

ICS 13.100
C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.55—2007

代替 GBZ/T 160.55—2004

工作场所空气有毒物质测定 脂肪族酮类化合物

Determination of aliphatic ketones 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/T160.55—2004,自本标准实施之日起,GBZ/T160.55—2004 同时废止。

本标准与 GBZ/T160.55—2004 相比主要修改如下:

——增加了异佛尔酮、二异丁基甲酮、二乙基甲酮、2-己酮的测定方法。

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:

——丙酮、丁酮和甲基异丁基甲酮的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位:上海市疾病预防控制中心、广东省职业病防治院。

主要起草人:严怀曾、李玉芬、陈利平、叶能权。

——丙酮、丁酮、甲基异丁基甲酮和双乙烯酮的热解吸-气相色谱法

主要起草单位:深圳市疾病预防控制中心、江苏省疾病预防控制中心、青岛市疾病预防控制中心。

主要起草人:陈卫、刘桂华、汪锡灿、盛娟芬、贺宝芝。

——异佛尔酮的溶剂解吸-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:康莉、陈卫、陈春晓。

——二异丁基甲酮的溶剂解吸-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:陈春晓、陈卫、彭朝琼。

——二乙基甲酮的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位:上海市闵行区疾病预防控制中心、上海市疾病预防控制中心。

主要起草人:丁锦春、徐以盛。

——2-己酮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:吴邦华、张子群。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

GB/T 16058~GB/T 16060—1995;

GB/T 17091—1997;

WS/T 139~WS/T 140—1999、WS/T 167—1999;

GBZ/T 160.55—2004。

工作场所空气有毒物质测定 脂肪族酮类化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中脂肪族酮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酮类化合物(丙酮、丁酮、甲基异丁基甲酮、双乙烯酮、异佛尔酮、二异丁基甲酮、二乙基甲酮、2-己酮)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 丙酮、丁酮和甲基异丁基甲酮的溶剂解吸-气相色谱法

3.1 原理

空气中的丙酮、丁酮或甲基异丁基甲酮用活性炭管采集,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。

3.2 仪器

3.2.1 活性炭管:溶剂解吸型,内装 100mg/50mg 活性炭。

3.2.2 空气采样器:流量 0mL/min~500mL/min。

3.2.3 溶剂解吸瓶:5mL。

3.2.4 微量注射器:10 μ L。

3.2.5 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:6201 担体=10:100;

柱 温:90 $^{\circ}$ C;

汽化室温度:140 $^{\circ}$ C;

检测室温度:160 $^{\circ}$ C;

载气(氮气)流量:30mL/min。

3.3 试剂

3.3.1 二硫化碳:色谱鉴定无干扰杂峰。

3.3.2 FFAP:色谱固定液。

3.3.3 6201 担体:60 目~80 目。

3.3.4 标准溶液:于 25mL 容量瓶中,加入约 5mL 二硫化碳,准确称量后,加入适量丙酮、丁酮或甲基异丁基甲酮(色谱纯),再准确称量;加二硫化碳至刻度,由 2 次称量之差计算出溶液的浓度,为丙酮、丁酮或甲基异丁基甲酮标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

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 100mL/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。
- 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 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中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 1min,解吸 30min。摇匀,解吸液供测定。若解吸液中待测物浓度超过测定范围,可用二硫化碳稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 标准曲线的制备:用二硫化碳稀释标准溶液成 0 μ g/mL、400 μ g/mL、800 μ g/mL 和 1 600 μ g/mL 丙酮标准系列,0 μ g/mL、200 μ g/mL、400 μ g/mL、800 μ g/mL 和 2 000 μ g/mL 丁酮标准系列,0 μ g/mL、100 μ g/mL、200 μ g/mL、600 μ g/mL、800 μ g/mL 和 1 200 μ g/mL 甲基异丁基甲酮标准系列。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分别对丙酮、丁酮或甲基异丁基甲酮浓度(μ g/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;测得的峰高或峰面积值后,由标准曲线得丙酮、丁酮或甲基异丁基甲酮的浓度(μ g/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($^{\circ}$ C);

p ——采样点的大气压数值,单位为千帕(kPa)。

3.6.2 按式(2)计算空气中丙酮、丁酮、甲基异丁基甲酮或环己酮的浓度。

$$c = \frac{(c_1 + c_2)V}{V_0 D} \quad (2)$$

式中:

c ——空气中丙酮、丁酮或甲基异丁基甲酮的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

c_1, c_2 ——测得前后段活性炭解吸液中丙酮、丁酮或甲基异丁基甲酮的浓度(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);

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、最低检出浓度(以采集 1.5L 空气样品计)、相对标准偏差、穿透容量(100mg 活性炭)和解吸效率列于表 1。每批活性炭管应测定其解吸效率。

3.7.2 本法可使用相应的填充柱或毛细管色谱柱。

3.7.3 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。

表1 方法性能指标

化合物	丙酮	丁酮	甲基异丁基甲酮
检出限($\mu\text{g}/\text{mL}$)	10	6	1
最低检出浓度(mg/m^3)	6.7	4	0.7
测定范围($\mu\text{g}/\text{mL}$)	10~1 600	6~2 000	1~1 200
相对标准偏差(%)	3.7~4.9	4.9~5.7	2.3~4.7
穿透容量(mg)	11.6	16.9	8.6
平均解吸效率(%)	88.2	92.4	98.8

4 丙酮、丁酮、甲基异丁基甲酮和双乙烯酮的热解吸-气相色谱法

4.1 原理

空气中的丙酮、丁酮、甲基异丁基甲酮用活性炭管采集,双乙烯酮用硅胶管采集,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。

4.2 仪器

4.2.1 活性炭管:热解吸型,内装 100mg 活性炭(用于丙酮、丁酮和甲基异丁基甲酮)。

4.2.2 硅胶管:热解吸型,内装 500mg 硅胶(用于双乙烯酮)。

4.2.3 空气采样器:流量 0mL/min~500mL/min。

4.2.4 热解吸器。

4.2.5 注射器:100mL、1mL。

4.2.6 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(用于丙酮、丁酮和甲基异丁基甲酮):2m \times 4mm,FFAP:6201 红色担体=10:100;

柱温:90 $^{\circ}\text{C}$;

汽化室温度:140 $^{\circ}\text{C}$;

检测室温度:160 $^{\circ}\text{C}$;

载气(氮气)流量:30mL/min。

色谱柱 2(用于双乙烯酮):2m \times 4mm,OV 101:Chrom Q=5:100;

柱温:75 $^{\circ}\text{C}$;

汽化室温度:120 $^{\circ}\text{C}$;

检测室温度:120 $^{\circ}\text{C}$;

载气(氮气)流量:40mL/min。

4.3 试剂

4.3.1 FFAP 和 OV 101:色谱固定液。

4.3.2 6201 红色担体和 Chrom Q:色谱担体,60 目~80 目。

4.3.3 标准气:用微量注射器准确吸取 1 μL 丙酮、丁酮、甲基异丁基甲酮、双乙烯酮(色谱纯;在 20 $^{\circ}\text{C}$, 1 μL 丙酮、丁酮、甲基异丁基甲酮和双乙烯酮分别为 0.7898mg,0.8061mg,0.7978mg 和 1.090mg),注入 100mL 注射器中,弹落液滴,约 1h 后,用清洁空气稀释至 100mL,为丙酮、丁酮、甲基异丁基甲酮或双乙烯酮标准气。临用前配制,注射器应垂直放置。或用国家认可的标准气配制。

4.4 样品采集、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,打开活性炭管或硅胶管两端,以 100mL/min 流量采集 15min 空气样品。

4.4.2 长时间采样:在采样点,打开活性炭管或硅胶管两端,以 50mL/min 流量采集 2h~8h(活性炭

管)或1h~4h(硅胶管)空气样品。

4.4.3 个体采样:在采样点,打开活性炭管或硅胶管两端,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2h~8h(活性炭管)或1h~4h(硅胶管)空气样品。

4.4.4 样品空白:将活性炭管或硅胶管带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,立即封闭采样管两端,置清洁容器内运输和保存;硅胶管应在干燥器内保存;双乙烯酮在15℃下至少可保存3d;在室温下,丙酮、丁酮样品可保存8d;甲基异丁基甲酮样品可保存9d。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理:将采过样的活性炭管或硅胶管放入热解吸器中,进气口端连接100mL注射器,出气口端与载气相连。载气流量为50mL/min,解吸温度为350℃(双乙烯酮可为300℃),解吸100mL。解吸气供测定。若解吸气体浓度超过测定范围,可用清洁空气稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

4.5.2 标准曲线的制备:用清洁空气稀释标准气(在30℃~35℃保温10min)成0.0μg/mL、0.20μg/mL、0.40μg/mL、1.0μg/mL和2.0μg/mL丙酮、丁酮、甲基异丁基甲酮或双乙烯酮标准系列。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分别对丙酮、丁酮、甲基异丁基甲酮或双乙烯酮浓度(μg/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的解吸气,测得的峰高或峰面积值后,由标准曲线得丙酮、丁酮、甲基异丁基甲酮或双乙烯酮的浓度(μg/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)计算空气中丙酮、丁酮、甲基异丁基甲酮或双乙烯酮的浓度。

$$C = \frac{100c}{V_0 D} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

C ——空气中丙酮、丁酮、甲基异丁基甲酮或双乙烯酮的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

c ——测得解吸气体中丙酮、丁酮、甲基异丁基甲酮或双乙烯酮的浓度(减去样品空白)数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

100——解吸气的体积数值,单位为毫升(mL);

D ——解吸效率,单位为%;

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 本法的最低检出浓度:丙酮和丁酮为0.06 mg/m^3 ,甲基异丁基甲酮为0.2 mg/m^3 ,双乙烯酮为1.4 mg/m^3 (以采集1.5L空气样品计)。测定范围:丙酮和丁酮为0.06 mg/m^3 ~133 mg/m^3 ,甲基异丁基甲酮为0.2 mg/m^3 ~133 mg/m^3 ,双乙烯酮为1.4 mg/m^3 ~133 mg/m^3 。相对标准偏差为3.7%~4.9%。

4.7.2 100mg活性炭的穿透容量:丁酮>14.6mg,甲基异丁基甲酮为32.8mg,500mg硅胶的平均穿透容量双乙烯酮为0.58mg。平均解吸效率:丁酮为85.6%,甲基异丁基甲酮为96.9%,双乙烯酮为92.8%。每批活性炭管和硅胶管必须测定其解吸效率。

4.7.3 现场空气中共存的乙酸和乙酸酐,不干扰双乙烯酮的测定;若有乙烯酮存在,则干扰测定。苯、甲苯、丙酮、乙酸乙酯、三氯乙烯等不干扰丙酮、丁酮和甲基异丁基甲酮的测定。

4.7.4 甲基异丁基甲酮的解吸气体和本法配制的标准气应放在30℃~35℃恒温箱内,以防器壁吸附。

4.7.5 本法可使用相应的填充管或毛细管色谱柱。

4.7.6 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。

5 异佛尔酮的溶剂解吸-气相色谱法

5.1 原理

空气中的异佛尔酮用活性炭管采集,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。

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 0mL/min~500mL/min。

5.2.3 溶剂解吸瓶:5mL。

5.2.4 微量注射器:10 μ L。

5.2.5 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 0.53mm \times 0.25 μ m FFAP;

柱 温:160 $^{\circ}$ C;

汽化室温度:250 $^{\circ}$ C;

检测室温度:250 $^{\circ}$ C;

载气(氮气):流量 2.9mL/min;

分 流 比:2:1。

5.3 试剂

5.3.1 异佛尔酮:色谱纯。

5.3.2 二硫化碳:色谱鉴定无干扰色谱峰。

5.3.3 标准溶液:于 10mL 容量瓶中,加入少量二硫化碳,准确称量后,加入一定量的异佛尔酮,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,在 4 $^{\circ}$ C 冰箱内储存。临用前,用二硫化碳稀释成 0.5mg/mL 异佛尔酮标准溶液。

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

5.4.2 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 4 $^{\circ}$ C 冰箱中可保存 10d。

5.5 分析步骤

5.5.1 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 二硫化碳,封闭后,不时振摇,解吸 30min,解吸液供测定。若样品中异佛尔酮浓度超过测定范围,可用二硫化碳稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

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、25 μ g/mL、50 μ g/mL、100 μ g/mL、200 μ g/mL、400 μ g/mL 异佛尔酮标准系列。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异佛尔酮浓度绘制标准曲线。

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解吸液,测得的样品峰高或峰面积值后,由标准曲线得异佛尔酮的浓度。

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)计算空气中异佛尔酮的浓度。

$$c = \frac{(c_1 + c_2)V}{V_0 D} \quad (4)$$

式中:

c ——空气中异佛尔酮的浓度数值,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异佛尔酮的浓度(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);

D ——解吸效率,单位为%。

5.7 说明

5.7.1 本法的检出限为 $0.04\mu\text{g}/\text{mL}$;最低检出浓度为 $0.016\text{mg}/\text{m}^3$ (以采集 2.5L 空气样品计);测定范围为 $0.04\mu\text{g}/\text{mL} \sim 200\mu\text{g}/\text{mL}$;相对标准偏差为 $0.65\% \sim 3.48\%$ 。

5.7.2 平均解吸效率为 91% 。每批活性炭管应测定其解吸效率。

5.7.3 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。

5.7.4 本法平均采样效率为 100% 。吸附容量 12.9mg 。采样后,样品在冰箱下可保存 10d 。

5.7.5 共存物丙酮、二异丁基甲酮、环己酮等,不干扰本法的测定。

5.7.6 异佛尔酮共存物的分离参考图谱见图 1。

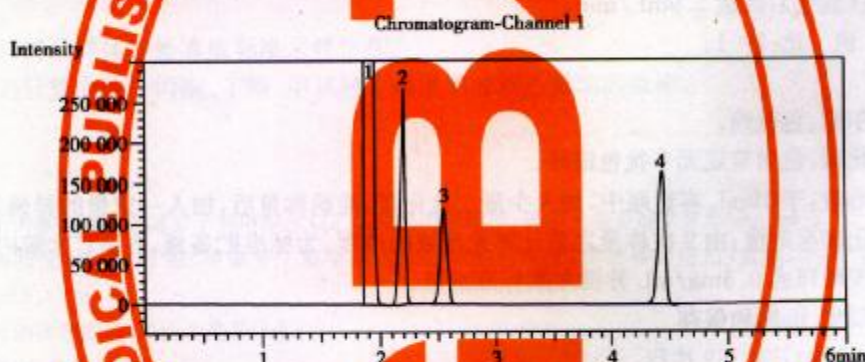


图 1 异佛尔酮共存物的分离图

1——二氧化碳;2——二异丁基甲酮;3——环己酮;4——异佛尔酮

6 二异丁基甲酮的溶剂解吸-气相色谱法

6.1 原理

空气中蒸气态二异丁基甲酮用活性炭管采集,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。

6.2 仪器

6.2.1 活性炭管:溶剂解吸型,内装 $100\text{mg}/50\text{mg}$ 活性炭。

6.2.2 空气采样器:流量 $0\text{mL}/\text{min} \sim 500\text{mL}/\text{min}$ 。

6.2.3 溶剂解吸瓶: 5mL 。

6.2.4 微量注射器: $10\mu\text{L}$ 。

6.2.5 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: $30\text{m} \times 0.53\text{mm} \times 0.25\mu\text{m}$ FFAP;

柱温:120℃;
汽化室温度:250℃;
检测室温度:250℃;
载气(氮气)流速:2.6mL/min;
分流比:4:1。

6.3 试剂

6.3.1 二异丁基甲酮:色谱纯。

6.3.2 解吸液:二硫化碳,色谱鉴定无干扰色谱峰。

6.3.3 标准溶液:于10mL容量瓶中,加入少量解吸液,准确称量后,加入一定量的二异丁基甲酮,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℃冰箱内储存。临用前,用解吸液稀释成5.0mg/mL二异丁基甲酮标准溶液。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200mL/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30mL/min流量采集2h~8h空气样品。

6.4.3 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。

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。样品在4℃冰箱中可保存14d。

6.5 分析步骤

6.5.1 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二硫化碳,封闭后,不时振摇,解吸30min,解吸液供测定。若样品中二异丁基甲酮浓度超过测定范围,可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:用解吸液稀释标准溶液成0.0μg/mL、200μg/mL、400μg/mL、800μg/mL、1600μg/mL、3200μg/mL二异丁基甲酮标准系列。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1.0μL,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二异丁基甲酮浓度(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,由标准曲线得二异丁基甲酮的浓度(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)计算空气中二异丁基甲酮的浓度。

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

式中:

c ——空气中二异丁基甲酮的浓度数值,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二异丁基甲酮的浓度(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)。

6.6.3 时间加权平均接触浓度按照GZ159计算。

6.7 说明

6.7.1 本法的检出限为0.40μg/mL;最低检出浓度为0.13mg/m³(以采集3L空气样品计);测定范围为0.4μg/mL~1600μg/mL;相对标准偏差为0.81%~1.35%。

6.7.2 本法的解吸效率为95%~97%。

6.7.3 本法采样效率为 98.9%~100%。穿透容量 6.3mg。

6.7.4 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。

6.7.5 共存物丙酮、异佛尔酮等不干扰本法的测定。

6.7.6 二异丁基甲酮共存物分离参考色谱图见图 2。

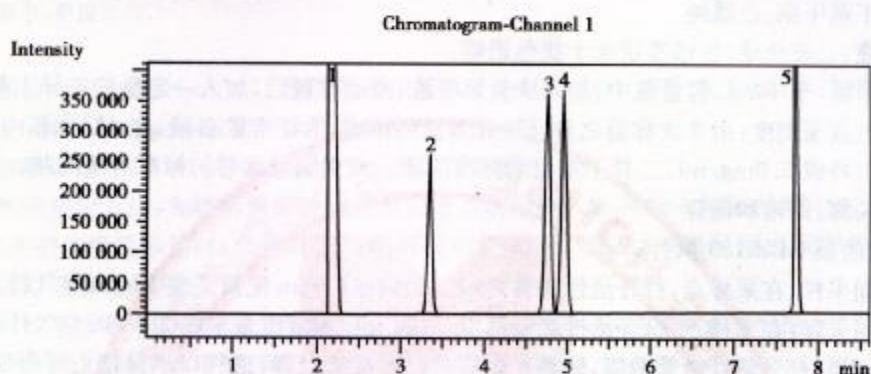


图 2 二异丁基甲酮共存物分离图

1——二硫化碳；2——二异丁基甲酮；3——环己酮；4——甲基环己酮；5——异佛尔酮

7 二乙基甲酮的溶剂解吸-气相色谱法

7.1 原理

空气中二乙基甲酮用活性炭管采集，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。

7.2 仪器

7.2.1 活性炭管：溶剂解吸型，内装 100mg/50mg 活性炭。

7.2.2 空气采样器：流量 0mL/min~500mL/min。

7.2.3 溶剂解吸瓶：5mL。

7.2.4 微量注射器：1 μ L、10 μ L、100 μ L。

7.2.5 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 0.53mm \times 1.0 μ m，FFAP 毛细管柱；

柱 温：95 $^{\circ}$ C；

汽化室温度：150 $^{\circ}$ C；

检测室温度：270 $^{\circ}$ C；

进样 模式：不分流进样；

载气(氮气)流量：4.0mL/min。

7.3 试剂

7.3.1 二乙基甲酮：色谱纯。

7.3.2 解吸液：二硫化碳，色谱鉴定无干扰色谱峰。

7.3.3 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 123 μ L 二乙基甲酮(色谱纯，20 $^{\circ}$ C 时 1 μ L 二乙基甲酮质量为 0.813mg)，用二硫化碳稀释至刻度，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 5.0mg/mL 二乙基甲酮标准溶液。

7.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

- 7.4.1 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。
 7.4.2 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。
 7.4.3 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 50mL/min 流量采集 2h~8h 空气样品。
 7.4.4 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 5d。

7.5 分析步骤

7.5.1 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,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。若样品中二乙基甲酮浓度超过测定范围,可用二硫化碳稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

7.5.2 标准曲线的绘制:用二硫化碳稀释标准溶液成 0.0 μ g/mL、625 μ g/mL、1 250 μ g/mL、2 500 μ g/mL、5 000 μ g/mL 二乙基甲酮标准系列。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二乙基甲酮浓度(μ g/mL)绘制标准曲线。

7.5.3 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,测得的样品和样品空白的峰高或峰面积值,由标准曲线得二乙基甲酮的浓度(μ g/mL)。

7.6 计算

7.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

7.6.2 按式(6)计算空气中乙基甲酮的浓度。

$$c = \frac{(c_1 + c_2)V}{V_0 D} \times 100 \quad (6)$$

式中:

c ——空气中乙基甲酮的浓度数值,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二乙基甲酮的浓度数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——解吸液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——标准采样体积的数值,单位为升(L);

D ——解吸效率,单位为%。

7.6.3 时间加权平均接触浓度按照 GBZ 159 规定计算。

7.7 说明

7.7.1 本法的检出限为 33 μ g/mL;最低检出浓度为 22 mg/m^3 (以采集 1.5L 空气样品计)。测定范围为 33 μ g/mL~5 000 μ g/mL,相对标准偏差为 2.7%~6.1%。

7.7.2 二乙基甲酮的采样效率为 100%,平均解吸效率为 81.9%,穿透容量大于 20mg。

7.7.3 每批活性炭管应测定其解吸效率。

7.7.4 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。

7.7.5 现场空气中共存的丙酮、丁酮、庚酮-4、二异丁基甲酮不干扰测定。

7.7.6 二乙基甲酮共存物分离参考色谱图见图 3。

8 2-己酮的溶剂解吸-气相色谱法

8.1 原理

空气中的 2-己酮用活性炭管采集,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。

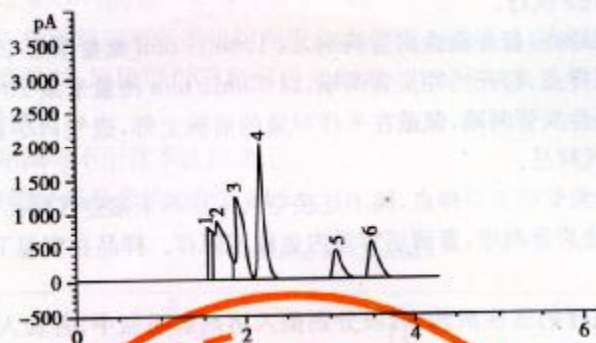


图3 二乙基甲酮共存物分离色谱图

1—二硫化碳;2—丙酮;3—丁酮;4—二乙基甲酮;5—庚酮;6—二异丁基甲酮

8.2 仪器

8.2.1 活性炭管:溶剂解吸型,内装100mg/50mg活性炭。

8.2.2 空气采样器,流量0mL/min~500mL/min。

8.2.3 溶剂解吸瓶,5mL。

8.2.4 微量注射器,10 μ L。

8.2.5 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:15m \times 0.32mm \times 0.25 μ m FFAP;

柱温:初始60 $^{\circ}$ C,保持1min,以10 $^{\circ}$ C/min升温至80 $^{\circ}$ C,保持1min;

进样口温度:250 $^{\circ}$ C;

检测器温度:250 $^{\circ}$ C;

分流比:10:1;

载气(氮气)压力2.78psi。

8.3 试剂

8.3.1 二硫化碳:色谱纯。

8.3.2 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25 μ L 2-己酮(色谱纯;25 $^{\circ}$ C,1 μ L 2-己酮质量为0.8072mg),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。

8.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照GBZ159执行。

8.4.1 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。

8.4.2 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。

8.4.3 个体采样:在采样点,打开活性炭管两端,佩带在监测对象的前胸上部。进气口尽量接近呼吸带,以50mL/min流量采集2h~8h。

8.4.4 样品空白:将活性炭管带到采样现场,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。

8.5 分析步骤

8.5.1 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。解吸液供分析。若样品中2-己酮浓度超过测定范围,可用二硫化碳稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

8.5.2 标准曲线的绘制:用二硫化碳稀释标准溶液成0 μ g/mL、50 μ g/mL、100 μ g/mL、200 μ g/mL、

500 $\mu\text{g/mL}$ 、1000 $\mu\text{g/mL}$ 2-己酮的标准系列,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 μL 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对 2-己酮浓度($\mu\text{g/mL}$)绘制标准曲线。

8.5.3 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,由标准曲线得 2-己酮的浓度($\mu\text{g/mL}$)。

8.6 计算

8.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

8.6.2 按式(7)计算空气 2-己酮的浓度。

$$c = \frac{(c_1 + c_2)V}{V_0} \quad (7)$$

式中:

c ——空气中 2-己酮的浓度数值,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

c_1, c_2 ——分别为样品前、后段活性炭解吸液中 2-己酮的浓度数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——样品解吸液的体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——标准采样体积的数值,单位为升(L);

8.6.3 时间加权平均容许浓度按 GBZ159 规定计算。

8.7 说明

8.7.1 本法的检出限为 0.65 $\mu\text{g/mL}$,最低检出浓度为 0.15 mg/m^3 (以采集 4.5L 空气样品计)。

8.7.2 本法测定范围为 0.65 $\mu\text{g/mL}$ ~480 $\mu\text{g/mL}$,相对标准偏差 $<5.3\%$ 。

8.7.3 活性炭管的采样效率接近 100%;100mg 活性炭对 2-己酮的穿透容量为 22.0mg。

8.7.4 活性炭管采集 2-己酮的平均解吸效率为 98.4%,每批活性炭管必需测定其解吸效率。

8.7.5 样品解吸测定方法: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。

8.7.6 本法可采用相同极性的毛细管色谱柱

8.7.7 空气中与 2-己酮(甲基正丁基甲酮)共存的甲基异丁基甲酮、苯、甲苯、二甲苯等对测定不干扰。

8.7.8 2-己酮共存物分离参考色谱图见图 4。



图 4 2-己酮共存物分离色谱图

1——二硫化碳;2——丁酮;3——苯;4——甲基异丁基甲酮;5——甲苯;

6——2-己酮(甲基正丁基甲酮);7,8——二甲苯