

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.130—2017

代替 GBZ/T 160.66—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 130 部分：邻苯二甲酸二丁酯 和邻苯二甲酸二辛酯

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 130: Dibutyl phthalate and dioctyl phthalate

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 130 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 的规则起草。

本部分代替 GBZ/T 160.66—2004 《工作场所空气有毒物质测定 芳香族酯类化合物》。

本部分与 GBZ/T 160.66—2004 相比，主要修改如下：

——修改了标准名称；

——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：

——邻苯二甲酸二丁酯的溶剂洗脱-气相色谱法

主要起草单位：湖南省劳动卫生职业病研究所。

主要起草人：沈国安、徐元浩。

——邻苯二甲酸二丁酯和邻苯二甲酸二辛酯的溶剂解吸-高效液相色谱法

主要起草单位：广东省职业病防治院。

主要起草人：黄淑莲、叶能权。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 16243—1996附录A；

——WS/T 149—1999；

——GBZ/T 160.66—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第 130 部分：邻苯二甲酸二丁酯和邻苯二甲酸二辛酯

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中邻苯二甲酸二丁酯和邻苯二甲酸二辛酯的溶剂解吸-高效液相色谱法和邻苯二甲酸二丁酯的溶剂洗脱-气相色谱法。

本部分适用于工作场所空气中邻苯二甲酸二丁酯和邻苯二甲酸二辛酯浓度的检测。

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 邻苯二甲酸二丁酯和邻苯二甲酸二辛酯的基本信息

邻苯二甲酸二丁酯和邻苯二甲酸二辛酯的基本信息见表1。

表1 邻苯二甲酸二丁酯和邻苯二甲酸二辛酯的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
邻苯二甲酸二丁酯 (Dibutyl phthalate)	84-74-2	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	278.34
邻苯二甲酸二辛酯 (Dietyl phthalate)	117-81-7	C ₂₄ H ₃₈ O ₄	390.56

4 邻苯二甲酸二丁酯和邻苯二甲酸二辛酯的溶剂解吸-高效液相色谱法

4.1 原理

空气中的蒸气态邻苯二甲酸二丁酯和邻苯二甲酸二辛酯用硅胶采集，甲醇解吸后进样，经C₁₈液相色谱柱分离，紫外检测器检测，以保留时间定性，峰高或峰面积定量。

4.2 仪器

4.2.1 硅胶管，溶剂解吸型，内装 200mg/100mg 硅胶。

4.2.2 空气采样器，流量范围为 0mL/min~500mL/min。

- 4.2.3 溶剂解吸瓶, 5mL。
- 4.2.4 微量注射器。
- 4.2.5 高效液相色谱仪, 具紫外检测器, 测定波长 242nm, 仪器操作参考条件:
- 色谱柱: 250mm×4.6mm×5 μ m, C₁₈ 柱;
 - 柱温: 室温;
 - 流动相: 甲醇-水=95+5;
 - 流动相流量: 1.0mL/min。

4.3 试剂

- 4.3.1 实验用水为双蒸馏水。
- 4.3.2 甲醇, 色谱鉴定无干扰峰。
- 4.3.3 标准溶液: 容量瓶中加入甲醇, 准确称量后, 分别加入一定量的邻苯二甲酸二丁酯和/或邻苯二甲酸二辛酯, 再准确称量; 加甲醇至刻度; 由称量之差计算溶液的浓度, 为标准贮备液。临用前, 用甲醇稀释成 10.0 μ g/mL 邻苯二甲酸二丁酯和/或邻苯二甲酸二辛酯标准溶液。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, 用硅胶管以 200mL/min 流量采集 15min 空气样品。
- 4.4.3 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。
- 4.4.4 采样后, 立即封闭硅胶管两端, 置清洁容器中运输和保存。室温下, 样品可保存 15d。
- 4.4.5 样品空白: 在采样点, 打开硅胶管两端, 并立即封闭, 然后与样品一起运输、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: 将前后段硅胶分别倒入两支溶剂解吸瓶中, 各加入 2.0mL 甲醇, 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, 用甲醇稀释标准溶液成 0.0 μ g/mL~10.0 μ g/mL 浓度范围的邻苯二甲酸二丁酯和/或邻苯二甲酸二辛酯标准系列。参照仪器操作条件, 将高效液相色谱仪调节至最佳测定状态, 进样 20.0 μ L, 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邻苯二甲酸二丁酯和/或邻苯二甲酸二辛酯浓度 (μ g/mL) 绘制标准曲线或计算回归方程, 其相关系数应 \geq 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邻苯二甲酸二丁酯和/或邻苯二甲酸二辛酯的浓度 (μ g/mL)。若样品溶液中待测物的浓度超过测定范围, 用甲醇稀释后测定, 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) 计算空气中邻苯二甲酸二丁酯和/或邻苯二甲酸二辛酯的浓度:

$$C = \frac{2(c_1 + c_2)}{V_0 D} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- C ——空气中邻苯二甲酸二丁酯和/或邻苯二甲酸二辛酯的浓度,单位为毫克每立方米(mg/m^3);
- V_2 ——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邻苯二甲酸二丁酯和/或邻苯二甲酸二辛酯的浓度(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, %。

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。本法的检出限为 $0.07\mu\text{g}/\text{mL}$,定量下限为 $0.23\mu\text{g}/\text{mL}$,定量测定范围为 $0.23\mu\text{g}/\text{mL}\sim 10\mu\text{g}/\text{mL}$;以采集3L空气样品计,最低检出浓度为 $0.05\text{mg}/\text{m}^3$,最低定量浓度为 $0.2\text{mg}/\text{m}^3$;相对标准偏差为 $1.8\%\sim 7\%$,穿透容量(200mg硅胶):邻苯二甲酸二丁酯为 1.4mg ,邻苯二甲酸二辛酯为 0.7mg ;平均采样效率 $>99\%$,平均解吸效率:邻苯二甲酸二丁酯为 97.5% ,邻苯二甲酸二辛酯为 98.2% 。应测定每批硅胶管的解吸效率。

4.7.2 本法用于检测蒸气态的邻苯二甲酸二丁酯和邻苯二甲酸二辛酯,若以气溶胶态为主存在的情况,应使用微孔滤膜采集(见下法)、甲醇洗脱后测定。

5 邻苯二甲酸二丁酯的溶剂洗脱-气相色谱法

5.1 原理

空气中的气溶胶态邻苯二甲酸二丁酯用微孔滤膜采集,二硫化碳洗脱后,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,峰面积定量。

5.2 仪器

5.2.1 微孔滤膜:孔径 $0.8\mu\text{m}$ 。在三个培养皿中,加适量二硫化碳;将微孔滤膜依次浸泡其中,每个浸泡30min,然后置于定量滤纸上,在清洁环境中晾干,密封待用。此操作应在通风柜内进行,浸泡时,培养皿应加盖封闭,以减少二硫化碳的挥发。

5.2.2 大采样夹,滤料直径为 37mm 或 40mm 。

5.2.3 小采样夹,滤料直径为 25mm 。

5.2.4 空气采样器,流量范围为 $0\text{L}/\text{min}\sim 2\text{L}/\text{min}$ 和 $0\text{L}/\text{min}\sim 10\text{L}/\text{min}$ 。

5.2.5 具塞刻度试管, 10mL 。

5.2.6 液体快速混合器。

5.2.7 微量注射器。

5.2.8 气相色谱仪,具氢焰离子化检测器,仪器操作参考条件:

- 色谱柱: $2\text{m}\times 4\text{mm}$,OV101:102担体=5:100;
- 柱温: 245°C ;
- 气化室温度: 320°C ;
- 检测室温度: 300°C ;
- 载气(氮)流量: $85\text{mL}/\text{min}$ 。

5.3 试剂

5.3.1 二硫化碳,色谱鉴定无干扰峰。

5.3.2 0V101, 色谱固定液。

5.3.3 102 白色担体, 硅烷化, 60 目~80 目。

5.3.4 标准溶液: 容量瓶中加入二硫化碳, 准确称量后, 加入一定量的邻苯二甲酸二丁酯, 再准确称量, 用二硫化碳稀释至刻度。由两次称量之差计算溶液的浓度, 为标准贮备液; 临用前, 用二硫化碳稀释成 700.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 邻苯二甲酸二丁酯标准溶液。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, 用装好微孔滤膜的大采样夹, 以 5.0L/min 流量采集 15min 空气样品。

5.4.3 长时间采样: 在采样点, 用装好微孔滤膜的小采样夹, 以 1.0L/min 流量采集 2h~8h 空气样品。

5.4.4 采样后, 打开采样夹, 取出滤膜, 接尘面朝里对折, 放入具塞刻度试管中, 置清洁容器内运输和保存。样品在 4 $^{\circ}\text{C}$ 左右冰箱内可保存 24h。

5.4.5 样品空白: 在采样点, 打开装好微孔滤膜的采样夹, 立即取出滤膜, 放入具塞刻度试管中, 然后与样品一起运输、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: 向装有微孔滤膜的具塞刻度试管中加入 1.0mL 二硫化碳, 封闭后, 在液体快速混合器上振摇 30min, 振摇程度以液体超过微孔滤膜但低于管塞为宜。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, 用二硫化碳稀释标准溶液成 0.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~700.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围的邻苯二甲酸二丁酯标准系列。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 5.0 μL , 分别测定标准系列各浓度的峰面积。以测得的峰面积对相应的邻苯二甲酸二丁酯浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$) 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, 测得的峰面积值由标准曲线或回归方程得样品溶液中邻苯二甲酸二丁酯的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)。若样品溶液中待测物浓度超过测定范围, 用二硫化碳稀释后测定, 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) 计算空气中邻苯二甲酸二丁酯的浓度:

$$C = \frac{C_0 v}{V_0 D} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

C ——空气中邻苯二甲酸二丁酯的浓度, 单位为毫克每立方米 (mg/m^3);

C_0 ——测得的样品溶液中邻苯二甲酸二丁酯的浓度(减去样品空白), 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$);

v ——样品溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_0 ——标准采样体积, 单位为升 (L);

D ——洗脱效率, %。

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 $12\mu\text{g/mL}$ ，定量下限为 $40\mu\text{g/mL}$ ，定量测定范围为 $40\mu\text{g/mL}\sim 700\mu\text{g/mL}$ ；以采集 75L 空气样品计，最低检出浓度为 0.16mg/m^3 ，最低定量浓度为 0.53mg/m^3 ；相对标准偏差为 $3.1\%\sim 6.2\%$ ，平均洗脱效率为 98% 。

5.7.2 本法也可使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。
