

ICS 13.100
C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.61—2004

工作场所空气有毒物质测定
酰基卤类化合物

Methods for determination of acyl halides
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酰基卤类化合物[包括光气(炭酰氯,Phosgene)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。同时替代GBZ/T 16077—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:上海市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人:孙惠琴。

工作场所空气有毒物质测定

酰基卤类化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中酰基卤类化合物浓度的方法。

本标准适用于工作场所空气中酰基卤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 光气的紫外分光光度法

3.1 原理

空气中光气用苯胺溶液采集,并反应生成 1,3-二苯基脲,在酸性溶液中,用混合溶剂提取后,于 257nm 波长下,测量吸光度,进行定量。

3.2 仪器

3.2.1 多孔玻板吸收管。

3.2.2 空气采样器,流量 0~3L/min。

3.2.3 分液漏斗,60ml。

3.2.4 紫外分光光度计,石英比色杯。

3.3 试剂

实验用水为重蒸馏水,试剂为分析纯。

3.3.1 吸收液:0.25g/L 的苯胺溶液,置 4℃ 冰箱内保存。

3.3.2 硫酸, $\rho_{20}=1.84\text{g/ml}$ 。

3.3.3 混合提取液:正己烷:二氯甲烷:异戊醇=5:5:1。

3.3.4 标准溶液:准确称取 0.0215g 1,3-二苯基脲,溶于甲醇,定量转移入 50ml 容量瓶中,并稀释至刻度,此溶液相当于 200 $\mu\text{g/ml}$ 的光气,为标准贮备液。临用前,用吸收液稀释成 1.0 $\mu\text{g/ml}$ 光气标准溶液。置冰箱内保存。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 样品采集:在采样点,串联两只各装有 10.0ml 吸收液的多孔玻板吸收管,以 500ml/min 流量采集 15min 空气样品。

3.4.2 样品空白:将装有 10ml 吸收液的多孔玻板吸收管带至采样点,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,立即封闭吸收管的进出气口,置清洁容器内运输和保存。当天测定完毕。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品处理:用吸收管中的吸收液洗涤进气管内壁 3 次;将两只吸收管中的吸收液吹入同一分液

漏斗中,用 5ml 吸收液洗涤两只吸收管 2~3 次,洗涤液吹入分液漏斗中,供测定。

3.5.2 标准曲线的绘制:在 6 只分液漏斗中,分别加入 0.0、1.5、3.0、6.0、12.0 和 24.0ml 光气标准溶液,加入吸收液至 25.0ml,配成相当于 0.0、1.5、3.0、6.0、12.0 和 24.0 μg 光气标准系列。向各标准管徐徐加入 0.5ml 硫酸,摇匀;放冷至室温,加入 10ml 混合提取液,用力振摇 1min,放置分层后,弃去水层;通过脱脂棉,将混合提取液放入石英比色杯中。在 257nm 波长下测量吸光度,每个浓度重复测定 3 次,以吸光度均值对光气含量(μg)绘制标准曲线。

3.5.3 样品测定:用测定标准管的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液,测得的吸光度值后,由标准曲线得光气的含量(μg)。

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)计算空气中光气的浓度:

$$C = \frac{m}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- C ——空气中光气的浓度, mg/m^3 ;
- m ——测得样品溶液中光气的含量(减去样品空白), μg ;
- V_0 ——标准采样体积,L。

3.7 说明

3.7.1 本法的检出限为 0.05 $\mu\text{g}/\text{ml}$;最低检出浓度为 0.07 mg/m^3 (以采集 7.5L 空气样品计)。测定范围为 0.05~1 $\mu\text{g}/\text{ml}$;相对标准偏差为 0.57%~2.4%。

3.7.2 本法的平均采样效率>99.8%。

3.7.3 提取前,酸度对测定结果影响大,加 0.5ml 硫酸较合适。

3.7.4 氯甲酸甲酯、氯甲酸乙酯和氯化氢对本法干扰,100 μg 以上苯酚和氯气和 5 μg 以上氯苯干扰本法。

3.7.5 苯胺溶液应用新蒸馏的苯胺配置。