

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.100—2018
部分代替 GBZ/T 160.54—2007

工作场所空气有毒物质测定 第 100 部分：糠醛和二甲氧基甲烷

Determination of toxic substances in workplace air—

Part 100: Furfural and dimethoxymethane

2018 - 07 - 16 发布

2019 - 07 - 01 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布

前 言

本部分为GBZ/T 300《工作场所空气有毒物质测定》的第100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 160.54—2007《工作场所空气有毒物质测定 脂肪族醛类化合物》中分出，单独成为本部分，代替GBZ/ 160.54—2007中第7章糠醛的苯胺分光光度法，做了如下主要修改：

- 修改了标准名称；
- 增加了二甲氧基甲烷的溶剂解吸-气相色谱法；
- 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：

——糠醛的溶液吸收-苯胺分光光度法

主要起草单位：陕西省疾病预防控制中心。

主要起草人：卢庆生、徐方礼。

——二甲氧基甲烷的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：广东省深圳市龙岗区疾病预防控制中心、广东省职业病防治院、广东省深圳市疾病预防控制中心、四川省疾病预防控制中心。

主要起草人：刘渠、蔡志斌、张英、刘丽、李水明、吴邦华、陈卫、杜洪凤。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GBZ/T 160.54—2004；
- GBZ/T 160.54—2007第7章。

工作场所空气有毒物质测定

第 100 部分：糠醛和二甲氧基甲烷

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了测定工作场所空气中糠醛的溶液吸收-苯胺分光光度法和二甲氧基甲烷的溶剂解吸-气相色谱法。

本部分适用于工作场所空气中糠醛和二甲氧基甲烷浓度的检测。

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 糠醛和二甲氧基甲烷的基本信息

糠醛和二甲氧基甲烷的基本信息见表1。

表1 糠醛和二甲氧基甲烷的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
糠醛 (α -呋喃甲醛, Furfural)	98-01-1	C_5H_4OCHO	96.09
二甲氧基甲烷 (甲缩醛, Dimethoxymethane)	109-87-5	$CH_2(OCH_3)_2$	76.10

4 糠醛的溶液吸收-苯胺分光光度法

4.1 原理

空气中的蒸气态和雾态糠醛用装有草酸-磷酸氢二钠溶液的多孔玻板吸收管采集，在乙酸存在下，与苯胺作用生成红色，用分光光度计在530nm波长下测定吸光度，进行定量分析。

4.2 仪器

4.2.1 多孔玻板吸收管。

4.2.2 空气采样器，流量范围为 0L/min~1L/min。

4.2.3 具塞比色管，10mL。

4.2.4 分光光度计，具 1cm 比色皿。

4.3 试剂

4.3.1 实验用水为蒸馏水，试剂为分析纯。

4.3.2 吸收液（草酸-磷酸氢二钠溶液）：25g/L 草酸溶液和 50g/L 磷酸氢二钠溶液等体积混合。

4.3.3 显色剂：用冰乙酸稀释 15.0mL 苯胺（新蒸馏）至 100.0mL。

4.3.4 氯化钠。

4.3.5 标准溶液：容量瓶中加入吸收液，准确称量后，加入一定量的重蒸馏的糠醛，再准确称量，加吸收液至刻度，由两次称量之差计算溶液的浓度，为标准贮备液。临用前，用吸收液稀释成 5.0μg/mL 糠醛标准溶液。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。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。样品应在 24h 内测定。

4.4.3 样品空白：在采样点，打开装有 10.0mL 吸收液的多孔玻板吸收管的进出气口，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：用吸收管中的样品溶液洗涤进气管内壁 3 次后，取 1.0mL 样品溶液于具塞比色管中，加吸收液至 5.0mL，供测定。

4.5.2 标准曲线的制备：取 5 支~8 支具塞比色管，分别加入 0.0mL~1.0mL 标准溶液，加吸收液至 5.0mL，配成 0.0μg/mL~1.0μg/mL 浓度范围的糠醛标准系列。向各标准系列管中加入 0.3g 氯化钠和 5.0mL 显色剂，摇匀后，在 20℃ 避光放置 5min，过滤。用分光光度计在 530nm 波长下，分别测定标准系列各浓度滤液的吸光度值。以测得的吸光度值对相应的糠醛浓度 (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，测得的吸光度值由标准曲线或回归方程得样品溶液中糠醛的浓度 (μg/mL)。若样品溶液中糠醛浓度超过测定范围，用吸收液稀释后测定，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) 计算空气中糠醛的浓度：

$$C = \frac{10c_0}{V_0} \times 5 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

C ——空气中糠醛的浓度，单位为毫克每立方米 (mg/m³)；

C_0 ——测得的样品溶液中糠醛的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升 (μg/mL)；

10 ——样品溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

5 ——样品稀释倍数；

V_0 ——标准采样体积，单位为升 (L)。

4.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度 (C_{TWA}) 按 GBZ 159 规定计算。

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。本法的定量下限为 $0.24\mu\text{g/mL}$ ，定量测定范围为 $0.24\mu\text{g/mL}\sim 5.0\mu\text{g/mL}$ ；以采集 7.5L 空气样品计，最低定量浓度为 1.6mg/m^3 ；相对标准偏差为 1.6%~6.6%。

4.7.2 反应液中苯胺浓度对显色影响很大，用量应准确。反应温度应严格控制在 20°C ，否则溶液的吸光度值将下降。

5 二甲氧基甲烷的溶剂解吸-气相色谱法

5.1 原理

空气中蒸气态二甲氧基甲烷用活性炭管采集，正己烷解吸后进样，经气相色谱柱分离，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。

5.2 仪器

5.2.1 活性炭管，溶剂解吸型，内装 200mg/100mg 活性炭。

5.2.2 空气采样器，流量范围为 $0\text{mL/min}\sim 300\text{mL/min}$ 。

5.2.3 溶剂解吸瓶，5mL。

5.2.4 微量注射器， $1\mu\text{L}$ 、 $10\mu\text{L}$ 。

5.2.5 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： $30\text{m}\times 0.32\text{mm}\times 0.5\mu\text{m}$ ，键合聚乙二醇-2M；
- b) 柱温：初温 40°C ，保持 5min，以 10°C/min 升温至 100°C ，保持 1min；
- c) 气化室温度： 200°C ；
- d) 检测室温度： 250°C ；
- e) 载气(氮)流量： 1.0mL/min ；
- f) 分流比：20:1。

5.3 试剂

5.3.1 正己烷，色谱鉴定无干扰峰。

5.3.2 标准溶液：容量瓶中加入正己烷，准确称量后，加入一定量的二甲氧基甲烷，再准确称量，用正己烷稀释至刻度；由两次称量之差计算溶液的浓度，为标准贮备液。在 4°C 冰箱内可储存 1 个月。临用前，用正己烷稀释成 $10000.0\mu\text{g/mL}$ 二甲氧基甲烷标准溶液。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，用活性炭管以 100mL/min 流量采集 15min 空气样品。

5.4.3 长时间采样：在采样点，用活性炭管以 20mL/min 流量采集 1h~2h 空气样品。

5.4.4 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 5d， 4°C 冰箱内可保存 14d。

5.4.5 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。

5.5 分析步骤

5.5.1 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 正己烷，封闭后，解吸 30min，不时振摇。样品溶液供测定。

5.5.2 标准曲线的制备：取 4 支~7 支容量瓶，用正己烷稀释标准溶液成 0.0μg/mL~10000.0μg/mL 浓度范围的二甲氧基甲烷标准系列。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 1.0 μL，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二甲氧基甲烷浓度(μg/mL) 绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应≥0.999。

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，测得的峰高或峰面积值由标准曲线或回归方程得样品溶液中二甲氧基甲烷的浓度(μg/mL)。若样品溶液中待测物浓度超过测定范围，可用正己烷稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

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) 计算空气中二甲氧基甲烷的浓度：

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

式中：

C ——空气中二甲氧基甲烷的浓度，单位为毫克每立方米 (mg/m^3)；

c_1 、 c_2 ——测得的前后段样品溶液中二甲氧基甲烷的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

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，%。

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

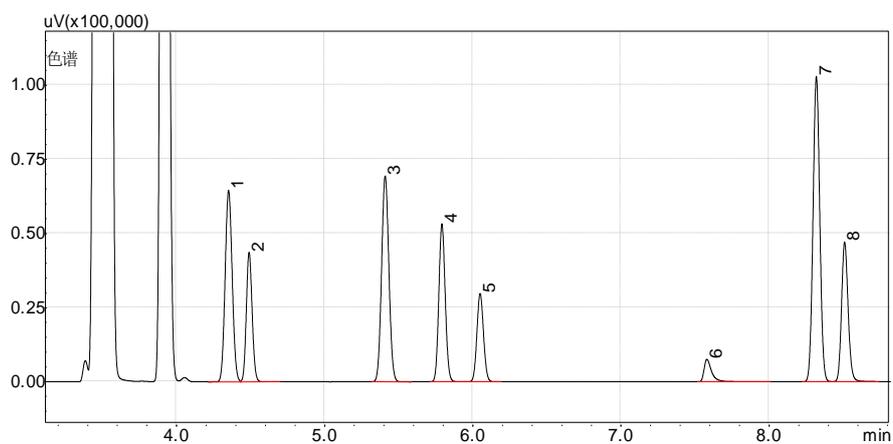
5.7 说明

5.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的检出限为 0.7μg/mL，定量下限为 2.3 μg/mL，定量测定范围为 2.3μg/mL~10000μg/mL；以采集 1.5L 空气样品计，最低检出浓度为 0.5mg/m³，最低定量浓度为 1.5mg/m³；相对标准偏差为 1.7%~2.9%，平均采样效率≥95.7%，穿透容量（200mg 活性炭）为 17.8mg，平均解吸效率为 96.5%。应测定每批活性炭管的解吸效率。

5.7.2 本法的采样时间决定于工作场所空气中二甲氧基甲烷的浓度，现场空气中待测物浓度超过容许浓度 1 倍时，长时间采样不超过 2h，浓度较低时可适当延长采样时间。也可采用 600mg/200mg 活性炭管采样，600mg 活性炭的穿透容量大于 58.5mg，采样效率为 100%，可满足 2h~8h 长时间采样。

5.7.3 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。

5.7.4 本法的色谱分离图参见图 1。现场可能共存的甲醇、乙醇、丙酮、乙酸甲酯、环己烷不干扰本法。



说明:

1——环己烷;

2——二甲氧基甲烷;

3——1,1-二甲氧基乙烷;

4——丙酮;

5——乙酸甲酯;

6——甲醇;

7——1,2-二甲氧基乙烷;

8——乙醇。

图1 色谱分离参考图