

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.58 - 2004

工作场所空气有毒物质测定 环氧化合物

Methods for determination of epoxy compounds
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环氧化合物[包括环氧乙烷(Ethylene oxide)、环氧丙烷(Propylene oxide)、环氧氯丙烷(Epichlorohydrin)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 16074-1995、GB/T 16076-1995。

本标准首次发布于1995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:北京市疾病预防控制中心、中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所、天津市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人:季永平、周素梅、线引林、曾昭慧、虞爱如、刘黛莉和李建国。

工作场所空气有毒物质测定

环氧化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中环氧化合物浓度的方法。

本标准适用于工作场所空气中环氧化合物浓度的测定

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 环氧乙烷、环氧丙烷和环氧氯丙烷的直接进样—气相色谱法

3.1 原理

空气中的环氧乙烷、环氧丙烷和环氧氯丙烷用注射器采集，直接进样，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 注射器，100ml，1ml。

3.2.2 微量注射器，10 μ L。

3.2.3 气相色谱仪，氢焰离子化检测器。

仪器操作条件

色谱柱1（用于环氧乙烷和环氧丙烷）：2m \times 4mm，FFAP:6201担体=10:100。

柱温：70；

汽化室温度：120；

检测室温度：120；

载气（氮气）流量：25ml/min。

色谱柱2（用于环氧氯丙烷）：2m \times 4mm，丁二酸乙二醇聚酯: 硅油DC-200:酸洗201担体=10:10:100。

柱温：100；

汽化室温度：150；

检测室温度：150；

载气（氮气）流量：50ml/min。

3.3 试剂

3.3.1 FFAP、丁二酸乙二醇聚酯、硅油DC-200，均为色谱固定液。

3.3.2 6201担体、酸洗201担体，60~80目。

3.3.3 标准气：用微量注射器准确抽取一定量的环氧乙烷、环氧丙烷或环氧氯丙烷（20℃时，1ml环氧乙烷气的质量为1.8302mg，1ml环氧丙烷为0.8304mg，1ml环氧氯丙烷为1.1801mg），注入100ml注射器中，用清洁空气稀释至100ml，配成一定浓度的环氧乙烷、环氧丙烷或环氧氯丙烷标准气。或用国家认可的标准气配制。

3.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照GBZ 159执行。

在采样点，用空气样品抽洗100ml注射器3次后，然后抽100ml空气样品。

采样后，立即封闭注射器口，垂直放置。置清洁容器中运输和保存，当日应尽快测定。

3.5 分析步骤

3.5.1 对照试验：将注射器带至采样点，除采集清洁空气外，其余操作同样品，作为样品的空白对照。

3.5.2 样品处理：将采过样的注射器放在测定标准系列的环境中，垂直放置，供测定。

3.5.3 标准曲线的绘制：用清洁空气稀释标准气成0.0、0.0025、0.0050、0.010、0.050和0.10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 环氧乙烷标准系列，0.0、0.020、0.040、0.080和0.160 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 环氧丙烷和环氧氯丙烷标准系列，垂直放置。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1.0ml，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氧乙烷、环氧丙烷或环氧氯丙烷含量(μg)绘制标准曲线。

3.5.4 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品气和空白对照气，由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，由标准曲线得待测物的含量(μg)。

3.6 计算

3.6.1 按式(1)计算空气中环氧乙烷、环氧丙烷或环氧氯丙烷的浓度：

$$C = \frac{m}{V} \times 1000 \dots\dots (1)$$

式中：C — 空气中环氧乙烷、环氧丙烷或环氧氯丙烷的浓度， mg/m^3 ；

m — 测得样品气中环氧乙烷、环氧丙烷或环氧氯丙烷的含量， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

V — 进样体积，ml。

3.6.2 时间加权平均容许浓度按GBZ 159规定计算。

3.7 说明

3.7.1 本法的最低检出浓度：环氧乙烷、环氧丙烷和环氧氯丙烷分别为1、1.8和0.5 mg/m^3 (以进样1ml空气样品计)。测定范围：环氧乙烷为1~100 mg/m^3 ，环氧丙烷1.8~160 mg/m^3 ，环氧氯丙烷为0.5~160 mg/m^3 。相对标准偏差：环氧乙烷和环氧丙烷为1.1%~3.7%，环氧氯丙烷为2.1%~6.7%。

3.7.2 本法也可使用相应的填充柱和毛细管色谱柱。

4 环氧乙烷的热解吸 - 气相色谱法

4.1 原理

空气中的环氧乙烷用活性碳管采集，热解吸后进样，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。

4.2 仪器

4.2.1 活性碳管，热解吸型，内装100mg 活性炭。

4.2.2 空气采样器，流量0~500ml/min。

4.2.3 热解吸器。

4.2.4 注射器，100ml，1ml。

4.2.5 气相色谱仪，氢焰离子化检测器。

仪器操作条件

色 谱 柱：2m \times 4mm，FFAP:6201担体 =10:100。

柱 温：60 ；

汽化室温度：150 ；

检测室温度：150 ；

载气(氮气)流量：50ml/min。

4.3 试剂

4.3.1 6201担体，60~80目。

4.3.2 FFAP，色谱固定液。

4.3.3 环氧乙烷标准气：用1ml 注射器准确抽取一定量的环氧乙烷（20 时，1ml 环氧乙烷气的质量为1.8302mg），注入100ml 注射器中，用清洁空气稀释至100ml，配成一定浓度的标准气。或用国家认可的标准气配制。

4.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照GBZ 159执行。

4.4.1 短时间采样：在采样点，打开活性碳管两端，以100ml/min 流量采集15min 空气样品。

4.4.2 长时间采样：在采样点，打开活性碳管两端，以50ml/min 流量采集1h 空气样品。

4.4.3 个体采样：在采样点，打开活性碳管两端，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1h 空气样品。

采样后，立即封闭活性碳管两端，置清洁容器内在0~5℃ 下运输和保存，应当天测定。

4.5 分析步骤

4.5.1 对照试验：将活性碳管带至采样点，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。

4.5.2 样品处理：将采过样的活性碳管放入热解吸器内，将进气口一端与100ml 注射器相连，出气口与载气相连，载气为氮气，流量为50ml/min，于200℃ 解吸至100ml。解吸气供测定。若解吸气中待测物的浓度超过测定范围，可用清洁空气稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

4.5.3 标准曲线的绘制：用清洁空气稀释标准气成0.0、0.0025、0.0050、0.010、0.050和0.10μg/ml 环氧乙烷标准系列。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1.0ml，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环氧乙烷浓度(μg/ml)绘制标准曲线。

4.5.4 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气，由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，由标准曲线得环氧乙烷的浓度(μg/ml)。

4.6 计算

4.6.1 按式（2）将采样体积换算成标准采样体积：

$$V_0 = V \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots (2)$$

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。

4.6.2 按式（3）计算空气中环氧乙烷的浓度：

$$C = \frac{c}{V_0 D} \times 100 \dots\dots (3)$$

式中：C — 空气中环氧乙烷的浓度，mg/m³；

c — 测得解吸气中环氧乙烷的浓度，μg/ml；

100— 解吸气体积，ml；

D - 解吸效率，%；

V₀ — 标准采样体积，L。

4.6.3 时间加权平均容许浓度按GBZ 159规定计算。

4.7 说明

4.7.1 本法检出限为1×10⁻³μg/ml；最低检出浓度0.07 mg/m³（以采集1.5L空气样品）。测定范围为0.07~7.7mg/m³。相对标准偏差为2.9%~6.7%。

4.7.2 100mg 活性碳的穿透容量为0.067mg。平均解吸效率为97%。每批活性炭管必须测定其解吸效率。

4.7.3 用100mg 活性碳管采样时，采样时间不能长。若需长时间采样，可用500mg活性碳管。