

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.56—2004

工作场所空气有毒物质测定 脂环酮和芳香族酮类化合物

Methods for determination of cyclic and aromatic ketones
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脂环酮和芳香族酮类化合物[包括环己酮(Cyclohexanone)甲基环己酮(Methyl cyclohexanone)和异佛尔酮(3,5,5-三甲基-2-环己烯-1-酮,Isophorone)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 17073—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:广东省职业病防治院。

本标准主要起草人:叶能权等。

工作场所空气有毒物质测定 脂环酮和芳香族酮类化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中脂环酮和芳香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环酮和芳香族酮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 环己酮的溶剂解吸—气相色谱法

3.1 原理

空气中的环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 0~500ml/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:150 $^{\circ}$ C;

汽化室温度:200 $^{\circ}$ C;

检测室温度:200 $^{\circ}$ 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,60~80 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,加入适量环己酮(色谱纯),再准确称量;加二硫化碳至刻度,由 2 次称量之差计算其浓度,为标准溶液。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 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。若解吸液中待测物的浓度超过测定范围,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、10、50、250、500和1000 $\mu\text{g/ml}$ 环己酮标准系列。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 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均值分别对环己酮浓度($\mu\text{g/ml}$)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,由标准曲线得环己酮的浓度($\mu\text{g/ml}$)。

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,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)计算空气中环己酮的浓度:

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

式中:

C ——空气中环己酮的浓度, mg/m^3 ;

c_1, c_2 ——测得前后段活性炭解吸液中环己酮的浓度(减去样品空白), $\mu\text{g/ml}$;

v ——解吸液的体积,ml;

V_0 ——换算成标准采样体积,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0.5 $\mu\text{g/ml}$;最低检出浓度为0.33 mg/m^3 (以采集1.5L空气样品计);测定范围为10~1000 $\mu\text{g/ml}$;相对标准偏差为1.0%~2.3%。

3.7.3 100mg活性炭的平均穿透容量为8.9mg。平均解吸效率为88.6%。每批活性炭管应测定解吸效率。

3.7.4 本法可用Chromosorb WAW DMCS代替6201担体;也可使用相应的毛细管色谱柱。