

C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T160.82—2007

工作场所空气有毒物质测定 醇醚类化合物

Methods for determination of alcoholic ethers
in the air of workplace

2007-6-13 发布

2007-11-30 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醇醚类化合物二丙基乙二醇甲基醚(dipropylene glycol methylether)的浓度。本方法为新建立的标准方法。

本标准从2007年11月30日起实施。

本标准由中华人民共和国卫生部卫生法制与监督司提出。

本标准起草单位:北京市预防医学研究中心

本标准主要起草人:宋景平、陶雪和季永平

工作场所空气中有毒测定醇醚类化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中醇醚类浓度的方法。

本标准适用于工作场所空气中蒸汽态醇醚类浓度的测定。

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。

GBZ159 工作场所空气中有害物质监测采样规范。

3 二丙基基乙二醇甲基醚气相色谱法

3.1 原理

空气中蒸汽态二丙基基乙二醇甲基醚用活性炭管采集，5%甲醇二氯甲烷解吸，经 FFAP 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。

3.2 仪器

3.2.1 活性炭管，溶剂解吸型，内装 100 / 50mg 活性炭。

3.2.2 空气采样器，流量 0~500 ml / min。

3.2.3 溶剂解吸瓶，2ml。

3.2.4 微量注射器，10 μ l。

3.2.5 气相色谱仪，配备氢火焰离子化检测器。

仪器操作参考条件

色 谱 柱：3m \times 4mm 玻璃柱，FFAP:ChromosorbWAW-DMCS = 10:100

柱 温：150 $^{\circ}$ C

汽化室温度：210 $^{\circ}$ C

检测室温度：210 $^{\circ}$ C

载气（氮气）流量：40ml/min

3.3 试剂

3.3.1 解吸液：5%甲醇二氯甲烷溶液（优级纯）。

3.3.2 FFAP 色谱固定液。

3.3.3 ChromosorbWAW-DMCS 担体：40~60 目。

3.3.4 二丙基基乙二醇甲基醚，色谱纯。

3.3.5 标准溶液：于 10ml 容量瓶中，加 5ml 解吸液，准确称量，加一定量二丙基基乙二醇甲基醚，再准确称量；加解吸液至刻度，混匀。由 2 次称量之差计算此液的浓度，为二丙基基乙二醇甲基醚标准溶液。

3.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ159 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：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：将采样管带至采样点，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，立即用塑料帽封活性炭管两端，置于清洁的容器内运输和保存。样品在室温可保存 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 1.0 ml 解吸液；不时振摇，解吸 30 min。解吸液供测定。若样品中二丙烯基乙二醇甲基醚浓度超过测定范围，可用解吸液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 标准曲线的绘制：临用前，用解吸液稀释标准溶液成 0、200、400、800、1500、3000 $\mu\text{g/ml}$ 二丙烯基乙二醇甲基醚标准系列。参照仪器条件，将气相色谱调节至最佳操作条件，各进样 1.0 μl ，每个浓度重复测定 3 次，取峰高或峰面积的均值对二丙烯基乙二醇甲基醚的浓度 ($\mu\text{g/ml}$) 绘制标准曲线。

3.5.3 样品测定：用测定标准系列的条件下，测定样品和样品空白解吸液，将异构体的峰面积相加，由标准曲线查得二丙烯基乙二醇甲基醚的浓度 ($\mu\text{g/ml}$)。

3.6 计算

3.6.1 参照式(1)将采样体积换算成标准采样体积 V_0 。

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

式中： V_0 — 换算成的标准采样体积，L；

V — 采样体积，L；

t — 采样地点的气温， $^{\circ}\text{C}$ ；

P — 采样地点大气压，kPa。

3.6.2 按式(2)计算空气中二丙烯基乙二醇甲基醚的浓度， mg/m^3 。

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

式中： C — 空气中二丙烯基乙二醇甲基醚的浓度， mg/m^3 ；

c_1, c_2 — 分别为前后段活性炭解吸液中二丙烯基乙二醇甲基醚的浓度(减去样品空白)， $\mu\text{g/ml}$ ；

v — 解吸液的体积，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照 GBZ159 计算。

3.7 说明

3.7.1 本法检出限为 8.9 $\mu\text{g/ml}$ ，最低检出浓度为 5.9 mg/m^3 （以采集 1.5L 空气样品计），测定范围为 8.9~3040 $\mu\text{g/ml}$ 。相对标准偏差为 4.0~5.3 %。

3.7.2 100mg 活性炭对二丙烯基乙二醇甲基醚的穿透容量 42 mg。采样效率为 95 %。

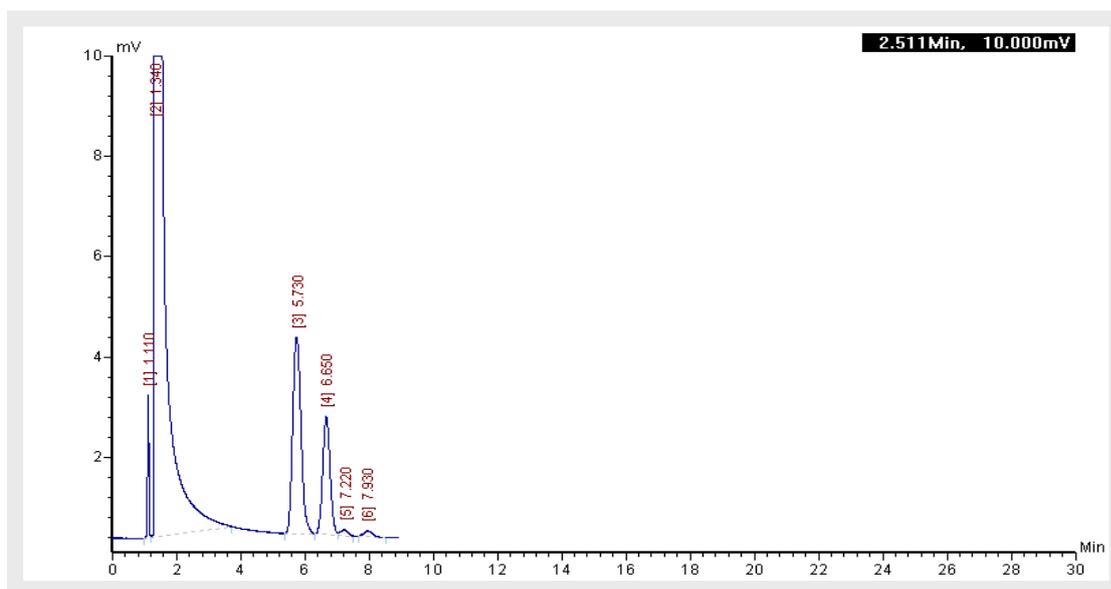
3.7.3 解吸效率为 93.6~99.1%。每批活性炭管应测定其解吸效率。

3.7.4 共存物不干扰本法的测定。

3.7.5 样品解吸和测定方法：先将固体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。

3.7.6 本法可以使用相应的毛细管色谱柱。

3.7.7 本法的标准色谱图附下：



工作场所空气中二丙烯基乙二醇甲基醚测定方法

编制说明

1 国内外情况

我国卫生标准“工作场所有害因素职业接触限值”中(GBZ2)二丙烯基乙二醇甲基醚时间加权平均容许浓度和短时间接触容许浓度分别为 $600\text{mg}/\text{m}^3$ 和 $900\text{mg}/\text{m}^3$,与之配套的监测检验方法尚未制定,国内也未见有关报道。

美国(ACGIH)时间加权平均容许浓度(TWA)为 100ppm ,短时间接触容许浓度(STEL)为 150ppm 。美国 OSHA^(5.1)和 NIOSH^(5.2)报导相应的测定方法。

为评价工作场所空气质量,了解二丙烯基乙二醇甲基醚的浓度,避免职业危害发生,需建立工作场所空气中二丙烯基乙二醇甲基醚的监测方法。本法参考国内外的有关的监测方法,按照我国《车间空气中有毒物质测定研究规范》^(5.3)的要求,研制了用活性炭管采集、气相色谱测定二丙烯基乙二醇甲基醚的方法。

2 采用本方法的理由

2.1 理化性质:二丙烯基乙二醇甲基醚分子式 $\text{C}_7\text{H}_{16}\text{O}_3$,分子量 148.20,密度 0.951,沸点 188°C 。CAS 编号: 34590-94-8。

2.2 二丙烯基乙二醇甲基醚在空气中主要以蒸气状态存在。在生产现场共存物为 1,2-环氧丙烷、甲醇。

2.3 采样方法的采用理由:本法采用活性炭管采集二丙烯基乙二醇甲基醚是因为其在空气中以蒸气状态存在,而活性炭对空气中蒸气态有机化合物具有较高的吸附效率,且活性炭管具有采样方便,吸收容量大,能满足长时间采样等特点。

2.4 样品处理方法:采用活性炭吸附二丙烯基乙二醇甲基醚,使用二硫化碳解吸,解吸效率为 89%,用 5%甲醇二氯甲烷解吸,解吸效率为 98.0%。

2.5 测定方法:色谱条件选择

配制 $1525\mu\text{g}/\text{ml}$ 二丙烯基乙二醇甲基醚标准溶液,分别做了氢气、氮气、空气流速、柱温选择。二丙烯基乙二醇甲基醚结构有四种异构体,经气相色谱-质谱定性及文献报道:为 (1)1-(2-methoxy-1-methylethoxy)-2-propanol:(69.3%),(2)1-(2-methoxy-2-methylethoxy)-2-propanol:(27.8%),(3)2-(2-methoxy-1-methylethoxy)-1-propanol(1.4%),(4)2-(2-methoxy-2-methylethoxy)-1-propanol:(1.1%)。经过测试,最佳实验条件氢气流速: $50\text{ml}/\text{min}$ 、氮气流速: $40\text{ml}/\text{min}$ 、空气流速: $500\text{ml}/\text{min}$ 。柱温在 150°C 时,异构体达到最佳分离。在进行计算时,应将异构体的峰面积相加。

二丙烯基乙二醇甲基醚可采用毛细管柱分离测定。色谱柱: FFAP, $30\text{ m}\times 0.53\text{ mm}\times 0.5\mu\text{m}$ 。柱温: 110°C ,进样口:分流比 5:1, 180°C ,检测室: 180°C 。

2.6 本方法为引进国外监测方法。

3 影响本法的几个重要因素

本法用活性炭管采集空气中二丙烯基乙二醇甲基醚,采样效率接近 100%。但当现场湿度过大,以致在炭管中形成雾滴时,将严重影响采样的可靠性。此时可在采样管前连接适宜的干燥管;因二丙烯基乙二醇甲基醚存在异构体,所以在进行计算时,应将异构体的峰面积相加。

4 本法的可行性

4.1 本法的各项性能指标符合职业卫生监测的要求。

4.2 应用本法进行现场监测,可正确反映现场实际情况,证明本法可行。

4.3 本法使用的仪器设备、采样器材和实验条件等,国内职业卫生监测实验室都已具备。

5 参考文献

5.1 OSHA Salt Lake Technical Center:Organic Methods Evaluation Branch, Ut84165-0200 1993, Salt Lake Cily.

5.2 *Documentation of the NIOSH Validation Tests*"; U.S. Department of Health and Human Services, Public Health Service, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, Division of Physical Sciences and Engineering; Cincinnati, OH, 1977, Backup Data Report No. S69, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-185.

5.3 WS/T73 -1996 车间空气中有毒物质测定研究规范。