

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.104—2017
部分代替 GBZ/T 160.55—2007

工作场所空气有毒物质测定 第 104 部分：二乙基甲酮、2-己酮 和二异丁基甲酮

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 104: Diethyl ketone, 2-hexanone and diisobutyl ketone

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104部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由GBZ/T 160.55—2007《工作场所空气有毒物质测定 脂肪族酮类化合物》中分出，单独成为本部分，并做了如下主要修改：

——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：

——二乙基甲酮的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：上海市闵行区疾病预防控制中心、上海市疾病预防控制中心。

主要起草人：丁锦春、徐以盛。

——2-己酮的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：广东省职业病防治院。

主要起草人：吴邦华、张子群。

——二异丁基甲酮的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：广东省深圳市疾病预防控制中心。

主要起草人：陈春晓、陈卫、彭朝琼。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GBZ/T 160.55—2007。

工作场所空气有毒物质测定

第 104 部分：二乙基甲酮、2-己酮和二异丁基甲酮

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中二乙基甲酮、2-己酮和二异丁基甲酮的溶剂解吸-气相色谱法。

本部分适用于工作场所空气中蒸气态二乙基甲酮、2-己酮和二异丁基甲酮浓度的检测。

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 二乙基甲酮、2-己酮和二异丁基甲酮的基本信息

二乙基甲酮、2-己酮和二异丁基甲酮的基本信息见表1。

表1 二乙基甲酮、2-己酮和二异丁基甲酮的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
二乙基甲酮 (Diethyl ketone)	96-22-0	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COCH}_2\text{CH}_3$	86.1
2-己酮 (甲基丁基甲酮, 2-Hexanone)	591-78-6	$\text{CH}_3\text{CO}(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$	100.2
二异丁基甲酮 (Diisobutyl ketone)	108-83-8	$\{(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\}_2\text{CO}$	142.2

4 二乙基甲酮、2-己酮和二异丁基甲酮的溶剂解吸-气相色谱法

4.1 原理

空气中的蒸气态二乙基甲酮、2-己酮和二异丁基甲酮用活性炭采集，二硫化碳解吸后进样，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，峰高或峰面积定量。

4.2 仪器

- 4.2.1 活性炭管，溶剂解吸型，内装 100mg/50mg 活性炭。
- 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 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：30m×0.32mm×0.5μm，FFAP；
 - 柱温：90℃，或程序升温：初温 50℃，保持 5min，以 30℃/min 升温至 200℃，保持 1min；
 - 气化室温度：200℃；
 - 检测室温度：250℃；
 - 载气（氮）流量：0.8mL/min；
 - 分流比：10：1。

4.3 试剂

- 4.3.1 二硫化碳，色谱鉴定无干扰峰。
- 4.3.2 标准溶液：容量瓶中加入二硫化碳，准确称量后，分别加入一定量的二乙基甲酮、2-己酮和/或二异丁基甲酮，再准确称量；然后加二硫化碳至刻度。由称量之差计算溶液的浓度，为二乙基甲酮、2-己酮和/或二异丁基甲酮标准溶液。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，用活性炭管以 100mL/min 流量采集 15min 空气样品。
- 4.4.3 长时间采样：在采样点，用活性炭管以 50mL/min 流量采集 2h~8h 空气样品。
- 4.4.4 采样后，立即封闭活性炭管两端，置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存 10d。
- 4.4.5 样品空白：在采样点，打开活性炭管两端，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：将前后段活性炭分别倒入两支溶剂解吸瓶中，各加入 1.0mL 二硫化碳，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，用二硫化碳稀释标准溶液成表 2 所列浓度范围的二乙基甲酮、2-己酮和/或二异丁基甲酮标准系列。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。以测得的峰高或峰面积对相应的二乙基甲酮、2-己酮和/或二异丁基甲酮浓度(μg/mL)绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应≥0.999。

表2 标准系列

标准系列	化学物质		
	二乙基甲酮	2-己酮	二异丁基甲酮
浓度范围/(μg/mL)	0.0~5000.0	0.0~1000.0	0.0~3200.0

- 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二乙基甲酮、2-己酮和/或二异丁基甲酮的浓度(μg/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。

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) 计算空气中二乙基甲酮、2-己酮和/或二异丁基甲酮的浓度:

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

式中:

C ——空气中二乙基甲酮、2-己酮和/或二异丁基甲酮的浓度,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二乙基甲酮、2-己酮和/或二异丁基甲酮的浓度(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 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 1.5L 空气样品计)、相对标准偏差、穿透容量(100mg 活性炭)和解吸效率等方法性能指标列于表 3。应测定每批活性炭管的解吸效率。

表3 溶剂解吸-气相色谱法的性能指标

性能指标	化学物质		
	二乙基甲酮	2-己酮	二异丁基甲酮
检出限/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	33	0.65	0.40
定量下限/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	110	2.2	1.3
定量测定范围/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	110~5000	2.2~1000	1.3~3200
最低检出浓度/ (mg/m^3)	22	0.43	0.27
最低定量浓度/ (mg/m^3)	66	1.3	0.8
相对标准偏差/%	2.7~6.1	<5.3	0.8~1.4
穿透容量/mg	20	22	6.3
平均解吸效率/%	82	98.4	96

4.7.2 本法可以同时测定二乙基甲酮、2-己酮和二异丁基甲酮。

4.7.3 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。