

ICS 13.100
c52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.50—2004

工作场所空气有毒物质测定 烷氧基乙醇类化合物

Methods for determination of alkoxyethanols
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烷氧基乙醇类化合物[包括 2-甲氧基乙醇(2-Methoxyethanol)、2-乙氧基乙醇(2-Ethoxyethanol)和 2-丁氧基乙醇(2-Butoxyethanol)等]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。同时代替 GB/T 17084—1997、GB/T 17085—1997、GB/T 17086—1997。

本标准首次发布于 1997 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:北京市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人:季永平、周素梅、宋景平和崔强。

工作场所空气有毒物质测定

烷氧基乙醇类化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中烷氧基乙醇类化合物浓度的方法。
本标准适用于工作场所空气中烷氧基乙醇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 工作场所空气中有毒物质监测的采样规范

3 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和 2-丁氧基乙醇的溶剂解吸—气相色谱法

3.1 原理

空气中的 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和 2-丁氧基乙醇用活性炭管采集,二硫化碳和水两相溶剂解吸后进样,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,溶剂解吸型,100mg/50mg 活性炭。进气端用硅烷化玻璃棉固定。
- 3.2.2 空气采样器,流量 0~500ml/min。
- 3.2.3 具塞离心管,10ml。
- 3.2.4 液体快速混合器。
- 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:2m \times 4mm,FFAP:Chromosorb WAW=10:100;

柱温:105 $^{\circ}$ C;

汽化室温度:160 $^{\circ}$ C;

检测室温度:160 $^{\circ}$ C;

载气(氮气)流量:60ml/min。

3.3 试剂

实验用水为蒸馏水。

- 3.3.1 二硫化碳,经色谱鉴定无杂质峰。
- 3.3.2 FFAP,色谱固定液。
- 3.3.3 Chromosorb WAW,色谱担体,60~80 目。
- 3.3.4 标准溶液:于 25ml 容量瓶中,加少量水,准确称量后,加入 3 滴 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇或 2-丁氧基乙醇(色谱纯),再准确称量,用水稀释至刻度,由 2 次称量之差计算溶液的浓度,为 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇或 2-丁氧基乙醇标准贮备液。此溶液可保存 3 个月。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,打开活性炭管两端,以 300ml/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 2~8h 空气样品。
- 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,进气口尽量接近呼吸带,以 50ml/min 流量采集 2~8h 空气样品。
- 3.4.4 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,置清洁的容器内运输保存。室温下至少可保存 14d。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品处理:将采过样的前后段活性炭分别倒入两只装有 2.0ml 水的具塞离心管中,各加 2.0ml 二硫化碳,封闭后,在液体快速混合器上混合 2min。分层后,解吸液供测定。若浓度超过测定范围,稀释后测定。

3.5.2 标准曲线的绘制:取 5 只具塞离心管,用水稀释标准溶液成 0、100、200、400、和 1 000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 2-甲氧基乙醇标准系列,0、200、400、800 和 2 000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 2-乙氧基乙醇标准系列,0、150、300、600 和 1 500 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 2-丁氧基乙醇标准系列。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 μl ,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分别对 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和 2-丁氧基乙醇浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)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的解吸液,2-甲氧基乙醇和 2-乙氧基乙醇取 1.0 μl 水层进样,2-丁氧基乙醇分别取 1.0 μl 水层和二硫化碳层进样测定;测得的峰高或峰面积后,由标准曲线得 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和 2-丁氧基乙醇浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)。

3.6 计算

3.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积:

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

式中:

V_0 ——标准采样体积,L;

V ——采样体积,L;

t ——采样点的温度, $^{\circ}\text{C}$;

P ——采样点的大气压,kPa。

3.6.2 按式(2)计算空气中 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和 2-丁氧基乙醇的浓度:

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

式中:

C ——空气中 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和 2-丁氧基乙醇的浓度, mg/m^3 ;

c_1, c_2 ——测得前后段活性炭解吸液中 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和 2-丁氧基乙醇的浓度(减去样品空白);对 2-丁氧基乙醇, c_1 和 c_2 均为水层与二硫化碳层浓度之和(减去样品空白); $\mu\text{g}/\text{ml}$;

v ——解吸液体积,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:2-甲氧基乙醇为 18 $\mu\text{g}/\text{ml}$,2-乙氧基乙醇为 16 $\mu\text{g}/\text{ml}$,2-丁氧基乙醇为 10 $\mu\text{g}/\text{ml}$;

最低检出浓度分别为 4、3.6、2.2mg/m³(以采集 4.5L 空气样品计)。测定范围分别为 18~1 000、16~2 000、10~1 500μg/ml。相对标准偏差分别为 2.8%~9.6%、4.7%~8.6%、2.5%~3.7%。

3.7.3 100mg 活性炭的穿透容量:2-甲氧基乙醇为 19.3mg、2-乙氧基乙醇为 19.8mg 和 2-丁氧基乙醇为 30.5mg。本法的解吸效率:2-甲氧基乙醇为 95%以上、2-乙氧基乙醇为 88.9%以上和 2-丁氧基乙醇为 85.9%(两相进样)。每批活性炭管必须测定其解吸效率。

3.7.4 本法可以使用同类型的毛细管色谱柱进行测定。
