准溶液:将 5mL 二硫化碳加入 10mL 容量瓶中,用微量注射器准确加入 50 μL 壬烷(色谱纯,20 $^\circ\text{C}$,1 μL 壬烷质量为 0.7176mg),用二硫化碳稀释至刻度,为标准溶液。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 短时间采样：在采样点，打开活性炭管两端以 300mL/min 流量采集 15min 空气样品。

5.4.2 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。

5.4.3 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。

5.4.4 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。样品在室温下可保存 10d。

5.5 分析步骤

5.5.1 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 二硫化碳，封闭后，振摇，解吸 30min，摇匀，解吸液供分析。

5.5.2 标准曲线的绘制：用二硫化碳稀释标准溶液成 0 μ g/mL、200 μ g/mL、600 μ g/mL、1 200 μ g/mL、2 400 μ g/mL 壬烷浓度的标准系列，参考仪器操作条件，将色谱仪调节到最佳测定状态，分别取 1.0 μ L 进样，测定标准系列，每个浓度重复 3 次，以测得的峰面积或峰高均值对相应的壬烷浓度 (μ 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的解吸液。测得的样品峰面积或峰高值后，由标准曲线查得壬烷的浓度 (μ 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)计算空气中壬烷的浓度。

$$c = \frac{(c_1 - c_2)V}{V_0} \quad \text{..... (4)}$$

式中：

c ——空气中壬烷的浓度数值，单位为毫克每立方米 (mg/m^3)；

c_1, c_2 ——测得的样品前、后段活性炭解吸液中壬烷的浓度(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 ——标准采样体积数值，单位为升 (L)；

5.6.3 时间加权平均浓度按 GBZ 159 规定计算。

5.7 说明

5.7.1 本法的检出限为 0.50 μ g/mL，最低检出浓度为 0.15 mg/m^3 (以采集 4.5L 空气样品计)。

5.7.2 本法测定范围为 0.50 μ g/mL~2 400 μ g/mL。相对标准偏差小于 3.2%。

5.7.3 活性炭管的采样效率接近 100%，100mg 活性炭对壬烷的穿透容量大于 18.0mg。

5.7.4 活性炭管的平均解吸效率为 98.5%。每批活性炭管必需测定其解吸效率。

5.7.5 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。

5.7.6 空气中与壬烷共存的正己烷、正庚烷、正辛烷、丙酮、丁酮等对测定不干扰。

5.7.7 本法可采用相同极性的毛细管色谱柱。

5.7.8 色谱分离图见图 1。

6 戊烷、己烷和庚烷的溶剂解吸—气相色谱法

6.1 原理

空气中的戊烷、己烷和庚烷用活性炭管采集，二硫化碳解吸后进样，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。

GBZ/T 160.38—2007

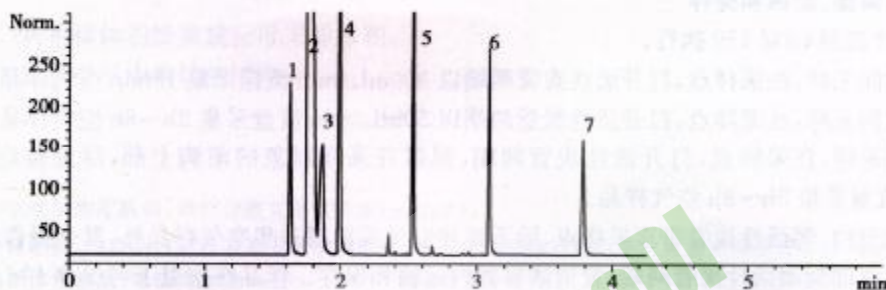


图1 色谱分离图

1—丙酮;2—二硫化碳;3—甲基叔丁基醚;4—正己烷;5—正庚烷;6—正辛烷;7—正壬烷

6.2 仪器

- 6.2.1 活性炭管:溶剂解吸型,内装100mg/50mg活性炭。
- 6.2.2 空气采样器:流量0mL/min~500mL/min。
- 6.2.3 溶剂解吸瓶:5mL。
- 6.2.4 微量注射器:10 μ L。
- 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 0.32mm \times 1.0 μ m 100%二甲基聚硅氧烷;

柱 温:40 $^{\circ}$ C;

汽化室温度:200 $^{\circ}$ C;

检测室温度:250 $^{\circ}$ C;

分 流 比:20:1;

载气(氮气)流量:2mL/min。

6.3 试剂

- 6.3.1 二硫化碳:色谱鉴定无干扰色谱峰。
- 6.3.2 标准溶液:临用前用微量注射器准确抽取一定量的戊烷、己烷、庚烷(色谱纯,20 $^{\circ}$ C时,1 μ L正戊烷、正己烷和正庚烷的质量分别为0.6262mg、0.6603mg和0.6837mg),注入装有少量二硫化碳的5mL容量瓶中,并定容至刻度,浓度分别约为6000 μ g/mL、1200 μ g/mL和6000 μ g/mL标准溶液,密闭摇匀。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GBZ 159执行。

- 6.4.1 短时间采样:在采样点,打开活性炭管两端,以100mL/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20mL/min流量采集2h~8h空气样品。
- 6.4.3 个体采样:在采样点,打开活性炭管两端,佩戴在采样对象的前胸上部,尽量接近呼吸带,以20mL/min流量采集2h~8h空气样品。
- 6.4.4 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。样品室温下可保存7d,置4 $^{\circ}$ C冰箱内可保存更长时间。

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瓶中,各加入1.0mL二硫化碳,封闭后,振荡,解吸30min,摇匀,解吸液供分析。若浓度超过测定范围,用二硫化碳稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。
- 6.5.2 标准曲线的绘制:用二硫化碳稀释标准溶液成表1标准系列。

表 1 标准系列

管 号	0	1	2	3	4
戊烷浓度(μg/mL)	0.0	375	750	1 500	3 000
己烷浓度(μg/mL)	0.0	75	150	300	600
庚烷浓度(μg/mL)	0.0	375	750	1 500	3 000

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 1.0μL,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戊烷、己烷或庚烷浓度(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,测得的样品峰高或峰面积值后,由标准曲线得戊烷、己烷或庚烷的浓度(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)计算空气中戊烷、己烷或庚烷的浓度。

$$c = \frac{(c_1 + c_2)V}{V_0} \dots (5)$$

式中:

c—空气中戊烷、己烷或庚烷的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m³);

c₁, c₂—测得前后段解吸液中戊烷、己烷或庚烷的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升(μg/mL);

V—解吸液的体积数值,单位为毫升(mL);

V₀—标准采样体积数值,单位为升(L);

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 本法的检出限均为 0.2μg/mL;最低检出浓度为 0.13mg/m³(以采集 1.5L 空气样品计);测定范围为 0.2μg/mL~3 000μg/mL;相对标准偏差为 1.8%~4.4%。

6.7.2 100mg 活性炭的穿透容量:戊烷为 15mg,己烷为 9.1mg,庚烷为 6.8mg。平均解吸效率:戊烷、己烷和庚烷为 100%。

6.7.3 本法可用其它相应的毛细管色谱柱。

6.7.4 现场共存的苯、甲苯、二甲苯和环己烷等不干扰本法的测定。

6.7.5 样品解吸方法: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

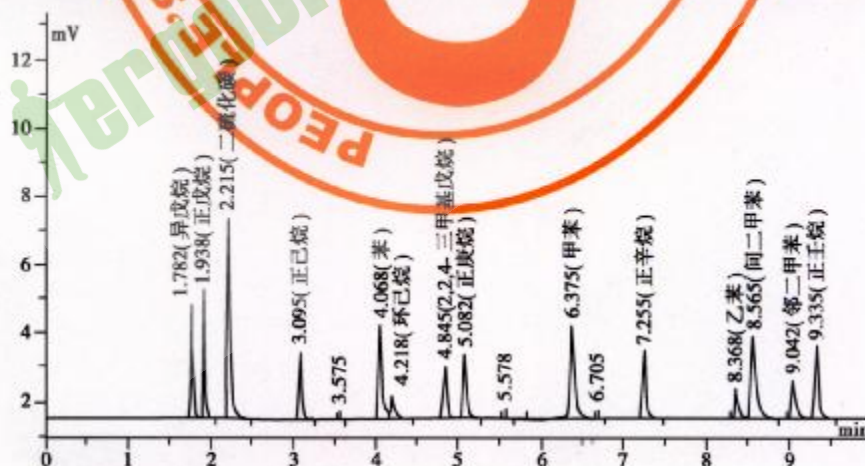


图 2 色谱分离图

GBZ/T 160.38—2007

将后段吸附剂解吸并测定。

6.7.6 在有多种戊烷同分异构体共存时,应分别定量。

6.7.7 本法中烷烃与主要干扰物参考色谱分离图见图 2。

