

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.69—2017

代替 GBZ/T 160.43—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 69 部分：联苯和氢化三联苯

Determination of toxic substances in workplace air—

Part 69: Biphenyl and hydrogenated terphenyls

2017-11-09 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本部分为GBZ/T 300的第69部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替GBZ/T 160.43—2004《工作场所空气有毒物质测定 多苯类化合物》。

本部分与GBZ/T 160.43—2004相比，主要修改如下：

- 修改了标准名称；
- 增加了氢化三联苯的溶剂解吸-气相色谱法；
- 联苯的溶剂解吸-气相色谱法改用了毛细管色谱柱；
- 增加了待测物的基本信息；
- 改进了空气采样和标准系列浓度的表达；
- 补充了样品空白要求和方法性能指标。

本部分中的主要起草单位和主要起草人：

——联苯的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：辽宁省疾病预防控制中心、山东省职业卫生与职业病防治研究院。

主要起草人：高岩、蒋莹、王瑞、邹薇、张梦萍、邵华、王翠娟。

——氢化三联苯的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：浙江省医学科学院、中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒中毒控制所、北京市疾病预防控制中心、辽宁省疾病预防控制中心。

主要起草人：俞苏霞、柴剑荣、阮征、张敬、宋景平、余波、曲宁。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16055—1995；
- GBZ/T 160.43—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第 69 部分：联苯和氢化三联苯

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中联苯和氢化三联苯的溶剂解吸-气相色谱法。本部分适用于工作场所空气中蒸气态联苯和氢化三联苯浓度的检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

GBZ/T 210.4 职业卫生标准制定指南 第4部分：工作场所空气中化学物质的测定方法

3 联苯和氢化三联苯的基本信息

联苯和氢化三联苯的基本信息见表1。

表1 联苯和氢化三联苯的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
联苯 (Biphenyl)	92-52-4	$C_6H_5-C_6H_5$	154.2
氢化三联苯 (Hydrogenated terphenyls)	61788-32-7	$C_{18}H_{22}$	238.38

4 联苯的溶剂解吸-气相色谱法

4.1 原理

空气中的蒸气态联苯用活性炭采集，二硫化碳解吸后进样，经气相色谱柱分离，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，流量范围为 0mL/min~500mL/min。

4.2.3 溶剂解吸瓶，5mL。

4.2.4 微量注射器。

4.2.5 气相色谱仪，具氢焰离子化检测器，仪器操作参考条件：

- a) 色谱柱：30m×0.32mm×0.5μm，聚乙二醇（FFAP）；
- b) 柱温：210℃；
- c) 汽化室温度：270℃；
- d) 检测室温度：270℃；
- e) 载气(氮)流量：1mL/min；
- f) 分流比：20:1。

4.3 试剂

4.3.1 二硫化碳，色谱鉴定无干扰峰。

4.3.2 标准溶液：容量瓶中加入二硫化碳，准确称量后，加入一定量的联苯，再准确称量，用二硫化碳定容。由两次称量之差计算溶液的浓度，为标准贮备液。临用前，用二硫化碳稀释成 30.0μg/mL 联苯标准溶液。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

4.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

4.4.2 短时间采样：在采样点，用活性炭管以 200mL/min 流量采集 15min 空气样品。

4.4.3 长时间采样：在采样点，用活性炭管以 50mL/min 流量采集 2h~8h 空气样品。

4.4.4 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 5d。

4.4.5 样品空白：在采样点，打开活性炭管两端，并立即封闭，然后同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理：将前后段活性炭分别倒入两支溶剂解吸瓶中，各加入 1.0mL 二硫化碳，封闭后，超声解吸 30min。样品溶液供测定。

4.5.2 标准曲线的制备：取 4 支~7 支容量瓶，用二硫化碳稀释标准溶液成 0.0μg/mL~30.0μg/mL 浓度范围的联苯标准系列。参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，进样 1.0μL，分别测定各标准系列各浓度的峰高或峰面积。以测得的峰高或峰面积对相应的联苯浓度(μg/mL)绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应≥0.999。

4.5.3 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得的峰高或峰面积值由标准曲线或回归方程计算样品溶液中联苯的浓度(μg/mL)。若样品溶液中联苯的浓度超过测定范围，用二硫化碳稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

4.6 计算

4.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

4.6.2 按式(1)计算空气中联苯的浓度：

$$C = \frac{(c_1 + c_2)v}{V_0 D} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

C ——空气中联苯的浓度，单位为毫克每立方米 (mg/m^3)；

c_1 、 c_2 ——测得的前后段样品溶液中联苯的浓度(减去样品空白)，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

V ——样品溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——标准采样体积，单位为升 (L)；

D ——解吸效率，%。

4.6.3 空气中的时间加权平均容许浓度 (C_{TWA}) 按 GBZ 159 规定计算。

4.7 说明

4.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的检出限为 $0.3\mu\text{g/mL}$ ，定量下限为 $1.0\mu\text{g/mL}$ ，定量测定范围为 $1\mu\text{g/mL}\sim 30\mu\text{g/mL}$ ；以采集 3L 空气样品计，最低检出浓度为 0.1mg/m^3 ，最低定量浓度为 0.3mg/m^3 ；相对标准偏差为 3.5%~6.3%，穿透容量（100mg 活性炭）为 12.6mg，平均解吸效率为 92.4%。应测定每批活性炭管的解吸效率。

4.7.2 本法也可采用等效的其他相色谱柱测定。根据测定需要可以选用恒温测定或程序升温测定。

4.7.3 现场可能共存的苯、甲苯、二甲苯、己内酰胺、苯酚不干扰本法。

5 氢化三联苯的溶剂解吸-气相色谱法

5.1 原理

空气中蒸气态氢化三联苯用活性炭采集，二硫化碳解吸，经气相色谱柱分离，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。

5.2 仪器

5.2.1 活性炭管，溶剂解吸型，内装 100mg/50mg 活性炭。

5.2.2 空气采样器，流量范围为 $0\text{L/min}\sim 500\text{mL/min}$ 。

5.2.3 溶剂解吸瓶，5mL。

5.2.4 微量注射器。

5.2.5 气相色谱仪，具氢焰离子化检测器，仪器操作参考条件：

a) 色谱柱： $30\text{m}\times 0.25\text{mm}\times 0.25\mu\text{m}$ ，(35%苯基)-甲基聚硅氧烷；

b) 柱温：初温 150°C ， 10°C/min 升至 290°C ，保持 5min；

c) 气化室温度： 290°C ；

d) 检测室温度： 300°C ；

e) 载气(氮)流量： 1.0mL/min ，不分流。

5.3 试剂

5.3.1 二硫化碳：色谱鉴定无干扰峰。

5.3.2 标准溶液：容量瓶中加入二硫化碳，准确称量后，加入一定量的氢化三联苯，再准确称量，用二硫化碳定容。由两次称量之差计算溶液的浓度，为标准贮备液。临用前，用二硫化碳稀释至 $60.0\mu\text{g/mL}$ 为氢化三联苯标准溶液。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

5.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

5.4.2 短时间采样：在采样点，用活性炭管以 300mL/min 流量采集 15min 空气样品。

5.4.3 长时间采样：在采样点，用活性炭管以 50mL/min 流量采集 2h~8h 空气样品。

5.4.4 采样后，立即封闭活性炭管两端，置清洁容器内运输和保存。样品在常温下可保存 7d。

5.4.5 样品空白：在采样点，打开活性炭管两端，并立即封闭，然后同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。

5.5 分析步骤

5.5.1 样品处理：将前后段活性炭连同前面的玻璃棉分别倒入两支溶剂解吸瓶中，各加入 1.0mL 二硫化碳，封闭后，解吸 30min，不时振摇。样品溶液供测定。

5.5.2 标准曲线的制备：取 4 支~7 支容量瓶，用二硫化碳稀释标准溶液成 0.0 μ g/mL~60.0 μ g/mL 浓度范围的氢化三联苯标准系列。参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，进样 1.0 μ L，分别测定标准系列各浓度的峰高或峰面积，计算峰和值。以测得的峰和值对相应的氢化三联苯浓度 (μ g/mL) 绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应 \geq 0.999。

5.5.3 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得峰高或峰面积的峰和值由标准曲线或回归方程得样品溶液中氢化三联苯的浓度 (μ g/mL)。若样品溶液中氢化三联苯浓度超过测定范围，用二硫化碳稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

5.6 计算

5.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

5.6.2 按式 (2) 计算空气中氢化三联苯的浓度：

$$c = \frac{(c_1 + c_2)v}{V_0 D} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

C ——空气中氢化三联苯的浓度，单位为毫克每立方米 (mg/m^3)；

c_1, c_2 ——测得的前后段样品溶液中氢化三联苯的浓度(减去样品空白)，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

V ——样品溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——标准采样体积，单位为升 (L)；

D ——解吸效率，%。

5.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度 (C_{TWA}) 按 GBZ 159 规定计算。

5.7 说明

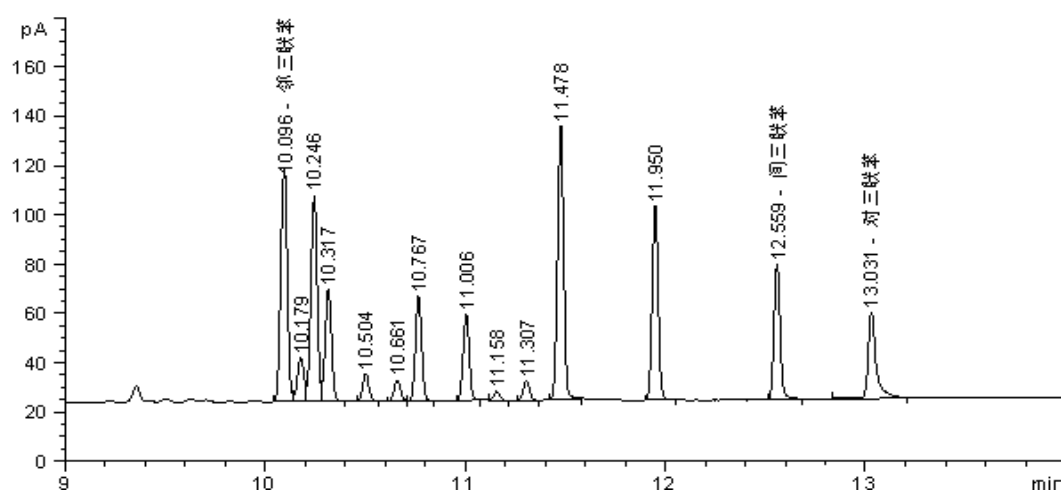
5.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的检出限为 1.1 μ g/mL，定量下限为 3.6 μ g/mL，定量测定范围为 3.6 μ g/mL~60 μ g/mL；以采集 4.5L 空气样品计，最低检出浓度为 0.25 mg/m^3 ，最低定量浓度为 0.80 mg/m^3 ；相对标准偏差为 1.3%~2.0%，穿透容量 (100mg 活性炭连同玻璃棉) 为 6.7mg，平均解吸效率 90.6%。应测定每批活性炭管的解吸效率。

5.7.2 在本色谱柱上，氢化三联苯共出 11 个色谱峰，计算时，应将 11 个峰的峰高或峰面积相加，得出“峰和值”。解吸时要将活性炭前面的玻璃棉一起解吸。

5.7.3 工作场所空气中可能共存的联苯、三联苯 (邻、对、间) 不干扰测定。若现场空气中共存气溶胶态氢化三联苯，则应串联滤料采样夹采样，用二硫化碳洗脱后测定。

5.7.4 本法也可采用等效的其他相色谱柱测定。根据测定需要可以选用恒温测定或程序升温测定。

5.7.5 本法的色谱分离图见图 1。



说明:

10.075min 为邻-三联苯;

10.179min~11.950min 为氢化三联苯 (11 个峰);

12.5min 为间-三联苯;

13.0min 为对-三联苯。

图 1 三联苯、氢化三联苯的色谱图