

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.146—2017

代替 GBZ/T 160.74—2004

工作场所空气有毒物质测定

第 146 部分：硝基苯、硝基甲苯和硝基氯苯

Determination of toxic substances in workplace air—

Part 146: Nitrobenzene, nitrotoluene and nitrochlorobenzene

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 146 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 的规则起草。

本部分代替 GBZ/T 160.74—2004 《工作场所空气有毒物质测定 芳香族硝基化合物》。

本部分与 GBZ/T 160.74—2004 相比，主要修改如下：

- 修改了标准名称；
- 删去了分光光度法；
- 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：

- 硝基苯、硝基甲苯和硝基氯苯的气相色谱法

主要起草单位：中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所。

主要起草人：闫慧芳、张敬。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GBZ/T 160.74—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第 146 部分：硝基苯、硝基甲苯和硝基氯苯

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中硝基苯、二硝基苯、一硝基甲苯、二硝基甲苯、三硝基甲苯、一硝基氯苯和二硝基氯苯的气相色谱法。

本部分适用于工作场所空气中硝基苯、二硝基苯、一硝基甲苯、二硝基甲苯、三硝基甲苯、一硝基氯苯和二硝基氯苯浓度的检测。

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 硝基苯、硝基甲苯和硝基氯苯的基本信息

硝基苯、硝基甲苯和硝基氯苯的基本信息见表1。

表1 硝基苯、硝基甲苯和硝基氯苯的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
硝基苯 (Nitrobenzene)	98-95-3	$C_6H_5NO_2$	123.1
邻二硝基苯 (o-Dinitrobenzene)	528-29-0	$C_6H_4(NO_2)_2$	168.1
间二硝基苯 (m-Dinitrobenzene)	99-65-0		
对二硝基苯 (p-Dinitrobenzene)	100-25-4		
邻硝基甲苯 (o-Nitrotoluene)	88-72-2	$CH_3C_6H_4NO_2$	137.1
间硝基甲苯 (m-Nitrotoluene)	99-08-1		
对硝基甲苯 (p-Nitrotoluene)	99-99-0		

表1 (续)

化学物质	化学文摘号 (CAS 号)	分子式	相对分子质量
二硝基甲苯 (Dinitrotoluene)	25321-14-6	$\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2$	182.1
2,4-二硝基甲苯 (2,4-Dinitrotoluene)	121-14-2		
2,6-二硝基甲苯 (2,6-Dinitrotoluene)	606-20-2		
3,4-二硝基甲苯 (3,4-Dinitrotoluene)	99-51-4		
三硝基甲苯 (Trinitrotoluene)	118-96-7	$\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3$	227.1
邻硝基氯苯 (o-Nitrochlorobenzene)	88-73-3	$\text{ClC}_6\text{H}_4\text{NO}_2$	157.6
间硝基氯苯 (m-Nitrochlorobenzene)	121-73-3		
对硝基氯苯 (p-Nitrochlorobenzene)	100-00-5		
二硝基氯苯 (Dinitrochlorobenzene)	25567-67-3	$\text{ClC}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2$	202.56
2,4-二硝基氯苯 (2,4-Dinitrochlorobenzene)	97-00-7		
2,6-二硝基氯苯 (2,6-Dinitrochlorobenzene)	606-21-3		
3,4-二硝基氯苯 (3,4-Dinitrochlorobenzene)	601-40-2		

4 硝基苯、硝基甲苯和硝基氯苯的气相色谱法

4.1 原理

空气中的硝基苯、二硝基苯、一硝基甲苯、二硝基甲苯、三硝基甲苯、硝基氯苯和二硝基氯苯，蒸气态用硅胶采集，气溶胶态用超细玻璃纤维滤纸采集，两种状态共存时，串联采样；甲醇-苯溶液解吸或洗脱后进样，经气相色谱柱分离，电子捕获检测器检测，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 超细玻璃纤维滤纸。
- 4.2.3 大采样夹，滤料直径为 37mm 或 40mm。
- 4.2.4 小采样夹，滤料直径为 25mm。
- 4.2.5 空气采样器，防爆型，流量范围为 0mL/min~500mL/min 和 0L/min~5L/min。
- 4.2.6 溶剂解吸瓶，5mL。

4.2.7 超声清洗器。

4.2.8 微量注射器。

4.2.9 气相色谱仪，具电子捕获检测器，仪器操作参考条件：

- a) 色谱柱：30m×0.32mm×0.5 μ m，FFAP；
- b) 柱温：初温 100℃，保持 6min，以 20℃/min 升温至 200℃，保持 6min；
- c) 气化室温度：250℃；
- d) 检测室温度：250℃；
- e) 载气(氮)流量：1mL/min；
- f) 分流比：10:1。

4.3 试剂

4.3.1 解吸液(甲醇-苯溶液)：用苯稀释 5mL 甲醇至 100mL，色谱鉴定无干扰峰。

4.3.2 标准溶液：准确称取一定量的待测物，溶于解吸液中，定量转移入容量瓶中，并稀释至刻度，此溶液为标准贮备液。临用前，用解吸液稀释成 2.0 μ g/mL 待测物标准溶液。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 蒸气态样品

4.4.2.1 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。

4.4.2.2 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。

4.4.2.3 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 7d。

4.4.2.4 样品空白：在采样点，打开硅胶管两端，并立即封闭，然后置清洁容器内同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。

4.4.3 气溶胶态样品

4.4.3.1 短时间采样：在采样点，用装好超细玻璃纤维滤纸的大采样夹，以 3.0L/min 流量采集 15min 空气样品。

4.4.3.2 长时间采样：在采样点，用装好超细玻璃纤维滤纸的小采样夹，以 1.0L/min 流量采集 2h~8h 空气样品。

4.4.3.3 采样后，打开采样夹，取出滤纸，接尘面朝里对折，放入溶剂解吸瓶中，置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存 7d。

4.4.3.4 样品空白：在采样点，打开装好超细玻璃纤维滤纸的采样夹，立即取出滤纸，放入溶剂解吸瓶中，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。

4.4.4 蒸气态和气溶胶态共存样品：在采样点，将装好超细玻璃纤维滤纸的采样夹(在前)和硅胶管(在后)串联，以 1.0L/min 流量采集 15min~4h 空气样品。采样后，分别按 4.4.2.3 和 4.4.3.3 操作；样品空白分别按 4.4.2.4 和 4.4.3.4 操作。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理

4.5.1.1 硅胶管样品：将前后段硅胶分别倒入两支溶剂解吸瓶中，各加入 2.0mL 解吸液，封闭后，于超声清洗器中超声解吸 30min。样品溶液供测定。

4.5.1.2 超细玻璃纤维滤纸样品：向装有超细玻璃纤维滤纸的溶剂解吸瓶中，加入 2.0mL 解吸液，于超声清洗器中超声洗脱 30min，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~2.0μg/mL浓度范围的待测物标准系列。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。由测得的峰高或峰面积对应的待测物浓度(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待测物的浓度(μg/mL)。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。

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)计算硅胶管采样测得的空气中待测物的浓度：

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

式中：

C ——空气中待测物的浓度，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待测物的浓度(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 ——解吸效率，%。

4.6.3 按式(2)计算超细玻璃纤维滤纸采样测得的空气中待测物的浓度：

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

式中：

C ——空气中待测物的浓度，单位为毫克每立方米 (mg/m^3)；

2——样品溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

C_0 ——测得的样品溶液中待测物的浓度(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)。

4.6.4 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、定量下限、定量测定范围、最低检出浓度、最低定量浓度(以采集3L空气样品计)、相对标准偏差、平均采样效率和硅胶和滤纸的解吸或洗脱效率等方法性能指标见表2。应测定每批硅胶管的解吸效率。

表2 方法的性能指标

性能指标	化学物质				
	硝基苯	二硝基苯	硝基甲苯和二硝基甲苯	三硝基甲苯	硝基氯苯和二硝基氯苯
检出限/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	0.005	0.04	0.03	0.003	0.03

定量下限/ ($\mu\text{g/mL}$)	0.016	0.13	0.1	0.01	0.1
定量测定范围/ ($\mu\text{g/mL}$)	0.016~2	0.13~2	0.1~2	0.01~2	0.1~2
最低检出浓度/ (mg/m^3)	0.0033	0.027	0.02	0.002	0.02
最低定量浓度/ (mg/m^3)	0.011	0.9	0.07	0.007	0.07
相对标准偏差/%	5.6~7.0	5.6~7.0	5.6~7.0	5.6~7.0	5.6~7.0
平均采样效率/%	99	99	99	99	99
解吸或洗脱效率/%	96~98	96~98	96~98	96~98	96~98

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