

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.101—2017
部分代替 GBZ/T 160.54—2007

工作场所空气有毒物质测定 第 101 部分：三氯乙醛

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 101: Trichloroacetaldehyde

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101部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009的规则起草。

本部分部分代替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》中三氯乙醛部分，并做了如下主要修改：

- 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：

- 溶剂解吸-高效液相色谱法

主要起草单位：山东省职业卫生与职业病防治研究院。

主要起草人：张志虎、邵华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GBZ/T 160.54—2007。

工作场所空气有毒物质测定

第 101 部分：三氯乙醛

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中三氯乙醛的溶剂解吸-高效液相色谱法。本部分适用于工作场所空气中蒸气态三氯乙醛浓度的检测。

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 三氯乙醛的基本信息

三氯乙醛的基本信息见表1。

表1 三氯乙醛的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
三氯乙醛 (Trichloroacetaldehyde)	75-87-6	Cl ₃ CCHO	147.39

4 三氯乙醛的溶剂解吸-高效液相色谱法

4.1 原理

空气中的蒸气态三氯乙醛用GDX-502采集，2,4-二硝基苯肼-乙腈溶液解吸，并生成淡黄色的2,4-二硝基苯腙，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 GDX-502 管，溶剂解吸型，内装 100mg/50mg GDX-502 吸附剂。

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 针头式过滤器，有机相，滤膜孔径 0.45μm。

4.2.5 高效液相色谱仪，具紫外光检测器，测定波长 346nm；仪器操作参考条件：

- a) 色谱柱: 250mm×0.46mm×5μm, C₁₈;
- b) 流动相: 乙腈:水=70:30 (V/V);
- c) 流动相流量: 1.0mL/min。

4.3 试剂

4.3.1 实验用水为双蒸馏水, 试剂除注明者外均为分析纯。

4.3.2 乙腈, 色谱纯。

4.3.3 解吸液 (2,4-二硝基苯肼-乙腈溶液): 取 0.1g 2,4-二硝基苯肼和 0.1mL85% (体积分数) 磷酸, 置于 100mL 容量瓶中, 加入约 60mL 乙腈, 振摇, 使 2,4-二硝基苯肼溶解, 再加乙腈至刻度。

4.3.4 GDX-502 吸附剂, 40 目~60 目: 用乙醚在超声清洗器内清洗 20min, 滤去乙醚, 依次用甲醇和水洗涤, 于 100℃干燥。放冷后, 装管。

4.3.5 标准溶液: 容量瓶中加入乙腈, 准确称量后, 加入一定量的三氯乙醛, 再准确称量, 加乙腈至刻度, 由两次称量之差计算溶液的浓度, 为标准贮备液。置 4℃冰箱内可使用 7d。临用前, 用乙腈稀释成 25.0μg/mL 三氯乙醛标准溶液。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 GDX-502 管以 200mL/min 流量采集 ≤15min 空气样品。采样后, 立即封闭 GDX-502 管两端, 置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存 7d。

4.4.3 样品空白: 在采样点, 打开 GDX-502 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。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理: 将前后段 GDX-502 分别倒入两支溶剂解吸瓶中, 各加入 2.0mL 解吸液, 超声解吸 30min。样品溶液经针头式过滤器过滤后, 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~25.0μg/mL 浓度范围的三氯乙醛标准系列。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 10.0 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三氯乙醛浓度 (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, 测得的峰高或峰面积值由标准曲线或回归方程得样品溶液中三氯乙醛的浓度 (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) 计算空气中三氯乙醛的浓度:

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

式中:

- C ——空气中三氯乙醛的浓度, 单位为毫克每立方米 (mg/m³);
- c₁、c₂——测得的前后段样品溶液中三氯乙醛的浓度 (减去样品空白), 单位为微克每毫升 (μg/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，%。

4.7 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 $0.022\mu\text{g/mL}$ ，定量下限为 $0.07\mu\text{g/mL}$ ，定量测定范围为 $0.07\mu\text{g/mL}\sim 25\mu\text{g/mL}$ ；以采集 2L 空气样品计，最低检出浓度为 0.022mg/m^3 ，最低定量浓度为 0.07mg/m^3 ；相对标准偏差为 $0.6\%\sim 1.5\%$ ，穿透容量（100mg GDX-502）为 0.19mg ，采样效率为 100%，解吸效率为 $95\%\sim 101\%$ ，加标回收率为 $95\%\sim 101\%$ 。应测定每批 GDX-502 管的解吸效率。

4.7.2 样品溶液应在 24h 内测定。

4.7.3 工作场所空气中可能共存的甲醛、乙醛、己醛、戊二醛、庚醛、乙二醛、丁酮均不干扰测定。
