

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.162—2018

工作场所空气有毒物质测定 第 162 部分：苯醌

Determination of toxic substances in workplace air—

Part 162:Benzoquinone

2018 - 07 - 16 发布

2019 - 07 - 01 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布

前 言

本部分为GBZ/T 300《工作场所空气有毒物质测定》的第162部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分主要起草单位：山东省职业卫生与职业病防治研究院、中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所、江苏省疾病预防控制中心、河北省疾病预防控制中心、北京市劳动保护科学研究所、辽宁省疾病预防控制中心、济南市疾病预防控制中心。

本部分主要起草人：张志虎、张梦萍、孟潇、邹薇、谭枫、许建宁、潘兴富、王全凯、唐仕川、付朝晖、张恒东、张锋、李建国、秦振顺、宁康、于志刚、刘仲、刘岚铮、门金龙、邵华。

工作场所空气有毒物质测定 第162部分：苯醌

1 范围

GBZ/T 300 的本部分规定了测定工作场所空气中苯醌的溶剂解吸—高效液相色谱法。本部分适用于工作场所空气中蒸气态苯醌浓度的测定。

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

3 苯醌的基本信息

苯醌的基本信息见表1。

表1 苯醌的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS 号)	分子式	相对分子质量
苯醌 (Benzoquinone)	106-51-4	C ₆ H ₄ O ₂	108.10

4 苯醌的溶剂解吸—高效液相色谱法

4.1 原理

空气中蒸气态的苯醌用硅胶管采集，2,4-二硝基苯肼乙腈溶液解吸，苯醌与2,4-二硝基苯肼在常温下可迅速反应，生成淡黄色的2,4-二硝基苯腙，经高效液相色谱C₁₈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0mL/min~1000mL/min。

4.2.3 溶剂解吸瓶：5mL。

4.2.4 微量注射器：10μL、50μL。

4.2.5 电子天平：十万分之一。

4.2.6 高效液相色谱仪，紫外检测器。

仪器操作参考条件：

a) 色谱柱：C₁₈柱，4.6mm×250mm×5μm；

b) 流动相：乙腈/水=65/35（体积比）；

- c) 检测波长: 390nm;
- d) 流速: 1.0mL/min;
- e) 进样量: 20 μ L。

4.3 试剂材料

- 4.3.1 试验用水为双蒸水。
- 4.3.2 乙腈(色谱纯), 色谱鉴定无干扰杂峰。
- 4.3.3 2,4-二硝基苯肼(液相色谱纯)。
- 4.3.4 磷酸, 85%(体积分数), 分析纯。
- 4.3.5 对苯醌(色谱纯), >99.5%。
- 4.3.6 解吸液: 取2,4-二硝基苯肼0.10g、85%(体积分数)的磷酸0.5mL至100mL容量瓶中, 加乙腈至刻度, 混匀。
- 4.3.7 苯醌标准溶液: 准确称取0.1000g苯醌加入10mL容量瓶中, 加乙腈至刻度, 此液为标准贮备液, 浓度为10.0mg/mL, 在冰箱内冷藏(4 $^{\circ}$ C)可放置3个月。临用前用乙腈稀释成100.0 μ g/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, 打开硅胶管两端, 以 200 mL/min 流量采集 15min 空气样品。
- 4.4.3 长时间采样: 在采样点, 打开硅胶管两端, 以 50mL/min 流量采集 1h~4h 空气样品。
- 4.4.4 个体采样: 在采样点打开硅胶管两端, 佩戴在监测对象的前胸上部, 尽量接近呼吸带, 以 50mL/min 流量采集 1h~4h 空气样品。
- 4.4.5 样品空白: 将硅胶管带至采样点, 除不采集空气外, 其余操作同样品, 作为样品的空白对照。
- 4.4.6 采样后立即封闭硅胶管两端, 置于清洁容器内运输和保存, 室温可保存 14d。

4.5 分析步骤

- 4.5.1 样品处理: 将采样的硅胶管前后段分别倒入样品解吸瓶中, 各加入 2.0mL 解吸液, 封闭后, 振摇 1min, 室温下放置反应 2h 后测定。
- 4.5.2 标准曲线绘制: 用解吸液稀释苯醌标准液使其浓度范围为 0.0~25.0 μ g/mL, 封闭后, 振摇 1min, 室温下放置反应 2h 后测定。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 20 μ L, 测定各标准系列, 每个浓度重复测定 3 次, 以测得的峰高或峰面积的均值对相应的苯醌浓度(μ g/mL)绘制标准曲线。
- 4.5.3 样品测定: 用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白解吸液, 测得峰高或峰面积值, 由标准曲线得苯醌的浓度(μ g/mL)。若解吸液中苯醌浓度超过测定范围, 可用解吸液稀释后再测定, 计算时乘以稀释倍数。

4.6 计算

- 4.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积:

$$V_0 = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V_0 —标准采样体积，单位为升（L）；
 V —采样体积，单位为升（L）；
 t —采样点的温度，单位为摄氏度（℃）；
 P —采样点的大气压，单位为千帕（kPa）。

4.6.2 按式（2）计算空气中苯醌的浓度：

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

式中：

- C —空气中苯醌的浓度，单位为毫克每立方米（ mg/m^3 ）；
 c_1 、 c_2 —测得前后段硅胶管解吸液中苯醌（减去样品空白）浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；
 v —解吸液体积，单位为毫升（ mL ）；
 V_0 —标准采样体积，单位为升（L）；
 D —解吸效率，%。

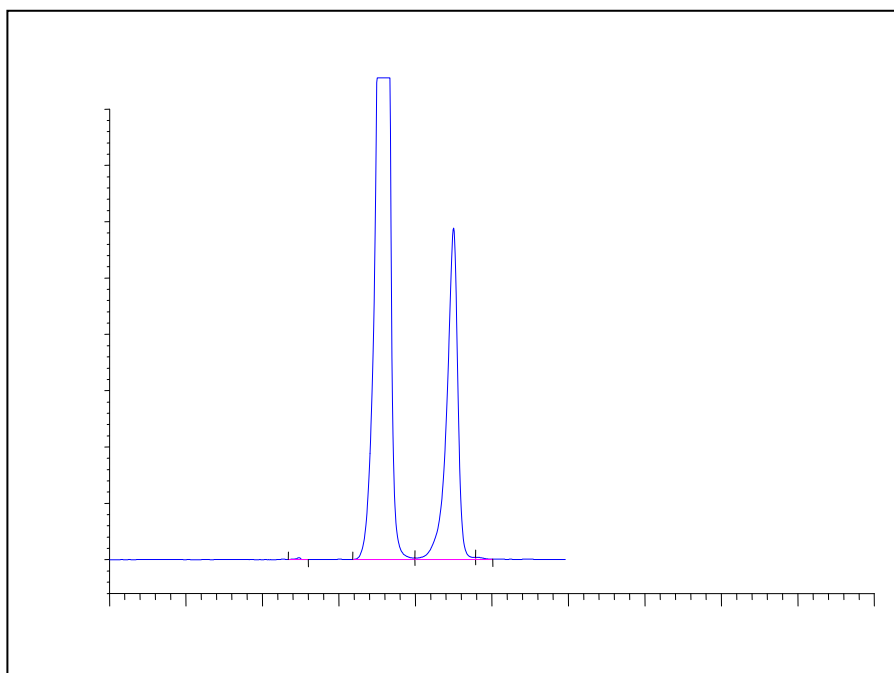
4.6.3 工作场所空气中苯醌的时间加权平均接触浓度（ C_{TWA} ）按 GBZ 159 规定计算。

4.7 说明

4.7.1 检出限以标准差法计算，本法的检出限为 $0.02 \mu\text{g}/\text{mL}$ ；定量下限为 $0.06 \mu\text{g}/\text{mL}$ ；最低检出浓度（以采集 3.0L 空气样品计）为 $0.013 \text{mg}/\text{m}^3$ ；定量下限浓度（以采集 3.0L 空气样品计）为 $0.04\text{mg}/\text{m}^3$ 。测量范围 $0.0 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 25.0 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，相对标准偏差 $1.81\% \sim 6.81\%$ 。本法平均采样效率为 100% ，平均解吸效率为 95.0% ，样品加标回收率 $93.3\% \sim 95.1\%$ ，穿透容量为 7.9mg 。

4.7.2 样品解吸测定方法：先将硅胶管的前段倒入解吸瓶中解吸并测定，如果测定结果显示未超出吸附剂的穿透容量时，后段可以不用解吸和测定；当测定结果显示超出吸附剂的穿透容量时，再将后段吸附剂倒入解吸瓶中解吸并测定，测定计算时将前后段的结果相加后作相应处理。

4.7.3 本法测定条件下，苯醌与 2,4-二硝基苯肼反应生成稳定的 2,4-二硝基苯腙，反应生成的 2,4-二硝基苯腙在酸性条件下至少可以稳定 24h；现场共存物苯胺、对苯二酚不与 2,4-二硝基苯肼反应，在测定条件下不出峰（色谱分离图见图 1）。



说明:

1——2,4-二硝基苯肼;

2——2,4-二硝基苯胺。

图1 色谱分离图