

C 52



GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.65—2004

20042221

工作场所空气中
卤代脂肪族酯类化合物测定方法

Methods for determination of halogenated aliphatic esters
in the air of workplace



2004年5月21日发布

2004年12月1日实施

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卤代脂肪族酯类[包括氯乙酸甲酯(Methyl chloroacetate)和氯乙酸乙酯(Ethyl chloroacetate)]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。

本标准首次发布于1996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:湖北省疾病预防控制中心。

本标准主要起草人:邵生文和梁禄。

工作场所空气中 卤代脂肪族酯类测定方法

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中卤代脂肪族酯类化合物浓度的方法。

本标准适用于工作场所空气中卤代脂肪族酯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 氯乙酸甲酯和氯乙酸乙酯的溶剂解吸-气相色谱法

3.1 原理

空气中的氯乙酸甲酯和氯乙酸乙酯用活性炭管采集，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。

仪器操作条件

色 谱 柱：2m $\times$ 3mm，FFAP :6201 红色担体 = 10:100；

柱 温：110 $^{\circ}$ C；

汽化室温度：170 $^{\circ}$ C；

检测室温度：170 $^{\circ}$ C；

载气（氮气）流量：25ml/min。

3.3 试剂

3.3.1 二硫化碳，色谱鉴定无干扰色谱峰。

3.3.2 FFAP，色谱固定液。

3.3.3 6201 红色担体，60~80目。

3.3.4 标准溶液：于10ml 容量瓶中，加入约5ml 二硫化碳，准确称量后，加入数滴氯乙酸甲酯或氯乙酸乙酯，再准确称量；加二硫化碳至刻度；由两次称量之差计算出浓度，为标准贮备液。置冰箱保存。临用前，用二硫化碳稀释成100.0 μ g/ml 氯乙酸甲酯和氯乙酸乙酯标准溶液。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200ml/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：打开活性炭管两端；佩戴在采样对象的前胸上部，进气口向上，尽量接近呼吸带，以50ml/min 流量采集2~8h 空气样品。

采样后，立即封闭活性炭管两端，置清洁容器中运输和保存。在室温下至少可保存14d。

3.5 分析步骤

3.5.1 对照试验：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，作为样品的空白对照。

3.5.2 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。解吸液供测定。若解吸液中氯乙酸甲酯和氯乙酸乙酯浓度超过测定范围，可用二硫化碳稀释后测定，计算结果时乘以稀释倍数。

3.5.3 标准曲线的绘制：用二硫化碳稀释标准溶液成0.0、5.0、10.0和20.0μg/ml 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氯乙酸甲酯或氯乙酸乙酯浓度(μg/ml)绘制标准曲线。

3.5.4 样品测定：用测定标准管的操作条件测定样品和空白对照解吸液，测得的样品峰高或峰面积值减去空白对照的峰高或峰面积值后，由标准曲线得氯乙酸甲酯和氯乙酸乙酯的浓度(μg/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：

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

式中：V₀ — 标准采样体积，L；

V — 采样体积，L；

t — 采样点的温度，℃；

P — 采样点的大气压，kPa。

3.6.2 按式（2）计算空气中氯乙酸甲酯或氯乙酸乙酯的浓度：

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

式中：C — 空气中氯乙酸甲酯或氯乙酸乙酯的浓度，mg/m³；

c₁, c₂ — 测得前后段活性炭解吸液中氯乙酸甲酯或氯乙酸乙酯的浓度，μg /ml；

v — 解吸液的总体积，ml；

D — 解吸效率，%；

V₀ — 标准采样体积，L。

3.6.3 时间加权平均容许浓度按GBZ 159规定计算。

3.7 说明

3.7.1 本法的检出限：氯乙酸甲酯为2.8μg/ml，氯乙酸乙酯为1.9μg/ml；最低检出浓度：氯乙酸甲酯为0.9mg/m³，氯乙酸乙酯为0.6mg/m³（以采集3L空气样品计）。测定范围：氯乙酸甲酯为2.8~20μg/ml，氯乙酸乙酯为1.9~20μg/ml。相对标准偏差：氯乙酸甲酯为3.1%~7.3%，氯乙酸乙酯为2.6%~3.3%。

3.7.2 本法的采样效率>99%。100mg活性炭的穿透容量：氯乙酸甲酯>6.8mg,氯乙酸乙酯>24.1mg。平均解吸效率：氯乙酸甲酯为97.3%，氯乙酸乙酯为97.0%。每批硅胶管应测定解吸效率。

3.7.3 本法可使用相应的毛细管色谱柱。