

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.62—2004



工作场所空气有毒物质测定
酰胺类化合物

Methods for determination of amides
in the air of workplace

2004-05-21 发布

2004-12-01 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酰胺类化合物[包括二甲基甲酰胺(Dimethyl formamide)、二甲基乙酰胺(Dimethyl acetamide)、丙烯酰胺(Acrylamide)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 16111—1995、GB 11525—89附录A。

本标准首次发布于1989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:上海市疾病预防控制中心、广东省职业病防治院。

本标准主要起草人:严怀曾、徐以盛、童映芳和陈利平。

工作场所空气有毒物质测定 酰胺类化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中酰胺类化合物浓度的方法。
本标准适用于工作场所空气中酰胺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 二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺和丙烯酰胺的溶液采集——气相色谱法

3.1 原理

空气中的二甲基甲酰胺和二甲基乙酰胺用多孔玻板吸收管采集,直接进样;丙烯酰胺用冲击式吸收管采集,经溴化反应生成 α,β -二溴丙酰胺,用乙酸乙酯提取后进样,经色谱柱分离,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 多孔玻板吸收管(用于二甲基甲酰胺和二甲基乙酰胺)。

3.2.2 冲击式吸收管(用于丙烯酰胺)。

3.2.3 空气采样器,流量0~3 L/min。

3.2.4 具塞试管,10 mL。

3.2.5 具塞离心管,5 mL。

3.2.6 微量注射器,10 μ L。

3.2.7 紫外线灯,波长254 nm。

3.2.8 气相色谱仪

仪器操作参考条件

色谱柱1(用于二甲基甲酰胺或二甲基乙酰胺):2 m \times 4 mm,聚乙二醇20 M:氢氧化钾:6201=5:5
:100

检测器:氢焰离子化检测器

柱温:120 $^{\circ}$ C

汽化室温度:200 $^{\circ}$ C

检测室温度:150 $^{\circ}$ C

载气(氮气)流量:30 mL/min

色谱柱2(用于丙烯酰胺):1 m \times 3 mm,FFAP:Chromosorb W DMCS = 10:100

检测器:电子捕获检测器

柱温:180 $^{\circ}$ C

汽化室温度:250 $^{\circ}$ C

检测室温度:250 $^{\circ}$ C

载气(高纯氮)流量:50 mL/min

3.3 试剂

实验用水为蒸馏水,试剂为分析纯。

3.3.1 硫酸, $\rho_{20}=1.84$ g/mL。

3.3.2 氢氧化钾。

3.3.3 聚乙二醇 20 M 和 FFAP,色谱固定液。

3.3.4 6201 和 ChromosorbW DMCS,色谱担体,60~80 目。

3.3.5 饱和溴水:加入过量的溴到 pH 为 1(用硫酸溶液调节)的水中,取上层液使用;保存于 4℃ 冰箱内。

3.3.6 硫酸溶液,0.1 mol/L。

3.3.7 亚硫酸钠溶液,100 g/L。于冰箱保存,可使用 7 d。

3.3.8 无水硫酸钠,经 300℃ 干燥。

3.3.9 乙酸乙酯,重蒸馏。

3.3.10 标准溶液

3.3.10.1 二甲基甲酰胺或二甲基乙酰胺标准溶液:于 10 mL 容量瓶中加约 5 mL 水,准确称量后,加入一定量的二甲基甲酰胺或二甲基乙酰胺(色谱纯),再准确称量,加水至刻度;由 2 次称量之差计算溶液的浓度,此溶液为标准贮备液。临用前,再用水稀释成 100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 二甲基甲酰胺或二甲基乙酰胺标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

3.3.10.2 丙烯酰胺标准溶液:准确称取 0.050 0 g 丙烯酰胺(色谱纯;含量>99.9%),溶解在水中,定量转移入 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度。此溶液为 0.50 mg/mL 标准贮备液。临用前,用水稀释成 10.0 mg/mL 丙烯酰胺标准溶液。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 二甲基甲酰胺或二甲基乙酰胺的采集:在采样点,将装有 10.0 mL 水的多孔玻板吸收管,以 1 L/min 流量采集 15 min 空气样品。

3.4.2 丙烯酰胺的采集:在采样点,将装有 10.0 mL 水的冲击式吸收管,以 3 L/min 流量采集 15 min 空气样品。

3.4.3 样品空白:将装有吸收液的吸收管带至采样点,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,封闭吸收管的进口气口,直立于清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存 7 d。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品处理:用采过样的吸收液洗涤吸收管的进气管内壁 3 次,摇匀后,将吸收液倒入具塞试管中,供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围,可用吸收液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 标准曲线的绘制

3.5.2.1 二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺标准曲线:在 5 只具塞试管中,分别加入 0.0 mL、0.75 mL、1.50 mL、3.00 mL 和 5.00 mL 标准溶液,各加水至 5.0 mL,配成 0.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、15.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、30.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、60.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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,进样 2.0 μL ,分别测定各标准系列,每个浓度重复测定 3 次。分别以测得的峰高或峰面积均值对相应的二甲基甲酰胺或二甲基乙酰胺浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)绘制标准曲线。

3.5.2.2 丙烯酰胺标准曲线:在 5 只具塞试管中,分别加入 0.0 mL、0.050 mL、0.10 mL、0.50 mL 和 1.0 mL 标准溶液,各加水至 5.0 mL,配成 0.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准系列。用硫酸溶液调节 pH 至 2(约滴 2 滴),滴入饱和溴水至显黄色后多加 1 滴,盖塞后,置紫外灯下照射 20 min,滴入亚硫酸钠溶液至黄色褪去,再多加 2 滴,盖塞后倒置振摇几次,以除去管壁

1.6.2 准确加入 2.0 mL 乙酸乙酯,用力提取 1 min;放置分层后,取 1 mL 提取液于具塞离心管中,加入约 0.2 g 无水硫酸钠,轻轻振摇。参照仪器操作条件,将气相色谱仪调节至最佳测定状况,进样 1.0 μ L,测定各标准系列,每个浓度重复测定 3 次。以峰高或峰面积均值对丙烯酰胺浓度(μ g)绘制标准曲线。

1.6.3 样品测定:用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白吸收液,测得的峰高或峰面积值后,由标准曲线得二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺或丙烯酰胺的浓度(μ g/mL)。

1.6 计算

1.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积:

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

式中:

V_0 ——标准采样体积,L;

V ——采样体积,L;

t ——采样点的温度, $^{\circ}$ C;

P ——采样点的大气压,kPa。

1.6.2 按式(2)计算空气中二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺或丙烯酰胺的浓度:

$$C = \frac{10c}{V_0} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C ——空气中二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺或丙烯酰胺的浓度, mg/m^3 ;

10——吸收液的总体积,mL;

c ——测得的吸收液中二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺或丙烯酰胺的浓度(减去样品空白), μ g/mL;

V_0 ——标准采样体积,L。

1.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

1.7 说明

1.7.1 本法的检出限:二甲基甲酰胺为 5 μ g/mL,二甲基乙酰胺为 10 μ g/mL,丙烯酰胺为 7.5×10^{-3} μ g/mL;最低检出浓度:二甲基甲酰胺为 3.3 mg/m^3 和二甲基乙酰胺为 6.6 mg/m^3 (以采集 15 L 空气样品计),丙烯酰胺为 8.3×10^{-4} mg/m^3 (以采集 45 L 空气样品计)。测定范围:二甲基甲酰胺为 5~100 μ g/mL,二甲基乙酰胺为 10~100 μ g/mL,丙烯酰胺为 7.5×10^{-2} ~2 μ g/mL。相对标准偏差为 3.4%~4.7%。

1.7.2 本法的平均采样效率为 100%。

1.7.3 本法可使用相应的毛细管色谱柱。