

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.134—2017
部分代替 GBZ/T 160.68—2007

工作场所空气有毒物质测定 第 134 部分：丙酮氰醇和苄基氰

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 134: Acetone cyanhydrin and phenylacetonitrile

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134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 160.68—2007《工作场所空气有毒物质测定 腈类化合物》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：

——苯基氰的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：湖北省疾病预防控制中心。

主要起草人：梁禄、张国祥。

——丙酮氰醇的溶液吸收-异烟酸钠-巴比妥酸钠分光光度法

主要起草单位：中山医科大学。

主要起草人：许发茂。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 17071—1997；

——GBZ/T 160.68—2004；

——GBZ/T 160.68—2007。

工作场所空气有毒物质测定

第 134 部分：丙酮氰醇和苄基氰

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中丙酮氰醇的溶液吸收-异烟酸钠-巴比妥酸钠分光光度法和苄基氰的溶剂解吸-气相色谱法。

本部分适用于工作场所空气中丙酮氰醇和苄基氰浓度的检测。

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 丙酮氰醇和苄基氰的基本信息

丙酮氰醇和苄基氰的基本信息见表1。

表1 丙酮氰醇和苄基氰的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
丙酮氰醇 (2-羟基异丁腈, Acetone cyanohydrin)	75-86-5	$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})\text{CNCH}_3$	85.11
苄基氰 (苯乙腈, Phenylacetonitrile)	140-29-4	$\text{C}_8\text{H}_9\text{N}$	119.16

4 丙酮氰醇的溶液吸收-异烟酸钠-巴比妥酸钠分光光度法

4.1 原理

空气中的蒸气态丙酮氰醇用装有氢氧化钠溶液的大气泡吸收管采集，在碱性溶液中，丙酮氰醇分解出的氰化氢和异烟酸钠-巴比妥酸钠反应，生成紫红色，用分光光度计在599nm波长下测量吸光度，进行定量。

4.2 仪器

4.2.1 大气泡吸收管。

4.2.2 空气采样器，流量 0mL/min~500mL/min。

- 4.2.3 具塞比色管, 10mL。
- 4.2.4 恒温水浴锅。
- 4.2.5 分光光度计, 具 1cm 比色皿。

4.3 试剂

- 4.3.1 实验用水为蒸馏水, 试剂为分析纯。
- 4.3.2 吸收液 (4g/L 氢氧化钠溶液)。
- 4.3.3 酚酞溶液, 2g/L。
- 4.3.4 乙酸溶液, 5% (体积分数)。
- 4.3.5 缓冲溶液, pH=5.8: 6.80g 磷酸二氢钾和 0.76g 磷酸氢二钠溶于 100mL 水中。
- 4.3.6 氯胺 T 溶液, 10g/L: 临用前配制。
- 4.3.7 异烟酸钠-巴比妥酸钠溶液: 1g 异烟酸和 1g 巴比妥酸溶于 100mL 吸收液中, 必要时过滤, 滤液置于棕色瓶中, 冰箱内保存。
- 4.3.8 标准溶液: 容量瓶中加入水, 准确称量后, 加入一定量的丙酮氰醇, 再准确称量, 加水至刻度; 由两次称量之差计算溶液的浓度。用吸收液稀释成 0.1mg/mL 标准贮备液。于室温下可保存 10d, 4℃ 冰箱内可保存 30d。临用前, 用吸收液稀释成 10.0μg/mL 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, 串联两支装有 5.0mL 吸收液的大气泡吸收管, 以 200mL/min 流量采集 ≤15min 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 7d。
- 4.4.3 样品空白: 在采样点, 打开装有 5.0mL 吸收液的大气泡吸收管的进出气口, 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。

4.5 分析步骤

- 4.5.1 样品处理: 用吸收管中的样品溶液洗涤进气管内壁 3 次后, 取 1.0mL 样品溶液, 置具塞比色管中, 加入 4.0mL 吸收液, 供测定。
- 4.5.2 标准曲线的制备: 取 5 支~8 支具塞比色管, 分别加入 0.0mL~0.80mL 标准溶液, 各加吸收液至 5.0mL, 配成 0.0μg/mL~1.60μg/mL 浓度范围的丙酮氰醇标准系列。向各管加入 1 滴酚酞溶液, 用乙酸溶液中和至褪色, 各加入 1.5mL 缓冲溶液, 0.2mL 氯胺 T 溶液, 封闭摇匀, 放置 5min 后, 加入 2.5mL 异烟酸钠-巴比妥酸钠溶液, 加水至 10.0mL; 置 40℃ 水浴中 45min; 取出冷却后, 用分光光度计在 599nm 波长下, 分别测定标准系列各浓度的吸光度。以测得的吸光度对应的丙酮氰醇浓度 (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, 测得的吸光度值由标准曲线或回归方程得样品溶液中丙酮氰醇的浓度 (μg/mL)。若样品溶液中丙酮氰醇浓度超过测定范围, 用吸收液稀释后测定, 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) 计算空气中丙酮氰醇的浓度:

$$C = \frac{5(c_1 + c_2)}{V_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- C ——空气中丙酮氰醇的浓度，单位为毫克每立方米（ mg/m^3 ）；
 5 ——样品溶液的体积，单位为毫升（ mL ）；
 $c_1、c_2$ ——测得的前后管样品溶液中丙酮氰醇的浓度（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 ）。

4.7 说明

- 4.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的定量下限为 $0.02\mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量测定范围为 $0.02\mu\text{g}/\text{mL} \sim 1.60\mu\text{g}/\text{mL}$ ；以采集 3L 空气样品计，最低定量浓度为 $0.03\text{mg}/\text{m}^3$ ；平均采样效率 $>95\%$ 。
 4.7.2 显色时的温度、时间和 pH 值对测定结果影响很大，应严格控制。
 4.7.3 氰化氢和水合肼干扰测定。

5 苄基氰的溶剂解吸-气相色谱法

5.1 原理

空气中的蒸气态苄基氰用活性炭采集，丙酮-二硫化碳溶液解吸后进样，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。

5.2 仪器

- 5.2.1 活性炭管，溶剂解吸型，内装 100mg/50mg 活性炭。
 5.2.2 空气采样器，流量范围 $0\text{mL}/\text{min} \sim 500\text{mL}/\text{min}$ 。
 5.2.3 溶剂解吸瓶，5mL。
 5.2.4 微量注射器。
 5.2.5 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： $30\text{m} \times 0.32\text{mm} \times 0.5\mu\text{m}$ ，FFAP；
 b) 柱温： 170°C ；
 c) 气化室温度： 230°C ；
 d) 检测室温度： 260°C ；
 e) 载气(氮)流量： $1\text{mL}/\text{min}$ ；
 f) 分流比：10:1。

5.3 试剂

- 5.3.1 解吸液（丙酮-二硫化碳溶液）：用二硫化碳稀释 25mL 丙酮至 100mL，色谱鉴定无干扰峰。
 5.3.2 标准溶液：容量瓶中加入解吸液，准确称量后，加入一定量的新蒸馏的苄基氰，再准确称量，加解吸液至刻度；由两次称量之差计算溶液的浓度，为标准贮备液。临用前，用解吸液稀释成 $200.0\mu\text{g}/\text{mL}$ 苄基氰标准溶液。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，打开活性炭管两端，以 $200\text{mL}/\text{min}$ 流量采集 15min 空气样品。

- 5.4.3 长时间采样：在采样点，打开活性炭管两端，以 50mL/min 流量采集 2h~8h 空气样品。
- 5.4.4 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。
- 5.4.5 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。

5.5 分析步骤

- 5.5.1 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 解吸液，封闭后，解吸 30min，不时振摇。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，用解吸液稀释标准溶液成 0.0μg/mL~200.0μg/mL 浓度范围的苯基氰标准系列。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应的苯基氰浓度(μg/mL)绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应≥0.999。
- 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苯基氰的浓度(μg/mL)。若样品溶液中苯基氰浓度超过测定范围，用解吸液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

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)计算空气中苯基氰的浓度：

5.6.3

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

式中：

- C ——空气中苯基氰的浓度，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苯基氰的浓度(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，%。

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 0.44μg/mL，定量下限为 1.5 μg/mL，定量测定范围为 1.5μg/mL~200μg/mL；以采集 3L 空气样品计，最低检出浓度为 0.15mg/m³，最低定量浓度为 0.5mg/m³；相对标准偏差<5%，平均解吸效率>95%。应测定每批活性炭管的解吸效率。
- 5.7.2 本法也可采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。