

ICS 13.100
C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.53—2004

工作场所空气有毒物质测定
苯基醚类化合物

Methods for determination of phenyl ethers
in the air of workplace

2004-05-21 发布

2004-12-01 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苯基醚类化合物[包括氨基苯甲醚(氨基茴香醚,茴香胺, Anisidine)、苯基醚(二苯醚, Diphenyl-ether)]的浓度。本标准是总结、归纳和改进了原有的标准方法后提出。这次修订将同类化合物的同种监测方法和不同种监测方法归并为一个标准方法,并增加了长时间采样和个体采样方法。

本标准从2004年12月1日起实施。同时替代GB/T 16055—1995。

本标准首次发布于1995年,本次是第一次修订。

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:中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所、辽宁省疾病预防控制中心。

本标准主要起草人:徐伯洪、张敬、高岩和王瑞。

工作场所空气有毒物质测定

苯基醚类化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中苯基醚类化合物浓度的方法。

本标准适用于工作场所空气中苯基醚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 氨基茴香醚的溶剂解吸—气相色谱法

3.1 原理

空气中的氨基茴香醚用硅胶管采集,甲醇解吸后进样,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 硅胶管,溶剂解吸型,内装 200mg/100mg 硅胶。

3.2.2 空气采样器,流量 0~500ml/min,0~3L/min。

3.2.3 溶剂解吸瓶,5ml。

3.2.4 超声清洗器。

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 1:30m \times 0.53mm FFAP 弹性毛细管色谱柱

色谱柱 2:2m \times 4mm OV-17:Shimalite W=10:100

柱温:120 $^{\circ}$ C

汽化室温度:250 $^{\circ}$ C

检测室温度:250 $^{\circ}$ C

载气(氮气)流量:20ml/min(用于色谱柱 1),30ml/min(用于色谱柱 2)。

3.3 试剂

3.3.1 甲醇,无干扰色谱峰。

3.3.2 OV-17 和 FFAP,色谱固定液。

3.3.3 Shimalite W,色谱担体,80~100 目。

3.3.4 标准溶液:准确称取一定量的氨基茴香醚(色谱纯),溶于甲醇,定量转移入 10ml 容量瓶中,并稀释至刻度,计算出浓度,此溶液为标准贮备液。临用前,用甲醇稀释成 40.0mg/ml 氨基茴香醚标准溶液。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,打开硅胶管两端,以 500ml/min 流量采集 15min 空气样品。
- 3.4.2 长时间采样:在采样点,打开硅胶管两端,以 50ml/min 流量采集 1~4h 空气样品。
- 3.4.3 个体采样: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。
- 3.4.4 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,立即封闭硅胶管两端,置清洁容器内运输和保存。样品在室温下至少可保存 7d。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品处理:将采过样的前后段硅胶分别倒入溶剂解吸瓶中,加入 0.50ml 甲醇,封闭后,超声解吸 30min,解吸液供测定。若解吸液中氨基茴香醚的浓度超过测定范围,可用甲醇稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 标准曲线的绘制:用甲醇稀释标准溶液成 0.0、1.0、10.0 和 40.0mg/ml 氨基茴香醚标准系列。参照仪器操作条件,将气相色谱仪调节至最佳测定状况,分别进样 2.0 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氨基茴香醚浓度(mg/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液,测得的峰高或峰面积值后,由标准曲线得氨基茴香醚的浓度(mg/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,L;
- V ——采样体积,L;
- t ——采样点的温度, $^{\circ}$ C;
- P ——采样点的气压,kPa。

3.6.2 按式(2)计算空气中氨基茴香醚的浓度:

$$C = \frac{(c_1 + c_2)v}{V_0 D} \times 1000 \quad (2)$$

式中:

- C ——空气中氨基茴香醚的浓度, mg/m^3 ;
- c_1, c_2 ——测得前后段硅胶解吸液中的氨基茴香醚的浓度(减去样品空白), mg/ml ;
- v ——样品解吸液的体积, 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 样品处理方法: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。

3.7.2 本法的检出限为 50 $\mu\text{g}/\text{ml}$;最低检出浓度为 3.3 mg/m^3 (以采集 7.5L 空气样品计)。测定范围为 50~4 000 $\mu\text{g}/\text{ml}$;相对标准偏差为 5.0%~7.7%。

3.7.3 本法 100mg 硅胶的穿透容量为 10.2mg。本法的平均解吸效率为 87%。每批硅胶管应测定解吸效率。

3.7.4 本法可同时测定对一氨基茴香醚和邻一氨基茴香醚。

4 苯基醚的溶剂解吸—气相色谱法

4.1 原理

空气中的联苯、苯基醚用活性炭管采集,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。

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 0~500ml/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,氢焰离子化检测器。

仪器操作参考条件

色谱柱:2m \times 4mm,FFAP:Chromosorb WAW=10:100;

柱温:210 $^{\circ}$ C;

汽化室温度:270 $^{\circ}$ C;

检测室温度:270 $^{\circ}$ C;

载气(氮气)流量:45ml/min。

4.3 试剂

4.3.1 解吸液:二硫化碳,色谱鉴定无干扰色谱峰。

4.3.2 FFAP,色谱固定液。

4.3.3 Chromosorb WAW,色谱担体,60~80目。

4.3.4 标准溶液:于 10ml 容量瓶中,加入少量二硫化碳,准确称量后,用加入一定量的苯基醚(色谱纯),再准确称量,加二硫化碳至刻度;由 2 次称量之差计算此溶液的浓度,为标准贮备液。临用前,再稀释成 0.50mg/ml 苯基醚标准溶液。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 50ml/min 流量采集 2~8h 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,进气口相上,尽量接近呼吸带,以 50ml/min 流量采集 2~8h 空气样品。

4.4.4 样品空白:将活性炭管带至现场,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。样品在室温下至少可保存 5d。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理:将采过样的活性炭倒入一个溶剂解吸瓶中,加入 1.0ml 解吸液,封闭后,超声解吸 30min。解吸液供测定。若样品溶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。

4.5.2 标准曲线的制备:用二硫化碳稀释标准溶液成 0.0、10.0、20.0 和 30.0 μ g/ml 苯基醚标准系列。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苯基醚浓度(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,由标准曲线得苯基醚的浓度(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。

4.6.2 按式(3)计算空气中苯基醚的浓度:

$$C = \frac{cv}{V_0 D} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- C——空气中苯基醚的浓度,mg/m³;
- c——测得样品解吸液中的苯基醚的浓度(减去样品空白),μg/ml;
- v——解吸液的体积,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照 GBZ-159 规定计算。

4.7 说明

4.7.1 样品处理方法: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。

4.7.2 本法的检出限为 1.0μg/ml;最低检出浓度为 0.33mg/m³(以采集 3L 空气样品计)。测定范围为 1.0~30μg/ml;相对标准偏差为 3.5%~6.3%。

4.7.3 100mg 活性炭的穿透容量为 12.6mg。本法的平均解吸效率为 92.4%。每批活性炭管应测定其解吸效率。

4.7.4 本法也可使用相应的毛细管色谱柱。

4.7.5 现场共存的苯、甲苯、二甲苯、己内酰胺、苯酚不干扰测定。