

# 中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.118—2017

代替 GBZ/T 160.60—2004

---

## 工作场所空气有毒物质测定 第 118 部分：乙酸酐、马来酸酐 和邻苯二甲酸酐

Determination of toxic substances in workplace air—

Part 118: Acetic anhydride, maleic anhydride and phthalic anhydride

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118部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替GBZ/T 160.60—2004《工作场所空气有毒物质测定 酸酐类化合物》。

本部分与GBZ/T 160.60—2004相比，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：

——乙酸酐的溶剂解吸-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：黄雪祥。

——马来酸酐的溶液吸收-高效液相色谱法

主要起草单位：山西省劳动卫生职业病防治研究所。

主要起草人：王金山。

——邻苯二甲酸酐的溶剂洗脱-气相色谱法

主要起草单位：上海市疾病预防控制中心。

主要起草人：傅慰祖。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 16215—1996 附录A；

——GBZ/T 160.60—2004。

# 工作场所空气有毒物质测定

## 第 118 部分：乙酸酐、马来酸酐和邻苯二甲酸酐

### 1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中乙酸酐的溶剂解吸-气相色谱法、马来酸酐的溶液吸收-高效液相色谱法和邻苯二甲酸酐的溶剂洗脱-气相色谱法。

本部分适用于工作场所空气中乙酸酐、马来酸酐和邻苯二甲酸酐浓度的检测。

### 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 乙酸酐、马来酸酐和邻苯二甲酸酐的基本信息

乙酸酐、马来酸酐和邻苯二甲酸酐的基本信息见表1。

表1 乙酸酐、马来酸酐和邻苯二甲酸酐的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
乙酸酐 (Acetic anhydride)	108-24-7	C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>3</sub>	102.09
马来酸酐 (顺丁烯二酸酐, Maleic anhydride)	108-31-6	C <sub>4</sub> H <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	98.06
邻苯二甲酸酐 (Phthalic anhydride)	85-44-9	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CO) <sub>2</sub> O	148.11

### 4 乙酸酐的溶剂解吸-气相色谱法

#### 4.1 原理

空气中的蒸气态乙酸酐用活性炭采集，丙酮解吸后进样，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：2m×4mm，Tenax；
  - 柱温：135℃；
  - 气化室温度：200℃；
  - 检测室温度：200℃；
  - 载气(氮)流量：35mL/min。

### 4.3 试剂

- 4.3.1 丙酮，色谱鉴定无干扰峰。
- 4.3.2 Tenax，60 目~80 目。
- 4.3.3 标准溶液：容量瓶中加入丙酮，准确称量后，加入一定量的乙酸酐，再准确称量，用丙酮稀释至刻度，由两次称量之差计算溶液的浓度，为标准贮备液。临用前，用丙酮稀释成 500.0μg/mL 乙酸酐标准溶液。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 200mL/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 7d。
- 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，加入 1.0mL 丙酮，封闭后，解吸 30min，不时振摇
- 4.5.2 标准曲线的制备：取 4 支~7 支容量瓶，用丙酮稀释标准溶液成 0.0μg/mL~500.0μg/mL 浓度范围的乙酸酐标准系列。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乙酸酐浓度(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乙酸酐的浓度(μg/mL)。样品溶液供测定。若样品溶液中乙酸酐浓度超过测定范围，用丙酮稀释后测定，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)计算空气中乙酸酐的浓度：

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

式中：

$C$  ——空气中乙酸酐的浓度，单位为毫克每立方米 ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )；

$c_1$ 、 $c_2$ ——测得的前后段样品溶液中乙酸酐的浓度(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 ( $\text{mL}$ )；

$V_0$  ——标准采样体积，单位为升 ( $\text{L}$ )；

$D$  ——解吸效率，%。

4.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度 ( $C_{\text{TWA}}$ ) 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  $6\mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量下限为  $20\mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量测定范围为  $20\mu\text{g}/\text{mL}\sim 500\mu\text{g}/\text{mL}$ ；以采集 3L 空气样品计，最低检出浓度为  $2\text{mg}/\text{m}^3$ ，最低定量浓度为  $7\text{mg}/\text{m}^3$ ；相对标准偏差为 1.4%~5.3%，穿透容量 (100mg 活性炭)  $>4\text{mg}$ ，平均解吸效率  $>90\%$ 。应测定每批活性炭管的解吸效率。

4.7.2 乙酸甲酯、甲酸、乙酸和乙醛不干扰测定。

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。

### 5 马来酸酐的溶液吸收-高效液相色谱法

#### 5.1 原理

空气中的蒸气态和雾态马来酸酐用装有磷酸溶液的多孔玻板吸收管采集，直接进样，经  $\text{C}_{18}$  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。

#### 5.2 仪器

5.2.1 多孔玻板吸收管。

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

5.2.3 针头式过滤器，有机相，孔径  $0.45\mu\text{m}$ 。

5.2.4 高效液相色谱仪，具紫外检测器，测定波长  $254\text{nm}$ 。仪器操作参考条件：

- a) 色谱柱： $250\text{mm}\times 4.6\text{mm}\times 5\mu\text{m}$ ， $\text{C}_{18}$ ；
- b) 流动相：磷酸溶液 (5.3.2)；
- c) 流动相流量： $1\text{mL}/\text{min}$ 。

#### 5.3 试剂

5.3.1 实验用水为蒸馏水，试剂为分析纯。

5.3.2 磷酸溶液，0.01% (体积分数)。

5.3.3 标准溶液：准确称取一定量的马来酸酐 (色谱纯)，溶于磷酸溶液中，定量转移入容量瓶中，并定容。此溶液为标准贮备液。临用前，用磷酸溶液稀释成  $15.0\mu\text{g}/\text{mL}$  马来酸酐标准溶液。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，用装有 10.0mL 磷酸溶液的多孔玻板吸收管，以 1.0L/min 流量采集  $\geq 15$ min 空气样品。采样后，立即封闭吸收管的进出气口，置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存 3d。

5.4.3 样品空白：在采样点，打开装有 10.0mL 磷酸溶液的多孔玻板吸收管的进出气口，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。

## 5.5 分析步骤

5.5.1 样品处理：用吸收管中的样品溶液洗涤进气管内壁 3 次后，将样品溶液吹入具塞试管中，供测定。

5.5.2 标准曲线的制备：取 4 支~7 支容量瓶，用磷酸溶液稀释标准溶液成 0.0  $\mu\text{g/mL}$ ~15.0  $\mu\text{g/mL}$  浓度范围的马来酸酐标准系列。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  $\mu\text{L}$ ，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马来酸酐浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ ) 绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应  $\geq 0.999$ 。

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，测得的峰高或峰面积值由标准曲线或回归方程得样品溶液中马来酸酐的浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ )。若样品溶液中待测物浓度超过测定范围，用磷酸溶液稀释后测定，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) 计算空气中马来酸酐的浓度。

$$C = \frac{10C_0}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$C$ ——空气中马来酸酐的浓度，单位为毫克每立方米 ( $\text{mg/m}^3$ )；

10——样品溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

$C_0$ ——测得的样品溶液中马来酸酐的浓度 (减去样品空白)，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )；

$V_0$ ——标准采样体积，单位为升 (L)。

5.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度 ( $C_{\text{TWA}}$ ) 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 0.13  $\mu\text{g/mL}$ ，定量下限为 0.43  $\mu\text{g/mL}$ ，定量测定范围为 0.43  $\mu\text{g/mL}$ ~15  $\mu\text{g/mL}$ ；以采集 15L 空气样品计，最低检出浓度为 0.09  $\text{mg/m}^3$ ，最低定量浓度为 0.3  $\text{mg/m}^3$ ；相对标准偏差为 0.8%~3.4%，平均采样效率为 99.9%。

5.7.2 流动相的 pH 值对测定有影响，应使用同一批配制的流动相。

5.7.3 现场空气中可能共存的化学物质不干扰测定。

## 6 邻苯二甲酸酐的溶剂洗脱-气相色谱法

### 6.1 原理

空气中的气溶胶态邻苯二甲酸酐用超细玻璃纤维滤纸采集，丙酮洗脱后进样，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。

## 6.2 仪器

- 6.2.1 超细玻璃纤维滤纸。
- 6.2.2 小采样夹，滤料直径为 25mm。
- 6.2.3 空气采样器，流量范围为 0L/min~5L/min。
- 6.2.4 具塞试管，5mL。
- 6.2.5 微量注射器。
- 6.2.6 气相色谱仪，具氢焰离子化检测器，仪器操作参考条件：
  - a) 色谱柱：2m×4mm，聚丁二酸乙醇酯:磷酸:101 硅烷化白色担体 = 5:1.5:100；
  - b) 柱温：175℃；
  - c) 气化室温度：220℃；
  - d) 检测室温度：220℃；
  - e) 载气(氮)流量：25mL/min。

## 6.3 试剂

- 6.3.1 丙酮，色谱鉴定无干扰峰。
- 6.3.2 聚丁二酸乙醇酯，色谱固定液。
- 6.3.3 101 硅烷化白色担体，60 目~80 目。
- 6.3.4 磷酸， $\rho_{25}=1.69\text{g/mL}$ ，分析纯。
- 6.3.5 标准溶液：准确称取一定量的邻苯二甲酸酐，溶于丙酮，定量转移入容量瓶中，并定容。此溶液为标准贮备液。临用前，用丙酮稀释成 200.0 $\mu\text{g/mL}$  邻苯二甲酸酐标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

## 6.4 样品的采集、运输和保存

- 6.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。
- 6.4.2 短时间采样：在采样点，用装有超细玻璃纤维滤纸的小采样夹，以 2.0L/min 流量采集 $\leq 15\text{min}$  空气样品。采样后，打开采样夹，取出滤纸，接尘面朝里对折，放入具塞试管中，置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存 7d。
- 6.4.3 样品空白：在采样点，打开装有超细玻璃纤维滤纸的小采样夹，立即取出滤纸，放入具塞试管中，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。

## 6.5 分析步骤

- 6.5.1 样品处理：向装有超细玻璃纤维滤纸的具塞试管中加入 1.0mL 丙酮，封闭后，洗脱 10min，不时振摇。样品溶液供测定。
- 6.5.2 标准曲线的制备：取 4 支~7 支容量瓶，用丙酮稀释标准溶液成 0.0 $\mu\text{g/mL}$ ~200.0 $\mu\text{g/mL}$  浓度范围的邻苯二甲酸酐标准系列。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 1.0  $\mu\text{L}$ ，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酐浓度( $\mu\text{g/mL}$ ) 绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应 $\geq 0.999$ 。
- 6.5.3 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酐的浓度( $\mu\text{g/mL}$ )。若样品溶液中待测物浓度超过测定范围，用丙酮稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

## 6.6 计算

6.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

6.6.2 按式 (3) 计算空气中邻苯二甲酸酐的浓度。

$$C = \frac{C_0 v}{V_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$C$ ——空气中邻苯二甲酸酐的浓度, 单位为毫克每立方米 ( $\text{mg}/\text{m}^3$ );

$C_0$ ——测得的样品溶液中邻苯二甲酸酐的浓度 (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 ( $\text{mL}$ );

$V_0$ ——标准采样体积, 单位为升 ( $\text{L}$ )。

## 6.7 说明

6.7.1 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  $0.9 \mu\text{g}/\text{mL}$ , 定量下限为  $3 \mu\text{g}/\text{mL}$ , 定量测定范围为  $3 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 200 \mu\text{g}/\text{mL}$ ; 以采集 30L 空气样品计, 最低检出浓度为  $0.03 \text{mg}/\text{m}^3$ , 最低定量浓度为  $0.1 \text{mg}/\text{m}^3$ ; 平均采样效率  $>95\%$ , 平均洗脱效率  $>95\%$ 。

6.7.2 现场可能共存的顺丁烯二酸酐和 1,4-萘醌不干扰测定。

6.7.3 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。