

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.88—2017
部分代替 GBZ/T 160.48—2007

工作场所空气有毒物质测定 第 88 部分：氯乙醇和 1,3-二氯丙醇

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 88: Ethylene chlorohydrin and 1,3-dichloropropanol

2017 - 11 - 09 发布

2018 - 05 - 01 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本部分为GBZ/T 300的第88部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分由GBZ/T 160.48—2007《工作场所空气有毒物质测定 醇类化合物》中分出，单独成为本部分，并做了如下主要修改：

——修改了标准名称；

——2-氯乙醇的溶剂解吸-气相色谱法改用了毛细管色谱柱；

——增加了待测物的基本信息；

——改进了空气采样和标准系列浓度的表达；

——补充了样品空白要求和方法性能指标。

本部分中的主要起草单位和主要起草人：

——2-氯乙醇的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：辽宁省疾病预防控制中心、浙江省医学科学院。

主要起草人：于秀兰、李玉杰、朱海豹、张海娟。

——1,3-二氯丙醇的溶剂解吸-变色酸分光光度法

主要起草单位：辽宁省疾病预防控制中心。

主要起草人：宋力伟、伊平。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 11524—89 附录A；

——GBZ/T 160.48—2004；

——GBZ/T 160.48—2007。

工作场所空气有毒物质测定

第 88 部分：氯乙醇和 1, 3-二氯丙醇

1 范围

GBZ/T 300 本部分规定了工作场所空气中氯乙醇的溶剂解吸-气相色谱法和 1, 3-二氯丙醇的溶剂解吸-变色酸分光光度法。

本部分适用于工作场所空气中蒸气态氯乙醇和 1, 3-二氯丙醇浓度的检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

GBZ/T 210.4 职业卫生标准制定指南 第4部分：工作场所空气中化学物质的测定方法

3 氯乙醇和 1, 3-二氯丙醇的基本信息

氯乙醇和 1, 3-二氯丙醇的基本信息见表 1。

表 1 氯乙醇和 1, 3-二氯丙醇的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS)	分子式	相对分子质量
2-氯乙醇 (2-Ethylene chlorohydrin)	107-07-3	C ₂ H ₄ ClOH	80.52
1, 3-二氯丙醇 (1, 3-Dichloropropanol)	96-23-1	C ₃ H ₆ Cl ₂ O	128.98

4 氯乙醇的溶剂解吸-气相色谱法

4.1 原理

空气中的蒸气态氯乙醇用活性炭采集，异丙醇-二硫化碳溶液解吸后进样，经气相色谱柱分离，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。

4.2 仪器

4.2.1 活性炭管，溶剂解吸型，内装 100mg/50mg 活性炭。

4.2.2 空气采样器，流量范围为 0mL/min~200mL/min。

4.2.3 溶剂解吸瓶，5mL。

4.2.4 微量注射器。

4.2.5 气相色谱仪，具氢焰离子化检测器，仪器操作参考条件：

- a) 色谱柱：30m×0.32mm×0.5μm，FFAP；
- b) 柱温：140℃；或程序升温：初温 60℃，保持 1min，以 20℃/min 升温至 100℃，保持 1min，再以 30℃/min 升温至 170℃，保持 5min；
- c) 气化室温度：200℃；
- d) 检测室温度：250℃；
- e) 载气(氮)流量：1mL/min；
- f) 分流比：5:1。

4.3 试剂

4.3.1 解吸液（异丙醇-二硫化碳溶液）：用二硫化碳稀释 5mL 异丙醇至 100mL，色谱鉴定无干扰峰。

4.3.2 标准溶液：容量瓶中加入解吸液，准确称量后，加入一定量的氯乙醇，再准确称量，用解吸液定容。由两次称量之差计算溶液的浓度，为标准贮备液。临用前，用解吸液稀释成 800.0μg/mL 氯乙醇标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

4.4 样品的采集、运输和保存

4.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

4.4.2 短时间采样：在采样点，用活性炭管以 100mL/min 流量采集 ≤15min 空气样品。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。

4.4.3 样品空白：在采样点，打开活性炭管两端，并立即封闭，然后同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理：将前后段活性炭分别倒入两支溶剂解吸瓶中，各加入 1.0mL 解吸液溶液，封闭后，解吸 30min，不时振摇。样品溶液供测定。

4.5.2 标准曲线的制备：取 4 支~7 支容量瓶，用解吸液稀释标准溶液成 0.0μg/mL~800.0μg/mL 浓度范围的氯乙醇标准系列。参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，进样 1.0μL，分别测定标准系列各浓度的峰高或峰面积。以测得的峰高或峰面积对相应的氯乙醇浓度(μg/mL)绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应 ≥0.999。

4.5.3 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得的峰高或峰面积值由标准曲线或回归方程得样品溶液中氯乙醇的浓度(μg/mL)。若样品溶液中氯乙醇浓度超过测定范围，用解吸液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

4.6 计算

4.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

4.6.2 按式(1)计算空气中氯乙醇的浓度：

$$C = \frac{(c_1 + c_2)v}{V_0 D} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

C ——空气中氯乙醇的浓度，单位为毫克每立方米 (mg/m³)；

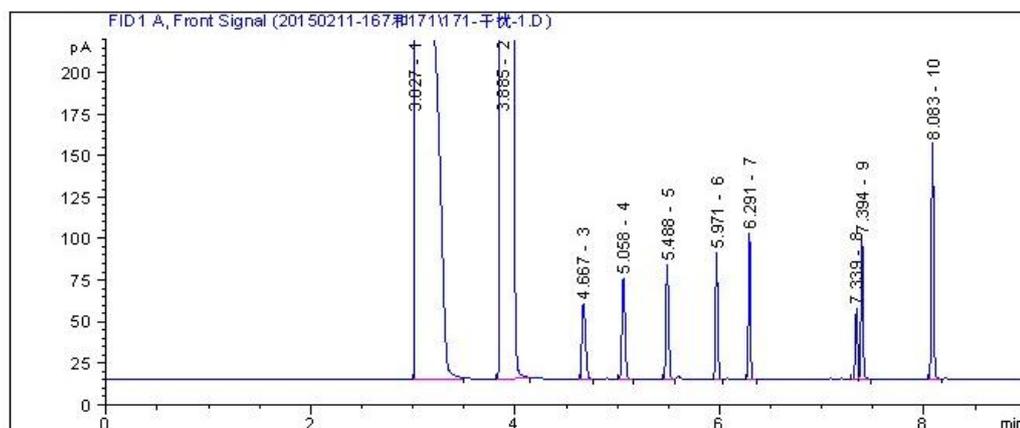
- c_1, c_2 ——测得的前后段样品溶液中氯乙醇的浓度(减去样品空白),单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- v ——样品溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——标准采样体积,单位为升(L);
- D ——解吸效率, %。

4.7 说明

4.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的检出限为 $0.4\mu\text{g/mL}$, 定量下限为 $1.3\mu\text{g/mL}$, 定量测定范围为 $1.3\mu\text{g/mL}\sim 800\mu\text{g/mL}$; 以采集 1.5L 空气样品计, 最低检出浓度为 0.3mg/m^3 , 最低定量浓度为 0.9mg/m^3 ; 相对标准偏差为 $3.3\%\sim 8.3\%$ 。应测定每批活性炭管的解吸效率。

4.7.2 本法也可采用等效的其他气相色谱柱测定。根据测定需要可以选用恒温测定或程序升温测定。

4.7.3 本法的色谱分离图见图 1。由图 1 可见, 2-氯乙醇色谱峰对称且尖锐; 异丙醇、正丙醇、异丁醇、正丁醇、异戊醇、正戊醇、异辛醇等醇类均不干扰 2-氯乙醇的测定。



说明:

- 1——二硫化碳;
- 2——异丙醇;
- 3——正丙醇;
- 4——异丁醇;
- 5——正丁醇;
- 6——异戊醇;
- 7——正戊醇;
- 8——双丙酮醇;
- 9——2-氯乙醇;
- 10——异辛醇。

图 1 色谱分离图

5 1,3-二氯丙醇的溶剂解吸-变色酸分光光度法

5.1 原理

空气中的蒸气态1,3-二氯丙醇用硅胶采集,碳酸钠溶液解吸,经高碘酸氧化生成甲醛,甲醛与变色酸反应生成紫色化合物,用分光光度计在570nm波长下测量吸光度,进行定量。

5.2 仪器

- 5.2.1 硅胶管,溶剂解吸型,内装200mg/100mg硅胶。
- 5.2.2 空气采样器,流量范围为0mL/min~500mL/min。
- 5.2.3 具塞刻度试管,10mL。
- 5.2.4 分光光度计,具1cm比色皿。

5.3 试剂

- 5.3.1 实验用水为蒸馏水,试剂为分析纯。
- 5.3.2 硫酸, $\rho_{20}=1.84\text{g/mL}$ 。
- 5.3.3 解吸液,10g/L碳酸钠溶液。
- 5.3.4 高碘酸钾溶液,15g/L:用10.8mol/L硫酸溶液配制。
- 5.3.5 亚硫酸钠溶液,100g/L。
- 5.3.6 变色酸溶液,20g/L,临用前配制。
- 5.3.7 标准溶液:容量瓶中加入解吸液,准确称量,加入一定量的1,3-二氯丙醇,再准确称量,用解吸液定容。由两次称量之差计算溶液的浓度,为标准贮备液。临用前,用解吸液稀释成50.0 $\mu\text{g/mL}$ 1,3-二氯丙醇标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

5.4 样品的采集、运输和保存

- 5.4.1 现场采样按照GBZ 159执行。
- 5.4.2 短时间采样:在采样点,用硅胶管以200mL/min流量采集15min空气样品。
- 5.4.3 长时间采样:在采样点,用硅胶管以50mL/min流量采集1h~4h空气样品。
- 5.4.4 采样后,立即封闭硅胶管两端,置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存5d。
- 5.4.5 样品空白:在采样点,打开硅胶管两端,并立即封闭,然后同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于2个样品空白。

5.5 分析步骤

- 5.5.1 样品处理:将前后段硅胶分别倒入两支具塞刻度试管中,加入10.0mL解吸液,盖上塞子,但不要盖紧。置沸水浴中90min。取出冷却。取2.0mL样品溶液于另一具塞刻度试管中,供测定。若样品溶液中待测物浓度超过测定范围,用解吸液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。
- 5.5.2 标准曲线的制备:取5支~8支具塞刻度试管,分别加入0.0mL~2.0mL标准溶液,各加解吸液至10.0mL,配成0.0 $\mu\text{g/mL}$ ~10.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围的1,3-二氯丙醇标准系列。将各管置沸水浴中90min,取出冷却。取2.0mL于另一具塞刻度试管中;各加入0.2mL高碘酸钾溶液,摇匀,放置30min;加入0.2mL亚硫酸钠溶液,振摇至无色。若有黄色残留,再滴入1滴亚硫酸钠溶液,振摇至无色。沿管壁徐徐加入3mL硫酸和0.6mL变色酸溶液,摇匀;置沸水浴中20min。取出冷却后,加水至10.0mL,摇匀。用分光光度计在570nm波长下,分别测定标准系列各浓度的吸光度。以测得的吸光度对相应的1,3-二氯丙醇浓度($\mu\text{g/mL}$)绘制标准曲线或计算回归方程,其相关系数应 ≥ 0.999 。
- 5.5.3 样品测定:用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液,测得的吸光度值由标准曲线或回归方程得样品溶液中1,3-二氯丙醇的浓度($\mu\text{g/mL}$)。

5.6 计算

5.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

5.6.2 按式 (2) 计算空气中 1,3-二氯丙醇的浓度:

$$C = \frac{10(c_1 + c_2)}{V_0 D} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C ——空气中1,3-二氯丙醇的浓度,单位为毫克每立方米 (mg/m^3);

10 ——样品溶液的体积,单位为毫升 (mL);

c_1, c_2 ——测得的前后段样品溶液中1,3-二氯丙醇的浓度(减去样品空白),单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_0 ——标准采样体积,单位为升 (L);

D ——解吸效率, %。

5.6.3 空气中的时间加权平均容许浓度 (C_{TWA}) 按 GBZ 159 规定计算。

5.7 说明

5.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的定量下限为 $0.5\mu\text{g}/\text{mL}$, 定量测定范围为 $0.5\mu\text{g}/\text{mL} \sim 10\mu\text{g}/\text{mL}$; 以采集 3L 空气样品计, 最低定量浓度为 $1.7\text{mg}/\text{m}^3$; 相对标准偏差为 $1.4\% \sim 2.6\%$, 采样效率为 100%。

5.7.2 应测定每批硅胶管的解吸效率。