

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.143—2017
部分代替 GBZ/T 160.72—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 143 部分：对硝基苯胺

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 143: p-Nitroaniline

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143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 160.72—2004《工作场所空气有毒物质测定 芳香族胺类化合物》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；

——溶剂解吸-气相色谱法改用了毛细管色谱柱；

——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：

——对硝基苯胺的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：广东省职业病防治院、浙江省医学科学院。

主要起草人：陈利平、叶能权、唐红芳、刘丹华。

——对硝基苯胺的溶剂解吸-紫外分光光度法

主要起草单位：天津市疾病预防控制中心。

主要起草人：李志华、刘黛莉。

——对硝基苯胺的溶剂解吸-高效液相色谱法

主要起草单位：广东省职业病防治院。

主要起草人：黄淑莲、叶能权。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 16242—1996附录A；

——WS/T 159—1999；

——GBZ/T 160.72—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第 143 部分：对硝基苯胺

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中对硝基苯胺的溶剂解吸-气相色谱法、高效液相色谱法和紫外分光光度法。

本部分适用于工作场所空气中蒸气态对硝基苯胺浓度的检测。

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 对硝基苯胺的基本信息

对硝基苯胺的基本信息见表1。

表1 对硝基苯胺的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
对硝基苯胺 (p-Nitroaniline)	100-01-6	$\text{NO}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2$	138.1

4 对硝基苯胺的溶剂解吸-高效液相色谱法

4.1 原理

空气中的蒸气态对硝基苯胺用硅胶采集，甲醇解吸后进样，经 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。

4.2 仪器

- 4.2.1 硅胶管，溶剂解吸型，内装 200mg/100mg 硅胶。
- 4.2.2 空气采样器，流量范围 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，滤料孔径 0.45 μm 。

4.2.5 微量注射器。

4.2.6 高效液相色谱仪，具紫外检测器，测定波长 250nm；仪器操作参考条件：

- a) 色谱柱：250mm×4.6mm×5μm，C₁₈；
- b) 柱温：室温；
- c) 流动相：甲醇；
- d) 流动相流量：0.7mL/min。

4.3 试剂

4.3.1 甲醇，色谱鉴定无干扰峰。

4.3.2 标准溶液：准确称取一定量的对硝基苯胺，溶于甲醇，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，用甲醇稀释成 20.0μg/mL 对硝基苯胺溶液。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，用硅胶管以 200mL/min 流量采集 15 min 空气样品。

4.4.3 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。

4.4.4 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。

4.4.5 样品空白：在采样点，打开硅胶管两端，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：将前后段硅胶分别倒入两支溶剂解吸瓶中，各加入 2.0mL 甲醇，解吸 30min。不时振摇，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，用甲醇稀释标准溶液成 0.0μg/mL~20.0μg/mL 浓度范围的对硝基苯胺标准系列。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 5.0 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对硝基苯胺浓度 (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对硝基苯胺的浓度 (μg/mL)。若样品溶液中待测物浓度超过测定范围，用甲醇稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

4.6 计算

4.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将空气采样体积换算成标准采样体积。

4.6.2 按式 (1) 计算空气中对硝基苯胺的浓度：

$$C = \frac{2(c_1 + c_2)}{V_0 D} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C ——空气中对硝基苯胺的浓度，单位为毫克每立方米 (mg/m³)；

2 ——样品溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

c_1 、 c_2 ——测得的前后段样品溶液中对硝基苯胺的浓度 (减去样品空白)，单位为微克每毫升 (μg/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。本法的检出限为 $1\mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量下限为 $3.3\mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量测定范围为 $3.3\mu\text{g}/\text{mL}\sim 20\mu\text{g}/\text{mL}$ ；以采集 3L 空气样品计，最低检出浓度为 $0.7\text{mg}/\text{m}^3$ ，最低定量浓度为 $2.3\text{mg}/\text{m}^3$ ；平均相对标准偏差 $<5\%$ ，穿透容量（200mg 硅胶）为 22.2mg，平均解吸效率 $>95\%$ 。应测定每批硅胶管的解吸效率。

4.7.2 本法只适用于蒸气态对硝基苯胺的测定。若空气中存在气溶胶态的对硝基苯胺时，应增加超细玻璃纤维滤纸采样，用甲醇洗脱后，同本法测定。

4.7.3 现场可能共存的化学物质不干扰测定。

5 对硝基苯胺的溶剂解吸-气相色谱法

5.1 原理

空气中的蒸气态对硝基苯胺用硅胶采集，无水乙醇解吸后进样，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。

5.2 仪器

5.2.1 硅胶管：溶剂解吸型，内装 200mg/100mg 硅胶。

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： $30\text{m}\times 0.32\text{mm}\times 0.25\mu\text{m}$ ，HP-5；
- b) 柱温：初温 150°C ，保持 1min，以 $20^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温至 280°C ，保持 1min；
- c) 气化室温度： 300°C ；
- d) 检测室温度： 320°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 无水乙醇，色谱鉴定无干扰峰。

5.3.2 标准溶液：准确称取一定量的对硝基苯胺，溶于无水乙醇，定量转移入容量瓶中，并稀释至刻度。此溶液为标准贮备液。临用前再用无水乙醇稀释成 $150.0\mu\text{g}/\text{mL}$ 对硝基苯胺标准溶液。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，用硅胶管以 $200\text{mL}/\text{min}$ 流量采集 15min 空气样品。

5.4.3 长时间采样：在采样点，用硅胶管以 $50\text{mL}/\text{min}$ 流量采集 1h~4h 空气样品。

5.4.4 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。

5.4.5 样品空白：在采样点，打开硅胶管两端，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：将前后段硅胶分别倒入两支溶剂解吸瓶中，各加入 1.0mL 无水乙醇，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，用无水乙醇稀释标准溶液成 0.0 $\mu\text{g/mL}$ ~150.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围的对硝基苯胺标准系列。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 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对硝基苯胺浓度 ($\mu\text{g/mL}$) 绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应 ≥ 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对硝基苯胺的浓度 ($\mu\text{g/mL}$)。若样品溶液中待测物的浓度超过测定范围，用无水乙醇稀释后测定，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) 计算空气中对硝基苯胺的浓度：

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

式中：

C ——空气中对硝基苯胺的浓度，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对硝基苯胺的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

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，%。

5.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度 (C_{TWA}) 按 GBZ 159 规定计算。

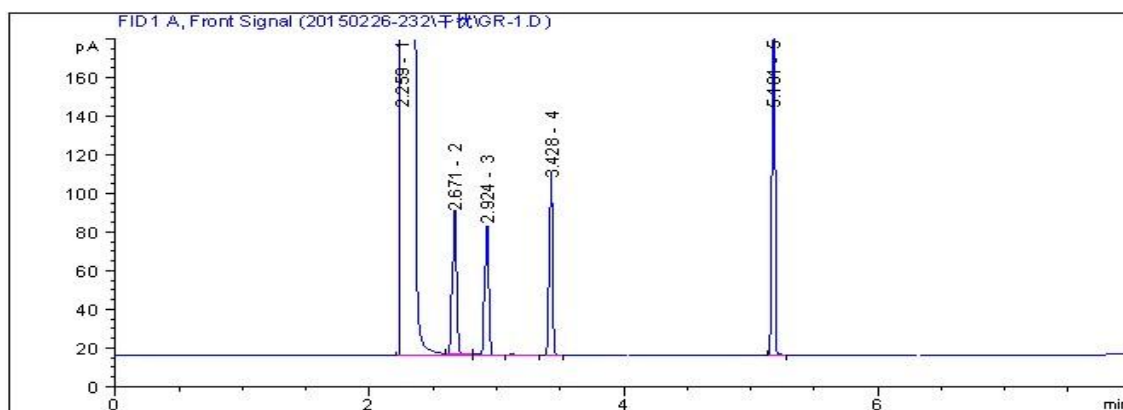
5.7 说明

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 0.7 $\mu\text{g/mL}$ ，定量下限为 2.3 $\mu\text{g/mL}$ ，定量测定范围为 2.3 $\mu\text{g/mL}$ ~150 $\mu\text{g/mL}$ ；以采集 3L 空气样品计，最低检出浓度为 0.2 mg/m^3 ，最低定量浓度为 0.7 mg/m^3 ；相对标准偏差为 4.8%~9.5%，穿透容量（200mg 硅胶）为 22.2mg，平均解吸效率 $> 95\%$ 。应测定每批硅胶管的解吸效率。

5.7.2 本法只适用于蒸气态对硝基苯胺的测定；若空气中存在气溶胶态的对硝基苯胺时，应增加超细玻璃纤维滤纸采样，用无水乙醇洗脱后，同本法测定。

5.7.3 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。

5.7.4 本法的色谱分离图见图 1。由图可见，对硝基苯胺峰形良好，与溶剂峰完全分离；乙醇、苯胺、二甲基苯胺、对硝基氯苯、对硝基苯胺先后出峰，且各峰分离良好，说明此法中 3 种可能共存的化学物质不干扰测定。



说明:

- 1——无水乙醇;
- 2——苯胺;
- 3——二甲基苯胺;
- 4——对硝基氯苯;
- 5——对硝基苯胺。

图 1 色谱分离图

6 对硝基苯胺的溶剂解吸-紫外分光光度法

6.1 原理

空气中的蒸气态对硝基苯胺用硅胶采集，乙醇解吸后，用紫外分光光度计在372nm波长下测定吸光度，进行定量。

6.2 仪器

- 6.2.1 硅胶管，溶剂解吸型，内装 200mg/100mg 硅胶。
- 6.2.2 空气采样器，流量范围 0mL/min~500mL/min。
- 6.2.3 具塞试管，5mL。
- 6.2.4 紫外分光光度计，具 1cm 石英比色杯。

6.3 试剂

- 6.3.1 乙醇，95%（体积分数），分析纯。
- 6.3.2 标准溶液：准确称取一定量的对硝基苯胺，溶于乙醇，定量转移入容量瓶中，加乙醇至刻度，此溶液为标准贮备液。临用前，用乙醇稀释成 10.0μg/mL 对硝基苯胺标准溶液。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，用硅胶管两端以 200mL/min 流量采集 15min 空气样品。
- 6.4.3 长时间采样：在采样点，用硅胶管两端以 50mL/min 流量采集 1h~4h 空气样品。
- 6.4.4 采样后，立即密封硅胶管的两端，置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存 7d。

6.4.5 样品空白：在采样点，打开硅胶管两端，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。

6.5 分析步骤

6.5.1 样品处理：将前后段硅胶分别倒入两支具塞试管中，各加入4.0mL乙醇，解吸30min，不时振荡。样品溶液供测定。

6.5.2 标准曲线的制备：取5支~8支具塞比色管，分别加入0.0mL~4.0mL标准溶液，各加乙醇至4.0mL，配成0.0μg/mL~10.0μg/mL浓度范围的对硝基苯胺标准系列。摇匀后，用紫外分光光度计于372nm波长下，分别测定标准系列各浓度的吸光度。以测得的吸光度对相应的对硝基苯胺浓度(μg/mL)绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应≥0.999。

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，测得的吸光度值由标准曲线或回归方程得样品溶液中对硝基苯胺的浓度(μg/mL)。若样品溶液中待测物浓度超过测定范围，用乙醇稀释后测定，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)计算空气中对硝基苯胺的浓度：

$$C = \frac{4(c_1 + c_2)}{V_0 D} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

C ——空气中对硝基苯胺的浓度，单位为毫克每立方米 (mg/m^3)；

4 ——样品溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

c_1 、 c_2 ——测得的前后段样品溶液中对硝基苯胺的浓度(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)；

D ——解吸效率，%。

6.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度 (C_{TWA}) 按GBZ 159规定计算。

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。本法的定量下限为0.2μg/mL，定量测定范围为0.2μg/mL~10μg/mL；以采集3L空气样品计，最低定量浓度为0.3mg/m³；相对标准偏差为1.9%~3.5%，穿透容量(200mg硅胶)为22.2mg，解吸效率为92.7%~102.4%。应测定每批硅胶管的解吸效率。

6.7.2 苯胺、对硝基氯苯、二甲基苯胺不干扰测定。

6.7.3 本法只适用于蒸气态对硝基苯胺的测定；若空气中存在气溶胶态的对硝基苯胺时，应增加超细玻璃纤维滤纸采样，用95% (体积分数)乙醇洗脱后，同本法测定。