

广东省职业病防治院文件

粤职防质控〔2024〕11号

广东省职业卫生技术质量控制中心关于发布 《工作场所空气中二氧化硫的溶剂解吸-离子 色谱法》等 10 项技术指南的通知

各职业卫生技术服务机构：

为进一步规范广东省工作场所空气中部分有毒物质测定方法，我中心制定并发布《工作场所空气中二氧化硫的溶剂解吸-离子色谱法》等 10 项技术指南（详见附件），请遵照执行。

上述指南自印发之日起施行。

附件：1.工作场所空气中二氧化硫的溶剂解吸-离子色谱法
(GDOHTQC 029-2024)

- 2.工作场所空气中氯乙烯的溶剂解吸-气相色谱法
(GDOHTQC 030-2024)
- 3.工作场所空气中1,2-二氯乙烯的溶剂解吸-气相色谱法
(GDOHTQC 031-2024)
- 4.工作场所空气中三氯乙烷的溶剂解吸-气相色谱法
(GDOHTQC 032-2024)
- 5.工作场所空气中3种烷氧基乙醇类化合物的溶剂解吸-气相色谱法
(GDOHTQC 033-2024)
- 6.工作场所空气中乙酸乙烯酯的溶剂解吸-气相色谱法
(GDOHTQC 034-2024)
- 7.工作场所空气中二甲氧基甲烷的溶剂解吸-气相色谱法
(GDOHTQC 035-2024)
- 8.工作场所空气中硫酸和三氧化硫的溶剂洗脱-离子色谱法
(GDOHTQC 036-2024)
- 9.工作场所空气中氟化氢和氟化物的溶剂洗脱-离子色谱法
(GDOHTQC 037-2024)
- 10.工作场所空气中磷酸的溶剂洗脱-离子色谱法
(GDOHTQC 038-2024)

广东省职业卫生技术质量控制中心

(代章)

2024年11月20日

广东省职业卫生技术质量控制中心技术指南

GDOHTQC 029-2024

工作场所空气中二氧化硫的溶剂解吸-离子 色谱法

Determination of sulfur dioxide in workplace air by solvent
desorption- ion chromatography

2024-11-20 发布

2024-11-20 实施

广东省职业卫生技术质量控制中心 发布

前 言

本技术指南按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本技术指南由广东省职业卫生技术质量控制中心提出并归口。

本技术指南负责制定单位为广东省职业病防治院，参与制定单位有东莞市职业病防治院、江门市职业病防治所、佛山市职业病防治所、深圳市罗湖区疾病预防控制中心、佛山市南海区疾病预防控制中心、深圳市职业病防治院、广州市职业病防治院和惠州市职业病防治院。

本技术指南主要起草人：吴川、秦亦如、杨展鸿、蔡小璇、谭剑明、李娟、叶小莉、吴雪梅、负建培、阮燕梅、张琼、黄钧宜、王伟辉、罗晓婷、孙毅、董明、赖明珍、吴邦华、戎伟丰。

工作场所空气中二氧化硫的溶剂解吸-离子色谱法

1 范围

本技术指南规定了工作场所空气中二氧化硫的溶剂解吸-离子色谱法。
本技术指南适用于工作场所空气中气态二氧化硫浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本技术指南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技术指南。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本技术指南。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 原理

空气中气态的二氧化硫经分子筛固体吸附剂管采集，用水溶液解吸，在弱碱体系中用过氧化氢氧化后直接经阴离子交换色谱柱分离，电导检测器检测，以保留时间定性，峰面积或峰高定量。

4 仪器设备与材料

- 4.1 分子筛固体吸附剂管，内装 200mg/100mg，5A 分子筛，粒径 0.4-0.8 mm。
- 4.2 空气采样器，满足 0.05L/min~0.2L/min 的流量。
- 4.3 漩涡振荡器，转速为 0~2000 r/min。
- 4.4 具塞比色管，10.0 mL。
- 4.5 分析天平，感量 0.01mg。
- 4.6 离子色谱仪，具电导检测器。

5 试剂

- 5.1 实验用水为去离子水，试剂为分析纯。
- 5.2 二氧化硫（SO₂），国家认可的有证标准溶液（质量浓度为 100 mg/L）。
- 5.3 氢氧化钠溶液，4 g/L。
- 5.4 过氧化氢溶液，10%（v/v）。
- 5.5 碳酸钠，32 mmol/L。

5.6 碳酸氢钠，4 mmol/L。

6 样品的采集、运输和保存

6.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.2 样品采集

短时间采样时，用分子筛固体吸附剂管，以 0.20 L/min 流量采集 15min 空气样品。长时间采样时，用分子筛固体吸附剂管，以 0.05L/min 流量，采集 2h~8h 空气样品。

6.3 样品空白

将分子筛固体吸附剂管带至采样点，除不连接空气采样器采集空气样品外，其余操作同样品。每批次样品不少于 2 个样品空白。

6.4 样品运输和保存

样品采集后，立即封闭分子筛吸附剂管两端，与样品空白一起置于清洁容器内运输、保存和测定。样品在室温避光下可稳定保存 14 d。

7 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

- a) 分离柱：AG14A 阴离子色谱柱，4×250 mm；
- b) 抑制器：ASRSII型阴离子抑制器；
- c) 抑制器电流：40 mA ；
- d) 流速：1.0 mL/min；
- e) 流动相：A 相为水，B 相为 32mmol/L 碳酸钠和 4 mmol/L 碳酸氢钠的混合溶液，A:B=75:25(V:V)；
- f) 进样量：25 μ L。

7.2 标准系列溶液的配制与测定

以实验用水将二氧化硫标准溶液配制质量浓度为 0.1~16.0 mg/L 的标准系列。分别加入 0.1 mL 氢氧化钠溶液和 0.1 mL 过氧化氢溶液，振荡器振摇氧化反应 10 min，标准系列溶液测定范围根据样品溶液中二氧化硫的含量确定。

参照仪器操作条件，将离子色谱仪调节至最佳测定状态，由低浓度到高浓度依次测定标准系列溶液，以测得的峰面积值对相应的二氧化硫浓度（mg/L）计算回归方程。

7.3 样品处理与测定

将采过样的前、后段分子筛分别倒入10 mL具塞比色管中，在每个管中分别加入10 mL的实验室用水，再加入0.1 mL氢氧化钠溶液和0.1 mL过氧化氢溶液，振荡器振摇解吸、氧化反应10 min，用0.22 m针头式水相滤膜过滤后直接进样检测，测得的峰面积值由回归方程计算出二氧化硫的浓度(mg/L)。

若样品溶液中二氧化硫浓度超过标准系列溶液测定范围，可用去离子水稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

8 计算

8.1 按 GBZ 159 的方法和要求将样品的采样体积换算成样品的标准采样体积 (V_{20}):

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_{20} —样品的标准采样体积, 单位为升 (L);

V —样品的采样体积, 单位为升 (L);

t —样品采集时的空气温度, 单位为摄氏度 ($^{\circ}\text{C}$);

P —样品采集时的空气大气压, 单位为千帕 (kPa)。

8.2 按式 (2) 计算空气中二氧化硫的浓度:

$$\rho = \frac{\rho_1 v}{D_1 V_{20}} + \frac{\rho_2 v}{D_2 V_{20}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ —空气中二氧化硫的浓度, 单位为毫克每立方米 (mg/m^3);

ρ_1, ρ_2 —测得样品前、后段分子筛解吸液中二氧化硫的浓度 (减去样品空白), 单位为毫克每升 (mg/L);

v —样品解吸液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_{20} —标准采样体积, 单位为升 (L);

D_1, D_2 —与样品前、后段分子筛中二氧化硫剂量相当的解吸效率。

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

9 说明

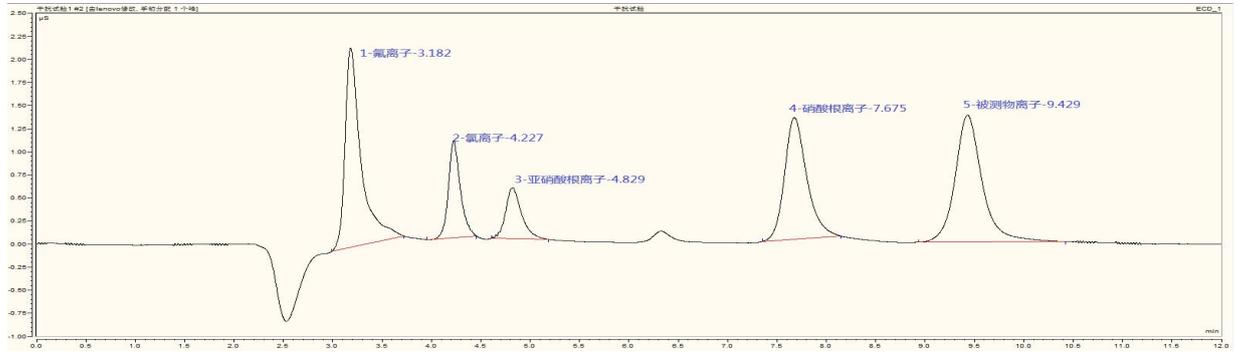
9.1 本技术指南的检出限为 0.02 mg/L, 定量下限为 0.07mg/L; 定量测定范围为 0.07mg/L~16.00mg/L。当采集 3.0L 样品, 解吸液体积为 10.0mL 时, 最低检出浓度为 0.07 mg/m³, 最低定量浓度为 0.23 mg/m³; 相对标准偏差为 1.73%~4.46%, 吸附容量 (200mg 分子筛) 大于 2.40mg, 采样效率为 100%, 解吸效率为 96.53%~99.35%。应测定每批分子筛固体吸附剂管的空白和解吸效率。

9.2 分子筛固体吸附剂管制备: 采用超纯水浸泡清洗分子筛 5~10 遍, 洗去残留硫化物和硫酸盐, 于干燥箱 100 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 1 h 后待用。裁取内径为 4 mm、外径为 6 mm 的玻璃管, 一端以弹簧和玻璃棉定位, 加入 200 mg 处理过的分子筛, 以玻璃棉隔离, 装入 100 mg 分子筛, 以弹簧和玻璃棉固定分子筛颗粒, 两端以胶帽密封待用。亦可购买符合要求的市售成品分子筛固体吸附剂管。

9.3 实验中使用的试剂和标准物质为易挥发或具有刺激性的有毒化学物质, 操作过程应在通风柜中进行, 并按要求佩戴防护用品, 避免吸入呼吸道及接触皮肤和衣物。

9.4 本技术指南也可使用等效的其他色谱柱测定, 并根据实际情况调整仪器操作参考条件。

9.5 在本技术指南的仪器操作参考条件下, 硫酸根与空气中常见的 Cl^- 、 NO_2^- 、 NO_3^- 、 F^- 等阴离子在该方法中能得到较好的分离, 不会干扰二氧化硫的测定。硫酸根与共存物离子的色谱分离图见图 1。



说明:

1— F^- , 3.182min;

2— Cl^- , 4.227min;

3— NO_2^- , 4.829min;

4— NO_3^- , 7.675min;

5—硫酸根, 9.429min。

图 1 硫酸根与共存物离子的色谱分离图

附件 2

广东省职业卫生技术质量控制中心技术指南

GDOHTQC 030—2024

工作场所空气中氯乙烯的 溶剂解吸-气相色谱法

Determination of vinyl chloride in workplace air by solvent desorption-gas
chromatography

2024-11-20 发布

2024-11-20 实施

广东省职业卫生技术质量控制中心 发布

前 言

本技术指南按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本技术指南由广东省职业卫生技术质量控制中心提出并归口。

本技术指南负责制定单位为广东省职业病防治院，参与制定单位有广州市职业病防治院、江门市职业病防治所、深圳市职业病防治院、阳江市疾病预防控制中心、佛山市职业病防治所、佛山市南海区疾病预防控制中心、东莞市职业病防治院和惠州市职业病防治院。

本技术指南主要起草人：胡嘉雯、吴诗华、谭剑明、谢玉璇、倪理、陈冠林、黎少映、李思燕、游慧圆、林佐侃、马安萍、丘静静、袁静、张子群、何嘉恒、蒙瑞波、赖明珍、吴邦华、戎伟丰。

工作场所空气中氯乙烯的溶剂解吸-气相色谱法

1 范围

本技术指南规定了工作场所空气中氯乙烯的溶剂解吸-气相色谱法。
本技术指南适用于工作场所空气中气态氯乙烯浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本技术指南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技术指南。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本技术指南。

GBZ 159 工作场所空气中有毒物质监测的采样规范

3 原理

空气中气态的氯乙烯用活性炭管采集，二硫化碳解吸后进样，经气相色谱柱分离，以氢火焰离子化检测器检测，以保留时间定性，测定峰面积，由外标标准曲线法进行定量。

4 仪器设备与材料

- 4.1 活性炭管：溶剂解吸型，内装 100mg/50mg 活性炭。
- 4.2 空气采样器：满足 0.05L/min~0.1L/min 的流量。
- 4.3 样品瓶：2mL，瓶盖垫片内衬为聚四氟乙烯材质。
- 4.4 精密微量注射器：10 μ L~500 μ L。
- 4.5 分析天平，感量 0.01mg。
- 4.6 气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器。

5 试剂

- 5.1 氯乙烯（C₂H₃Cl），国家认可的有证标准溶液（质量浓度为 1000 mg/L）。
- 5.2 二硫化碳（CS₂），色谱纯。

6 样品的采集、运输和保存

6.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.2 样品采集

短时间采样时，用活性炭管，以 0.1L/min 流量，采集 15min 空气样品。长时间采样时，用活性炭管，以 0.05L/min 流量，采集 2h~8h 空气样品。

6.3 样品空白

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。

6.4 样品运输和保存

采样后，立即封闭活性炭管两端，与样品空白一起置清洁容器中运输和保存。样品在室温下至少可稳定保存 7d。

7 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

- g) 色谱柱：30m×0.32mm×1.8μm，6% 氰丙基/苯基、94% 聚二甲基硅氧烷；
- a) 柱温：45℃，保持 3.00min，以 20℃/min 升至 100℃；
- b) 进样口温度：250℃；
- c) 进样模式：分流模式，分流比 5:1；
- d) 检测器温度：300℃；
- e) 载气（氮气）流量：1.0mL/min；
- f) 进样体积：1.0μL。

7.2 标准系列溶液的配制与测定

取不少于 6 只容量瓶，分别加入少量二硫化碳，再分别准确吸取一定体积的氯乙烯标准溶液至容量瓶，用二硫化碳分别定容配制成浓度为 0~800.00mg/L 的标准系列溶液，标准系列溶液测定范围根据样品溶液中氯乙烯的含量确定。

参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，由低浓度到高浓度依次测定标准系列溶液，以测得的峰面积值对相应的氯乙烯浓度（mg/L）计算回归方程。

7.3 样品处理与测定

将样品的前、后段活性炭分别倒入样品瓶中，各加入 1.00mL 二硫化碳，封闭后不时振摇，解吸 30min。样品溶液供测定。用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白溶液，以保留时间定性，测得的峰面积值由回归方程计算出氯乙烯的浓度（mg/L）。

若样品溶液中氯乙烯浓度超过标准系列溶液测定范围，可用二硫化碳稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

8 计算

8.1 按 GBZ 159 的方法和要求将样品的采样体积换算成样品的标准采样体积（ V_{20} ）：

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273 + t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- V_{20} —样品的标准采样体积，单位为升（L）；
- V —样品的采样体积，单位为升（L）；
- t —样品采集时的空气温度，单位为摄氏度（℃）；
- P —样品采集时的空气大气压，单位为千帕（kPa）。

8.2 按式（2）计算空气中氯乙烯的浓度：

$$\rho = \frac{\rho_1 v}{D_1 V_{20}} + \frac{\rho_2 v}{D_2 V_{20}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- ρ —空气中氯乙烯的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m³）；
- ρ_1, ρ_2 —测得样品前、后段活性炭解吸液中氯乙烯的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（μg/mL）；
- v —样品解吸液的体积，单位为毫升（mL）；
- V_{20} —标准采样体积，单位为升（L）；
- D_1, D_2 —与样品前、后段活性炭中氯乙烯剂量相当的解吸效率。

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

9 说明

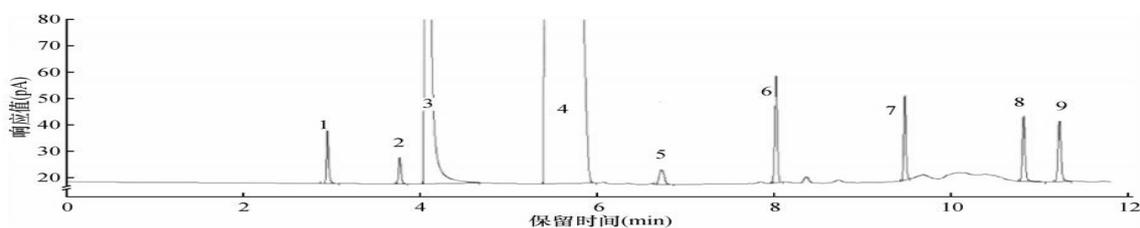
9.1 本技术指南的检出限为 $0.15\mu\text{g/mL}$ ，定量下限为 $0.44\mu\text{g/mL}$ ，定量测定范围为 $0.44\mu\text{g/mL} \sim 800.00\mu\text{g/mL}$ ；当采集 1.5L 空气样品，解吸液体积为 1.00mL 时，最低检出浓度为 0.10mg/m^3 ，最低定量浓度为 0.30mg/m^3 ；相对标准偏差为 $3.0\% \sim 5.0\%$ ，吸附容量（ 100mg 活性炭）大于 0.87mg ，采样效率为 $95.2\% \sim 95.8\%$ ，解吸效率为 $95.0\% \sim 95.5\%$ 。应测定每批活性炭管的空白和解吸效率。

9.2 当测定前段活性炭中氯乙烯含量小于吸附容量时，可不用测定后段活性炭。

9.3 实验中使用的试剂和标准物质为易挥发或具有刺激性的有毒化学物质，操作过程应在通风柜中进行，并按要求佩戴防护用品，避免吸入呼吸道及接触皮肤和衣物。

9.4 本技术指南也可使用等效的其他气相色谱柱测定，并根据实际情况调整仪器操作参考条件。

9.5 在本技术指南的仪器操作参考条件下，现场空气中可能共存的乙烯、甲醇、1,1-二氯乙烷、1,2-二氯乙烷、甲苯、二甲苯（全部异构体）等化学物质不干扰测定。氯乙烯与共存物的色谱分离图见图1。



说明：

1—乙烯，3.100min；

2—氯乙烯，3.891min；

3—甲醇，4.101min；

4—二硫化碳，5.688min；

5—1,1-二氯乙烷，6.796min；

6—1,2-二氯乙烷，8.053min；

7—甲苯，9.553min；

8—对/间二甲苯，11.026min；

9—邻二甲苯，13.235min。

图1 氯乙烯与共存物的色谱分离图

附件 3

广东省职业卫生技术质量控制中心技术指南

GDOHTQC 031—2024

工作场所空气中 1,2-二氯乙烯的 溶剂解吸-气相色谱法

Determination of 1,2-dichloroethylene in workplace air by solvent desorption-gas
chromatography

2024-11-20 发布

2024-11-20 实施

广东省职业卫生技术质量控制中心 发布

前 言

本技术指南按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本技术指南由广东省职业卫生技术质量控制中心提出并归口。

本技术指南负责制定单位为广东省职业病防治院，参与制定单位有佛山市职业病防治所、深圳市职业病防治院、江门市职业病防治所、东莞市职业病防治院、广州市职业病防治院、深圳市龙岗区疾病预防控制中心、佛山市南海区疾病预防控制中心和惠州市职业病防治院。

本技术指南主要起草人：何嘉恒、陈冠林、谢玉璇、许艳芬、李思燕、王瑞萍、韦慧慰、兰红军、游慧圆、丘静静、马安萍、蒙瑞波、胡嘉雯、张子群、林佐侃、袁静、赖明珍、吴邦华、戎伟丰。

工作场所空气中 1,2-二氯乙烯的溶剂解吸-气相色谱法

1 范围

本技术指南规定了工作场所空气中1,2-二氯乙烯的溶剂解吸-气相色谱法。
本技术指南适用于工作场所空气中蒸气态1,2-二氯乙烯浓度测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本技术指南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技术指南。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本技术指南。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 原理

空气中蒸气态的1,2-二氯乙烯（包括顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯）用活性炭管采集，二硫化碳解吸后进样，经气相色谱柱分离，以氢火焰离子化检测器检测，以保留时间定性，测定峰面积，由外标标准曲线法定量。

4 仪器设备与材料

- 4.1 活性炭管（椰子壳），溶剂解吸型，内装 100mg/50mg 活性炭。
- 4.2 空气采样器，满足 0.05L/min~0.1L/min 的流量。
- 4.3 样品瓶，2mL，瓶盖垫片内衬为聚四氟乙烯材质。
- 4.4 精密微量注射器，10 μ L~500 μ L。
- 4.5 分析天平，感量 0.01mg。
- 4.6 气相色谱仪，具氢火焰离子化检测器。

5 试剂

- 5.1 顺-1,2-二氯乙烯（C₂H₂Cl₂），色谱纯。
- 5.2 反-1,2-二氯乙烯（C₂H₂Cl₂），色谱纯。
- 5.3 二硫化碳（CS₂），色谱纯。
- 5.4 标准贮备溶液：容量瓶中加入少量二硫化碳，准确称量后，加入一定量的顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯，再分别准确称量，用二硫化碳定容至刻度，由称量之差计算溶液的浓度。或用精密微量注射器吸取一定量的顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯（20℃时，1 mL 顺-1,2-二氯乙烯

和反-1,2-二氯乙烯的质量分别为 1.284 g 和 1.256 g) 至容量瓶中, 用二硫化碳定容至刻度。或用国家认可的标准溶液配制。

5.5 标准应用溶液: 容量瓶中加入少量二硫化碳, 再准确吸取一定量的顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯混合标准贮备溶液至容量瓶, 用二硫化碳定容至刻度, 配制成浓度分别为 6420.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、6280.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯混合标准应用溶液。

6 样品的采集、运输和保存

6.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.2 样品采集

短时间采样时, 用活性炭管, 以 0.1L/min 流量, 采集 15min 空气样品。长时间采样时, 用活性炭管, 以 0.05L/min 流量, 采集 2h~8h 空气样品。

6.3 样品空白

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。

6.4 样品运输和保存

采样后, 立即封闭活性炭管两端, 与样品空白一起置清洁容器中运输和保存。样品在室温下至少可稳定保存 14d。

7 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

- a) 色谱柱: 30m \times 0.32mm \times 0.5 μm , 聚乙二醇 (PEG);
- b) 柱温: 初温 45 $^{\circ}\text{C}$, 保持 3.50min, 以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 90 $^{\circ}\text{C}$, 保留 0.00min;
- c) 进样口温度: 250 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 进样模式: 分流模式, 分流比 10:1;
- e) 检测器温度: 300 $^{\circ}\text{C}$;
- f) 载气 (氮气) 流量: 2.0mL/min;
- g) 进样体积: 1.0 μL 。

7.2 标准系列溶液的配制与测定

取不少于 6 只容量瓶, 分别加入少量二硫化碳, 再分别准确吸取一定体积的顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯混合标准应用溶液至容量瓶, 用二硫化碳定容配制成浓度分别为 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~3210.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~3140.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯标准系列溶液, 标准系列溶液测定范围根据样品溶液中顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯的含量确定。

参照仪器操作条件, 将气相色谱仪调节至最佳测定状态, 由低浓度到高浓度依次测定标准系列溶液, 以测得的峰面积值对相应的顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) 计算回归方程。

7.3 样品处理与测定

将样品的前、后段活性炭分别倒入样品瓶中，各加入1.00mL二硫化碳，封闭后不时振摇，解吸30min。样品溶液供测定。用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白溶液，以保留时间定性，测得的峰面积值由回归方程计算出顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯的浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）。

若样品溶液中顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯浓度超过标准系列溶液测定范围，可用二硫化碳稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

8 计算

8.1 按 GBZ 159 的方法和要求将样品的采样体积换算成样品的标准采样体积（ V_{20} ）：

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_{20} —样品的标准采样体积，单位为升（L）；

V —样品的采样体积，单位为升（L）；

t —样品采集时的空气温度，单位为摄氏度（ $^{\circ}\text{C}$ ）；

P —样品采集时的空气大气压，单位为千帕（kPa）。

8.2 按式（2）计算空气中顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯的浓度：

$$\rho = \frac{\rho_1 v}{D_1 V_{20}} + \frac{\rho_2 v}{D_2 V_{20}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ —空气中顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯的浓度，单位为毫克每立方米（ mg/m^3 ）；

ρ_1, ρ_2 —测得样品前、后段活性炭解吸液中顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

v —样品解吸液的体积，单位为毫升（mL）；

V_{20} —标准采样体积，单位为升（L）；

D_1, D_2 —与样品前、后段活性炭中顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯剂量相当的解吸效率。

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

9 说明

9.1 本技术指南的检出限、定量下限、定量测定范围、最低检出浓度和最低定量浓度（均以采集1.5 L空气样品计）、相对标准偏差、吸附容量（100 mg活性炭）、解吸效率和采样效率等方法性能指标见表1。应测定每批活性炭管的空白和解吸效率。

表1 方法性能指标

性能指标	化学物质	
	顺-1,2-二氯乙烯	反-1,2-二氯乙烯
检出限（ $\mu\text{g/mL}$ ）	0.80	0.70
定量下限（ $\mu\text{g/mL}$ ）	2.70	2.40
定量测定范围（ $\mu\text{g/mL}$ ）	2.70~3210.00	2.40~3140.00
最低检出浓度（ mg/m^3 ）	0.54	0.47

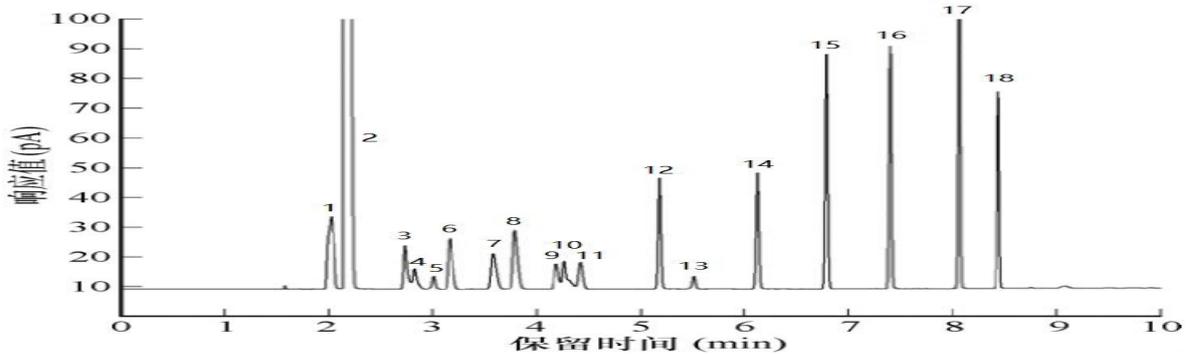
最低定量浓度 (mg/m ³)	1.8	1.6
相对标准偏差 (%)	0.2~0.8	0.3~0.8
吸附容量 (mg)	6	6
解吸效率 (%)	100.0	90.2~91.8
采样效率 (%)	100.0	100.0

9.2 当测定前段活性炭中顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯含量小于吸附容量时,可不用测定后段活性炭。

9.3 实验中使用的试剂和标准物质为易挥发或具有刺激性的有毒化学物质,操作过程应在通风柜中进行,并按要求佩戴防护用品,避免吸入呼吸道及接触皮肤和衣物。

9.4 本技术指南也可使用等效的其他气相色谱柱测定,并根据实际情况调整仪器操作参考条件。

9.5 在本技术指南的仪器操作参考条件下,现场空气中可能共存的正庚烷、丙酮、甲酸乙酯、氯丁二烯、乙酸乙酯、丁酮、异丙醇、二氯甲烷、苯、甲苯、乙酸丁酯、乙苯、二甲苯、苯乙烯、环己酮等化学物质不干扰测定。顺-1,2-二氯乙烯和反-1,2-二氯乙烯与共存物的色谱分离图见图 1。



说明:

- 1—正庚烷, 2.003min;
- 2—二硫化碳 (溶剂峰), 2.213min;
- 3—丙酮, 2.711min;
- 4—甲酸乙酯, 2.806min;
- 5—氯丁二烯, 3.011min;
- 6—反-1,2-二氯乙烯, 3.222min;
- 7—乙酸乙酯, 3.610min;
- 8—丁酮, 3.804min;
- 9—异丙醇, 4.153min;
- 10—二氯甲烷, 4.223min;
- 11—苯, 4.402min;
- 12—顺-1,2-二氯乙烯, 5.210min;
- 13—甲苯, 5.493min;
- 14—乙酸丁酯, 6.114min;
- 15—乙苯, 6.803min;
- 16—二甲苯, 7.413min;

17—苯乙烯，8.089min；

18—环己酮，8.420min。

图 1 顺-1, 2-二氯乙烯和反-1, 2-二氯乙烯与共存物的色谱分离图



附件 4

广东省职业卫生技术质量控制中心技术指南

GDOHTQC 032—2024

工作场所空气中三氯乙烷的 溶剂解吸-气相色谱法

Determination of trichloroethane in workplace air by solvent desorption-gas
chromatography

2024-11-20 发布

2024-11-20 实施

广东省职业卫生技术质量控制中心 发布

前 言

本技术指南按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本技术指南由广东省职业卫生技术质量控制中心提出并归口。

本技术指南负责制定单位为广东省职业病防治院，参与制定单位有惠州市职业病防治院、深圳市龙岗区疾病预防控制中心、深圳市职业病防治院、江门市职业病防治所、佛山市南海区疾病预防控制中心、佛山市职业病防治所、广州市职业病防治院和东莞市职业病防治院。

本技术指南主要起草人：何嘉恒、丘静静、林佐侃、刘云富、韦慧慰、谢玉璇、许艳芬、兰红军、陈冠林、徐绍雄、李思燕、胡嘉雯、袁静、蒙瑞波、马安萍、赖明珍、吴邦华、戎伟丰。

工作场所空气中三氯乙烷的溶剂解吸-气相色谱法

1 范围

本技术指南规定了工作场所空气中三氯乙烷的溶剂解吸-气相色谱法。
本技术指南适用于工作场所空气中蒸气态三氯乙烷浓度测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本技术指南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技术指南。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本技术指南。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 原理

空气中蒸气态的三氯乙烷（包括1,1,1-三氯乙烷和1,1,2-三氯乙烷）用活性炭管采集，二硫化碳解吸后进样，经气相色谱柱分离，以氢火焰离子化检测器检测，以保留时间定性，测定峰面积，由外标标准曲线法定量。

4 仪器设备与材料

- 4.1 活性炭管（椰子壳），溶剂解吸型，内装 100mg/50mg 活性炭。
- 4.2 空气采样器，满足 0.03L/min~0.1L/min 的流量。
- 4.3 样品瓶，2mL，瓶盖垫片内衬为聚四氟乙烯材质。
- 4.4 精密微量注射器，10 μ L~500 μ L。
- 4.5 分析天平，感量 0.01mg。
- 4.6 气相色谱仪，具氢火焰离子化检测器。

5 试剂

- 5.1 1,1,1-三氯乙烷（C₂H₃Cl₃），色谱纯。
- 5.2 1,1,2-三氯乙烷（C₂H₃Cl₃），色谱纯。
- 5.3 二硫化碳（CS₂），色谱纯。
- 5.4 标准贮备溶液：容量瓶中加入少量二硫化碳，准确称量后，加入一定量的 1,1,1-三氯乙烷和 1,1,2-三氯乙烷，再分别准确称量，用二硫化碳定容至刻度，由称量之差计算溶液的浓度。或用精密微量注射器吸取一定量的 1,1,1-三氯乙烷和 1,1,2-三氯乙烷（20℃时，1 mL 1,1,1-三氯乙烷和 1,1,2-

三氯乙烷的质量分别为 1.338 g 和 1.442 g) 至容量瓶中, 用二硫化碳定容至刻度。或用国家认可的标准溶液配制。

5.5 标准应用溶液: 容量瓶中加入少量二硫化碳, 再准确吸取一定量的 1,1,1-三氯乙烷和 1,1,2-三氯乙烷混合标准贮备溶液至容量瓶, 用二硫化碳定容至刻度, 配制成浓度分别为 13380.00 $\mu\text{g/mL}$ 、14420.00 $\mu\text{g/mL}$ 的 1,1,1-三氯乙烷和 1,1,2-三氯乙烷混合标准应用溶液。

6 样品的采集、运输和保存

6.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.2 样品采集

短时间采样时, 用活性炭管, 以 0.1L/min 流量, 采集 15min 空气样品。长时间采样时, 用活性炭管, 以 0.03L/min 流量, 采集 2h~8h 空气样品。

6.3 样品空白

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。

6.4 样品运输和保存

采样后, 立即封闭活性炭管两端, 与样品空白一起置清洁容器中运输和保存。样品在室温下至少可稳定保存 14d。

7 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

- 色谱柱: 30m \times 0.32mm \times 3.0 μm , 100%二甲基聚硅氧烷毛细管色谱柱;
- 柱温: 初温 80 $^{\circ}\text{C}$, 保留 0.00min, 以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 170 $^{\circ}\text{C}$, 保留 9.00min;
- 进样口温度: 250 $^{\circ}\text{C}$;
- 进样模式: 分流模式, 分流比 10:1;
- 检测器温度: 300 $^{\circ}\text{C}$;
- 载气(氮气)流量: 1.0mL/min;
- 进样体积: 1.0 μL 。

7.2 标准系列溶液的配制与测定

取不少于 6 只容量瓶, 分别加入少量二硫化碳, 再分别准确吸取一定体积的 1,1,1-三氯乙烷和 1,1,2-三氯乙烷混合标准应用溶液至容量瓶, 用二硫化碳定容配制成浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ ~6690.00 $\mu\text{g/mL}$ 、0 $\mu\text{g/mL}$ ~7210.00 $\mu\text{g/mL}$ 的 1,1,1-三氯乙烷和 1,1,2-三氯乙烷标准系列溶液, 标准系列溶液测定范围根据样品溶液中 1,1,1-三氯乙烷和 1,1,2-三氯乙烷的含量确定。

参照仪器操作条件, 将气相色谱仪调节至最佳测定状态, 由低浓度到高浓度依次测定标准系列溶液, 以测得的峰面积值对相应的 1,1,1-三氯乙烷和 1,1,2-三氯乙烷浓度 ($\mu\text{g/mL}$) 计算回归方程。

7.3 样品处理与测定

将样品的前、后段活性炭分别倒入样品瓶中，各加入1.00mL二硫化碳，封闭后不时振摇，解吸30min。样品溶液供测定。用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白溶液，以保留时间定性，测得的峰面积值由回归方程计算出1,1,1-三氯乙烷和1,1,2-三氯乙烷的浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）。

若样品溶液中1,1,1-三氯乙烷和1,1,2-三氯乙烷浓度超过标准系列溶液测定范围，可用二硫化碳稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

8 计算

8.1 按 GBZ 159 的方法和要求将样品的采样体积换算成样品的标准采样体积（ V_{20} ）：

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_{20} —样品的标准采样体积，单位为升（L）；

V —样品的采样体积，单位为升（L）；

t —样品采集时的空气温度，单位为摄氏度（ $^{\circ}\text{C}$ ）；

P —样品采集时的空气大气压，单位为千帕（kPa）。

8.2 按式（2）计算空气中1,1,1-三氯乙烷和1,1,2-三氯乙烷的浓度：

$$\rho = \frac{\rho_1 v}{D_1 V_{20}} + \frac{\rho_2 v}{D_2 V_{20}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ —空气中1,1,1-三氯乙烷和1,1,2-三氯乙烷的浓度，单位为毫克每立方米（ mg/m^3 ）；

ρ_1, ρ_2 —测得样品前、后段活性炭解吸液中1,1,1-三氯乙烷和1,1,2-三氯乙烷的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

v —样品解吸液的体积，单位为毫升（mL）；

V_{20} —标准采样体积，单位为升（L）；

D_1, D_2 —与样品前、后段活性炭中1,1,1-三氯乙烷和1,1,2-三氯乙烷剂量相当的解吸效率。

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

9 说明

9.1 本技术指南的检出限、定量下限、定量测定范围、最低检出浓度和最低定量浓度（均以采集1.5 L空气样品计）、相对标准偏差、吸附容量（100 mg活性炭）、解吸效率和采样效率等方法性能指标见表1。应测定每批活性炭管的空白和解吸效率。

表1 方法性能指标

性能指标	化学物质	
	1,1,1-三氯乙烷	1,1,2-三氯乙烷
检出限（ $\mu\text{g/mL}$ ）	0.10	0.14
定量下限（ $\mu\text{g/mL}$ ）	0.32	0.44
定量测定范围（ $\mu\text{g/mL}$ ）	0.32~6690.00	0.44~7210.00
最低检出浓度（ mg/m^3 ）	0.07	0.10

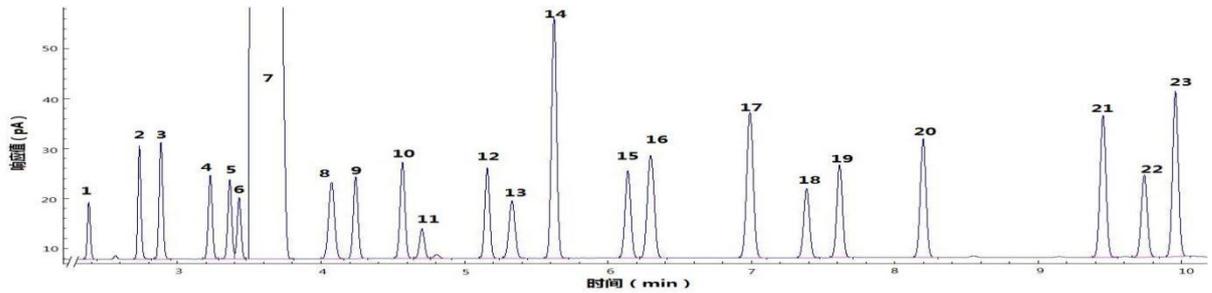
最低定量浓度 (mg/m ³)	0.22	0.30
相对标准偏差 (%)	0.5~1.1	0.5~1.1
吸附容量 (mg)	>21.6	>12.3
解吸效率 (%)	98.6~99.6	94.9~96.2
采样效率 (%)	100.0	100.0

9.2 当测定前段活性炭中1,1,1-三氯乙烷和1,1,2-三氯乙烷含量小于吸附容量时,可不用测定后段活性炭。

9.3 实验中使用的试剂和标准物质为易挥发或具有刺激性的有毒化学物质,操作过程应在通风柜中进行,并按要求佩戴防护用品,避免吸入呼吸道及接触皮肤和衣物。

9.4 本技术指南也可使用等效的其他气相色谱柱测定,并根据实际情况调整仪器操作参考条件。

9.5 在本技术指南的仪器操作参考条件下,现场空气中可能共存的甲酸甲酯、乙腈、丙酮、甲酸乙酯、乙酸甲酯、二氯甲烷、甲基叔丁基醚、丁酮、乙酸乙酯、三氯甲烷、1,2-二氯乙烷、苯、1,2-二氯丙烷、三氯乙烯、甲基环己烷、1,3-二氯丙烷、甲苯、乙酸丁酯、乙苯、丙烯酸丁酯、苯乙烯等化学物质不干扰测定。1,1,1-三氯乙烷和1,1,2-三氯乙烷与共存物的色谱分离图见图1。



说明:

- 1—甲酸甲酯, 2.390min;
- 2—乙腈, 2.733min;
- 3—丙酮, 2.896min;
- 4—甲酸乙酯, 3.221min;
- 5—乙酸甲酯, 3.383min;
- 6—二氯甲烷, 3.422min;
- 7—二硫化碳 (溶剂峰), 3.620min;
- 8—甲基叔丁基醚, 4.082min;
- 9—丁酮, 4.251min;
- 10—乙酸乙酯, 4.563min;
- 11—三氯甲烷, 4.702min;
- 12—1,2-二氯乙烷, 5.157min;
- 13—1,1,1-三氯乙烷, 5.350min;
- 14—苯, 5.624min;
- 15—1,2-二氯丙烷, 6.150min;
- 16—三氯乙烯, 6.303min;

- 17—甲基环己烷, 6.989min;
- 18—1,1,2-三氯乙烷, 7.390min;
- 19—1,3-二氯丙烷 (甲苯), 7.615min;
- 20—乙酸丁酯, 8.201min;
- 21—乙苯, 9.425min;
- 22—丙烯酸丁酯, 9.752min;
- 23—苯乙烯, 9.968min。

图 1 1, 1, 1-三氯乙烷和 1, 1, 2-三氯乙烷与共存物的色谱分离图

附件 5

广东省职业卫生技术质量控制中心技术指南

GDOHTQC 033—2024

工作场所空气中 3 种烷氧基乙醇类化合物的溶剂解吸-气相色谱法

Determination of 3 alkoxyethanols in workplace air by solvent desorption-gas chromatography

2024-11-20 发布

2024-11-20 实施

广东省职业卫生技术质量控制中心 发布

前 言

本技术指南按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本技术指南由广东省职业卫生技术质量控制中心提出并归口。

本技术指南负责制定单位为广东省职业病防治院，参与制定单位有深圳市宝安区公共卫生服务中心、广州市职业病防治院、江门市职业病防治所、深圳市职业病防治院、佛山市职业病防治所、佛山市南海区疾病预防控制中心、东莞市职业病防治院和惠州市职业病防治院。

本技术指南主要起草人：何嘉恒、马安萍、李枫、周丽屏、许艳芬、谢玉璇、陈冠林、兰红军、周常侠、谭广辉、林佐侃、丘静静、胡嘉雯、蒙瑞波、袁静、赖明珍、吴邦华、戎伟丰。

工作场所空气中 3 种烷氧基乙醇类化合物的 溶剂解吸-气相色谱法

1 范围

本技术指南规定了工作场所空气中3种烷氧基乙醇类化合物的溶剂解吸-气相色谱法。
本技术指南适用于工作场所空气中3种蒸气态烷氧基乙醇类化合物浓度测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本技术指南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技术指南。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本技术指南。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 原理

空气中蒸气态的2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和2-丁氧基乙醇用活性炭管采集，5%甲醇-二氯甲烷溶液解吸后进样，经气相色谱柱分离，以氢火焰离子化检测器检测，以保留时间定性，测定峰面积，由外标标准曲线法定量。

4 仪器设备与材料

- 4.1 活性炭管（椰子壳），溶剂解吸型，内装 100mg/50mg 活性炭。
- 4.2 空气采样器，满足 0.05L/min~0.20L/min 的流量。
- 4.3 样品瓶，2mL，瓶盖垫片内衬为聚四氟乙烯材质。
- 4.4 精密微量注射器，10 μ L~500 μ L。
- 4.5 分析天平，感量 0.01mg。
- 4.6 气相色谱仪，具氢火焰离子化检测器。

5 试剂

- 5.1 2-甲氧基乙醇（C₃H₈O₂），色谱纯。
- 5.2 2-乙氧基乙醇（C₄H₁₀O₂），色谱纯。
- 5.3 2-丁氧基乙醇（C₆H₁₄O₂），色谱纯。
- 5.4 甲醇（CH₃OH），色谱纯。
- 5.5 二氯甲烷（CH₂Cl₂），色谱纯。

5.6 5%甲醇-二氯甲烷溶液（解吸液）：5mL 甲醇与 95mL 二氯甲烷混合。

5.7 标准贮备溶液：容量瓶中加入少量 5%甲醇-二氯甲烷溶液，准确称量后，加入一定量的 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和 2-丁氧基乙醇，再分别准确称量，用 5%甲醇-二氯甲烷溶液定容至刻度，由称量之差计算溶液的浓度。或用精密微量注射器吸取一定量的 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和 2-丁氧基乙醇（20℃时，1 mL 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和 2-丁氧基乙醇的质量分别为 0.966 g、0.931g 和 0.902 g）至容量瓶中，用 5%甲醇-二氯甲烷溶液定容至刻度。或用国家认可的标准溶液配制。

5.8 标准应用溶液：容量瓶中加入少量 5%甲醇-二氯甲烷溶液，再准确吸取一定量的 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和 2-丁氧基乙醇混合标准贮备溶液至容量瓶，用 5%甲醇-二氯甲烷溶液定容至刻度，配制成浓度分别为 4600.00 µg/mL、5400.00 µg/mL、3600.00µg/mL 的 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和 2-丁氧基乙醇混合标准应用溶液。

6 样品的采集、运输和保存

6.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.2 样品采集

短时间采样时，用活性炭，以 0.20L/min 流量，采集 15min 空气样品。长时间采样时，用活性炭管，以 0.05L/min 流量，采集 2h~8h 空气样品。

6.3 样品空白

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。

6.4 样品运输和保存

采样后，立即封闭活性炭管两端，与样品空白一起置清洁容器中运输和保存。样品在室温下至少可稳定保存 7d。

7 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

- a) 色谱柱：30m×0.32mm×3.0µm，100% 二甲基聚硅氧烷；
- b) 柱温：初温 80℃，保持 1.00min，以 10℃/min 升至 190℃，保持 6.00min；
- c) 进样口温度：250℃；
- d) 进样模式：分流模式，分流比 10:1；
- e) 检测器温度：300℃；
- f) 载气（氮气）流量：1.0mL/min；
- g) 进样体积：1.0µL。

7.2 标准系列溶液的配制与测定

取不少于 6 只容量瓶，分别加入少量 5%甲醇-二氯甲烷溶液，再分别准确吸取一定体积的 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和 2-丁氧基乙醇混合标准应用溶液至容量瓶，用 5%甲醇-二氯甲烷溶液定容配制成浓度分别为 0 µg/mL~460.00µg/mL、0 µg/mL~540.00µg/mL、0 µg/mL~360.00µg/mL

的2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和2-丁氧基乙醇标准系列溶液，标准系列溶液测定范围根据样品溶液中2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和2-丁氧基乙醇的含量确定。

参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，由低浓度到高浓度依次测定标准系列溶液，以测得的峰面积值对相应的2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和2-丁氧基乙醇浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）计算回归方程。

7.3 样品处理与测定

将样品的前、后段活性炭分别倒入样品瓶中，各加入1.00mL 5%甲醇-二氯甲烷溶液，封闭后不时振摇，解吸30min。样品溶液供测定。用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白溶液，以保留时间定性，测得的峰面积值由回归方程计算出2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和2-丁氧基乙醇的浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）。

若样品溶液中2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和2-丁氧基乙醇浓度超过标准系列溶液测定范围，可用5%甲醇-二氯甲烷溶液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

8 计算

8.1 按 GBZ 159 的方法和要求将样品的采样体积换算成样品的标准采样体积（ V_{20} ）：

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_{20} —样品的标准采样体积，单位为升（L）；

V —样品的采样体积，单位为升（L）；

t —样品采集时的空气温度，单位为摄氏度（ $^{\circ}\text{C}$ ）；

P —样品采集时的空气大气压，单位为千帕（kPa）。

8.2 按式（2）计算空气中2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和2-丁氧基乙醇的浓度：

$$\rho = \frac{\rho_1 v}{D_1 V_{20}} + \frac{\rho_2 v}{D_2 V_{20}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ —空气中2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和2-丁氧基乙醇的浓度，单位为毫克每立方米（ mg/m^3 ）；

ρ_1, ρ_2 —测得样品前、后段活性炭解吸液中2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和2-丁氧基乙醇的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

v —样品解吸液的体积，单位为毫升（mL）；

V_{20} —标准采样体积，单位为升（L）；

D_1, D_2 —与样品前、后段活性炭中2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和2-丁氧基乙醇剂量相当的解吸效率。

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

9 说明

9.1 本技术指南的检出限、定量下限、定量测定范围、最低检出浓度和最低定量浓度（均以采集3.0 L空气样品计）、相对标准偏差、吸附容量（100 mg活性炭）、解吸效率和采样效率等方法性能指标见表1。应测定每批活性炭管的空白和解吸效率。

表1 方法性能指标

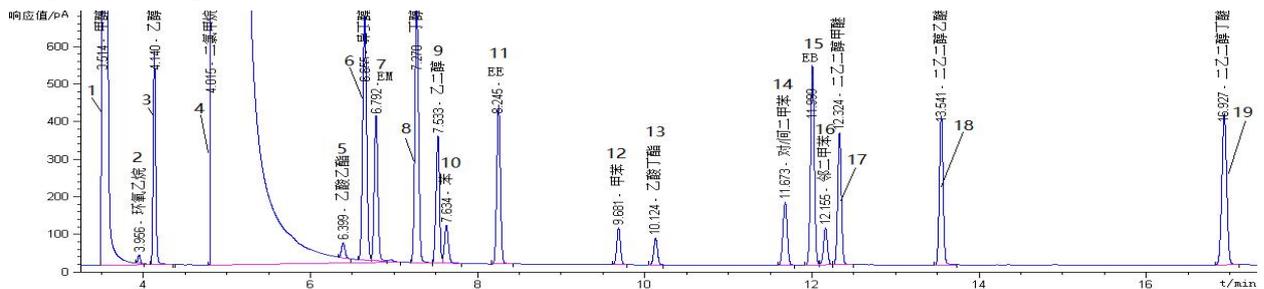
性能指标	化学物质		
	2-甲氧基乙醇	2-乙氧基乙醇	2-丁氧基乙醇
检出限 (µg/mL)	0.50	0.50	0.50
定量下限 (µg/mL)	2.00	2.00	2.00
定量测定范围 (µg/mL)	2.00~460.00	2.00~540.00	2.00~360.00
最低检出浓度 (mg/m ³)	0.17	0.17	0.17
最低定量浓度 (mg/m ³)	0.67	0.67	0.67
相对标准偏差 (%)	0.7~3.4	1.0~2.8	0.8~3.5
吸附容量 (mg)	>11.8	>6.4	>3.0
解吸效率 (%)	97.3~99.1	100.1~101.1	99.3~100.2
采样效率 (%)	98.4~100.0	99.0~100.0	100.0

9.2 当测定前段活性炭中2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和2-丁氧基乙醇含量小于吸附容量时，可不用测定后段活性炭。

9.3 实验中使用的试剂和标准物质为易挥发或具有刺激性的有毒化学物质，操作过程应在通风柜中进行，并按要求佩戴防护用品，避免吸入呼吸道及接触皮肤和衣物。

9.4 本技术指南也可使用等效的其他气相色谱柱测定，并根据实际情况调整仪器操作参考条件。

9.5 在本技术指南的仪器操作参考条件下，现场空气中可能共存的甲醇、乙醇、环氧乙烷、正丁醇、异丁醇、二乙二醇甲醚、二乙二醇乙醚、二乙二醇丁醚、乙二醇、苯、甲苯、二甲苯、乙酸乙酯、乙酸丁酯等化学物质不干扰测定。2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和2-丁氧基乙醇与共存物的色谱分离图见图1。



说明:

- 1—甲醇（溶剂峰），3.514min；
- 2—环氧乙烷，3.956min；
- 3—乙醇，4.140min；
- 4—二氯甲烷（溶剂峰），4.815min；
- 5—乙酸乙酯，6.399min；
- 6—异丁醇，6.655min；
- 7—2-甲氧基乙醇，6.792min；
- 8—正丁醇，7.270min；

- 9—乙二醇， 7.533min;
- 10—苯， 7.634min;
- 11—2-乙氧基乙醇， 8.245min;
- 12—甲苯， 9.681min;
- 13—乙酸丁酯， 10.124min;
- 14—对/间二甲苯， 11.673min;
- 15—2-丁氧基乙醇， 11.999min;
- 16—邻二甲苯， 12.155min;
- 17—二乙二醇甲醚， 12.324min;
- 18—二乙二醇乙醚， 13.541min;
- 19—二乙二醇丁醚， 16.927min。

图 1 2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇和 2-丁氧基乙醇与共存物的色谱分离图



附件 6

广东省职业卫生技术质量控制中心技术指南

GDOHTQC 034—2024

工作场所空气中乙酸乙烯酯的
溶剂解吸-气相色谱法

Determination of vinyl acetate in workplace air by solvent desorption-gas
chromatography

2024-11-20 发布

2024-11-20 实施

广东省职业卫生技术质量控制中心 发布

前 言

本技术指南按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本技术指南由广东省职业卫生技术质量控制中心提出并归口。

本技术指南负责制定单位为广东省职业病防治院，参与制定单位有广州市职业病防治院、深圳市罗湖区疾病预防控制中心、惠州市职业病防治院、深圳市职业病防治院、江门市职业病防治所、佛山市职业病防治所、佛山市南海区疾病预防控制中心和东莞市职业病防治院。

本技术指南主要起草人：胡嘉雯、陈纠、叶小莉、蔡智威、李添娣、谭剑明、陈冠林、冯耀基、周常侠、林佐侃、马安萍、丘静静、何嘉恒、蒙瑞波、袁静、张子群、吴邦华、戎伟丰。

工作场所空气中乙酸乙烯酯的溶剂解吸-气相色谱法

1 范围

本技术指南规定了工作场所空气中乙酸乙烯酯的溶剂解吸-气相色谱法。
本技术指南适用于工作场所空气中蒸气态乙酸乙烯酯浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本技术指南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技术指南。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本技术指南。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 原理

空气中蒸气态的乙酸乙烯酯用浸渍活性炭管采集，3.0%丙酮-二硫化碳解吸后进样，经气相色谱柱分离，以氢火焰离子化检测器检测，以保留时间定性，测定峰面积，由外标标准曲线法进行定量。

4 仪器设备与材料

- 4.1 浸渍活性炭管（椰子壳）：溶剂解吸型，内装 100mg/50mg 浸渍活性炭。
- 4.2 空气采样器：满足 0.05L/min~0.1L/min 的流量。
- 4.3 样品瓶：2mL，瓶盖垫片内衬为聚四氟乙烯材质。
- 4.4 精密微量注射器：10 μ L~500 μ L。
- 4.5 分析天平：感量 0.01mg。
- 4.6 气相色谱仪：具氢火焰离子化检测器。

5 试剂

- 5.1 乙酸乙烯酯（C₄H₆O₂），色谱纯。
- 5.2 二硫化碳（CS₂），色谱纯。
- 5.3 丙酮（C₃H₆O），色谱纯
- 5.4 解吸液：3%（V/V）丙酮-二硫化碳溶液，量取丙酮 30 mL，加入 970 mL 二硫化碳。
- 5.5 标准贮备溶液：容量瓶中加入少量解吸液，准确称量后，加入一定量的乙酸乙烯酯，再分别准确称量，用解吸液定容至刻度，由称量之差计算溶液的浓度。或用精密微量注射器吸取一定量的乙酸乙烯酯（20℃时，1 mL 0.93 g）至容量瓶中，用解吸液定容至刻度。或用国家认可的标准溶液配制。

5.6 标准应用溶液：容量瓶中加入少量解吸液，再准确吸取一定量的乙酸乙烯酯标准贮备溶液至容量瓶，用解吸液定容至刻度，配制成浓度为 2232.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的乙酸乙烯酯标准应用溶液。

6 样品的采集、运输和保存

6.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.2 样品采集

短时间采样时，用浸渍活性炭管，以 0.1L/min 流量，采集 15min 空气样品。长时间采样时，用浸渍活性炭管，以 0.05L/min 流量，采集 2h~8h 空气样品。

6.3 样品空白

打开浸渍活性炭管两端，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。

6.4 样品运输和保存

采样后，立即封闭浸渍活性炭管两端，与样品空白一起置清洁容器中运输和保存。样品在 4℃ 条件下至少可稳定保存 7 d。

7 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

- a) 色谱柱：30m \times 0.32mm \times 3.0 μm ，100%二甲基聚硅氧烷毛细管色谱柱；
- b) 柱温：40℃，保持 5.00min，然后以 10℃/min 升至 110℃，保持 4.00min；
- c) 进样口温度：250℃；
- d) 进样模式：分流模式，分流比 5:1；
- e) 检测器温度：300℃；
- f) 载气（氮气）流量：1.0mL/min；
- g) 进样体积：1.0 μL 。

7.2 标准系列溶液的配制与测定

取不少于 6 只容量瓶，分别加入少量解吸液，再分别准确吸取一定体积的乙酸乙烯酯标准应用溶液至容量瓶，用解吸液定容配制浓度为 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~180.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的乙酸乙烯酯标准系列溶液，标准系列溶液测定范围根据样品溶液中乙酸乙烯酯的含量确定。

参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，由低浓度到高浓度依次测定标准系列溶液，以测得的峰面积值对相应的乙酸乙烯酯浓度（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）计算回归方程。

7.3 样品处理与测定

将样品的前、后段浸渍活性炭分别倒入样品瓶中，各加入 1.00mL 解吸液，封闭后不时振摇，解吸 30min。样品溶液供测定。用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白溶液，以保留时间定性，测得的峰面积值由回归方程计算出乙酸乙烯酯的浓度（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）。

若样品溶液中乙酸乙烯酯浓度超过标准系列溶液测定范围，可用解吸液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

8 计算

8.1 按 GBZ 159 的方法和要求将样品的采样体积换算成样品的标准采样体积（ V_{20} ）：

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- V_{20} —样品的标准采样体积，单位为升（L）；
- V —样品的采样体积，单位为升（L）；
- t —样品采集时的空气温度，单位为摄氏度（℃）；
- P —样品采集时的空气大气压，单位为千帕（kPa）。

8.2 按式（2）计算空气中乙酸乙烯酯的浓度：

$$\rho = \frac{\rho_1 v}{D_1 V_{20}} + \frac{\rho_2 v}{D_2 V_{20}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- ρ —空气中乙酸乙烯酯的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m³）；
- ρ_1, ρ_2 —测得样品前、后段浸渍活性炭解吸液中乙酸乙烯酯的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（μg/mL）；
- v —样品解吸液的体积，单位为毫升（mL）；
- V_{20} —标准采样体积，单位为升（L）；
- D_1, D_2 —与样品前、后段浸渍活性炭中乙酸乙烯酯剂量相当的解吸效率。

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

9 说明

9.1 本技术指南的检出限为0.12μg/mL，定量下限为0.40μg/mL，定量测定范围为0.40μg/mL~180.00μg/mL；当采集1.5L空气样品，解吸液体积为1.00mL时，最低检出浓度为0.08mg/m³，最低定量浓度为0.27mg/m³；相对标准偏差为2.6%~3.2%，吸附容量（100mg 浸渍活性炭）大于1.5mg，采样效率为100.0%，解吸效率为93.8%~95.8%。应测定每批浸渍活性炭管的空白和解吸效率。

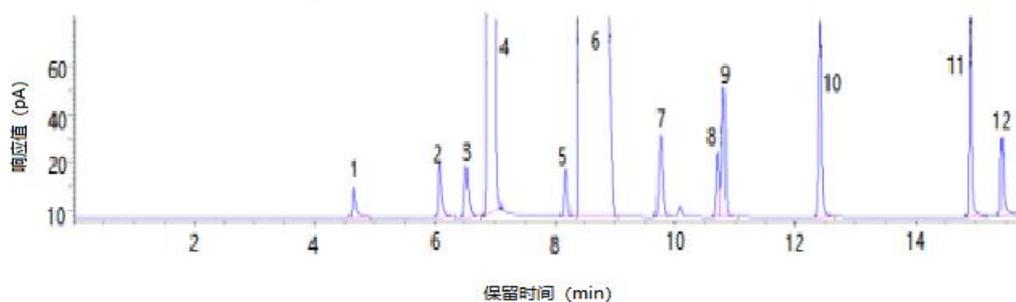
9.2 当测定前段浸渍活性炭中乙酸乙烯酯含量小于吸附容量时，可不用测定后段浸渍活性炭。

9.3 浸渍活性炭的制备：称取 2g 活性炭，置于 25mL 烧杯中，取 4mL 50g/L 对苯二酚溶液，用 95%(v/v)乙醇稀释至 200mL，用此溶液搅拌活性炭至湿润，自然干燥后，于 250℃用氮气吹至没有水蒸气。亦可购买符合要求的市售成品浸渍活性炭管。

9.4 实验中使用的试剂和标准物质为易挥发或具有刺激性的有毒化学物质，操作过程应在通风柜中进行，并按要求佩戴防护用品，避免吸入呼吸道及接触皮肤和衣物。

9.5 本技术指南也可使用等效的其他气相色谱柱测定，并根据实际情况调整仪器操作参考条件。

9.6 在本技术指南的仪器操作参考条件下，现场空气中可能共存的甲醇、乙醇、乙醛、乙酸、乙腈、乙酸甲酯、乙酸乙酯、正己烷、苯、甲苯、乙酸丁酯等化学物质不干扰测定。乙酸乙烯酯与共存物的色谱分离图见图 1。



说明:

1—乙醛/甲醇, 4.640min;

2—乙醇, 6.072min;

3—乙腈, 6.515min;

4—丙酮, 6.944min;

5—乙酸甲酯, 8.175min;

6—二硫化碳, 8.397min;

7—乙酸乙烯酯, 9.754min;

8—乙酸乙酯, 10.705min;

9—正己烷, 10.801min。

10—苯, 12.407min;

11—甲苯, 14.900min;

12—乙酸丁酯, 15.434min。

图1 乙酸乙烯酯与共存物的色谱分离图

附件 7

广东省职业卫生技术质量控制中心技术指南

GDOHTQC 035-2024

工作场所空气中二甲氧基甲烷的 溶剂解吸-气相色谱法

Determination of dimethoxymethane in workplace air by solvent desorption-gas
chromatography

2024-11-20 发布

2024-11-20 实施

广东省职业卫生技术质量控制中心 发布

前 言

本技术指南按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本技术指南由广东省职业卫生技术质量控制中心提出并归口。

本技术指南负责制定单位为广东省职业病防治院，参与制定单位有深圳市光明区疾病预防控制中心、广州市职业病防治院、佛山市职业病防治所、江门市职业病防治所、深圳市职业病防治院、佛山市南海区疾病预防控制中心、东莞市职业病防治院和惠州市职业病防治院。

本技术指南主要起草人：黄钧宜、陈映新、凌伟洁、陈冠林、谭剑明、李添娣、冯耀基、蔡小璇、蔡智威、林佐侃、马安萍、何嘉恒、丘静静、胡嘉雯、蒙瑞波、袁静、赖明珍、吴邦华、戎伟丰。

工作场所空气中二甲氧基甲烷的溶剂解吸-气相色谱法

1 范围

本技术指南规定了工作场所空气中二甲氧基甲烷的溶剂解吸-气相色谱法。
本技术指南适用于工作场所空气中蒸气态二甲氧基甲烷浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本技术指南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技术指南。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本技术指南。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 原理

空气中蒸气态的二甲氧基甲烷用活性炭管采集，二硫化碳解吸后进样，经气相色谱柱分离，以氢火焰离子化检测器检测，以保留时间定性，测定峰面积，由外标标准曲线法进行定量。

4 仪器设备与材料

- 4.1 活性炭管，溶剂解吸型，内装 100mg/50mg 活性炭。
- 4.2 空气采样器，满足 0.01L/min~0.10L/min 的流量。
- 4.3 螺纹口样品瓶，4mL，瓶盖垫片内衬为聚四氟乙烯材质。
- 4.4 精密微量注射器，10 μ L~500 μ L。
- 4.5 分析天平，感量 0.01mg。
- 4.6 气相色谱仪，具氢火焰离子化检测器。

5 试剂

- 5.1 二甲氧基甲烷($C_3H_8O_2$)，色谱纯。
- 5.2 二硫化碳(CS_2)，色谱纯。
- 5.3 标准贮备溶液：容量瓶中加入少量二硫化碳，准确称量后，准确加入一定量的二甲氧基甲烷，再准确称量，用二硫化碳定容至刻度，由称量之差计算溶液的浓度。或用精密微量注射器吸取一定量的二甲氧基甲烷（20 $^{\circ}C$ 时，1 mL 二甲氧基甲烷的质量为 0.8593 g），用二硫化碳定容至刻度。或用国家认可的标准溶液配制。

5.4 标准应用溶液：容量瓶中加入少量二硫化碳，准确吸取一定量的二甲氧基甲烷标准贮备溶液至容量瓶，用二硫化碳定容至刻度，配制成浓度为 10000.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的二甲氧基甲烷标准应用溶液。

6 样品的采集、运输和保存

6.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.2 样品采集

短时间采样时，用活性炭管，以 0.10L/min 流量，采集 15min 空气样品。长时间采样时，用活性炭管，以 0.01L/min 流量，采集 2h~8h 空气样品。

6.3 样品空白

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。

6.4 样品运输和保存

采样后，立即封闭活性炭管两端，与样品空白一起置清洁容器中运输和保存。样品在室温下至少可稳定保存 7d，在 4 $^{\circ}\text{C}$ 条件下至少可保存 14d。

7 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

- a) 色谱柱：30m \times 0.32mm \times 3.0 μm ，100%二甲基聚硅氧烷毛细管色谱柱；
- b) 柱温：初温 70 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 12.00min，以 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 160 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 1.00min；
- c) 进样口温度：250 $^{\circ}\text{C}$ ；
- d) 进样模式：分流模式，分流比 20:1；
- e) 检测器温度：300 $^{\circ}\text{C}$ ；
- f) 载气（氮气）流量：初始流量 1.0mL/min，保持 12.00min，以 1.0mL/min² 升至 3.0mL/min，保持 4.00min；
- g) 进样体积：1.0 μL 。

7.2 标准系列溶液的配制与测定

取不少于 6 只容量瓶，分别加入少量二硫化碳，再分别准确吸取一定体积的二甲氧基甲烷标准应用溶液至容量瓶，用二硫化碳定容配制成浓度为 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~10000.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准系列溶液，标准系列溶液测定范围根据样品溶液中二甲氧基甲烷的含量确定。

参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，由低浓度到高浓度依次测定标准系列溶液，以测得的峰面积值对相应的二甲氧基甲烷浓度（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）计算回归方程。

7.3 样品处理与测定

将样品的前、后段活性炭分别倒入螺纹口样品瓶中，各加入 1.00mL 二硫化碳，封闭后，振摇 1min，解吸 30min。样品溶液供测定。用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白溶液，以保留时间定性，测得的峰面积值由回归方程计算出二甲氧基甲烷的浓度（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）。

若样品溶液中二甲氧基甲烷浓度超过标准系列溶液测定范围，可用二硫化碳稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

8 计算

8.1 按 GBZ 159 的方法和要求将样品的采样体积换算成样品的标准采样体积 (V_{20}):

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V_{20} ——样品的标准采样体积, 单位为升 (L);
- V ——样品的采样体积, 单位为升 (L);
- t ——样品采集时的空气温度, 单位为摄氏度 ($^{\circ}\text{C}$);
- P ——样品采集时的空气大气压, 单位为千帕 (kPa)。

8.2 按式 (2) 计算空气中二甲氧基甲烷的浓度:

$$\rho = \frac{\rho_1 v}{D_1 V_{20}} + \frac{\rho_2 v}{D_2 V_{20}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- ρ ——空气中二甲氧基甲烷的浓度, 单位为毫克每立方米 (mg/m^3);
- ρ_1, ρ_2 ——测得样品前、后段活性炭解吸液中二甲氧基甲烷的浓度 (减去样品空白), 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- v ——样品解吸液的体积, 单位为毫升 (mL);
- V_{20} ——标准采样体积, 单位为升 (L);
- D_1, D_2 ——与样品前、后段活性炭中二甲氧基甲烷剂量相当的解吸效率。

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

9 说明

9.1 本技术指南的检出限为 $0.34\mu\text{g}/\text{mL}$, 定量下限为 $1.20\mu\text{g}/\text{mL}$, 定量测定范围为 $1.20\mu\text{g}/\text{mL}$ ~ $10000.00\mu\text{g}/\text{mL}$; 当采集 1.5L 空气样品, 解吸液体积为 1.00mL 时, 最低检出浓度为 $0.23\text{mg}/\text{m}^3$, 最低定量浓度为 $0.80\text{mg}/\text{m}^3$; 相对标准偏差为 2.8% ~ 6.7% , 吸附容量 (100mg 活性炭) 大于 15.1mg , 采样效率为 98.6% ~ 100.0% , 解吸效率为 92.4% ~ 96.8% 。应测定每批活性炭管的空白和解吸效率。

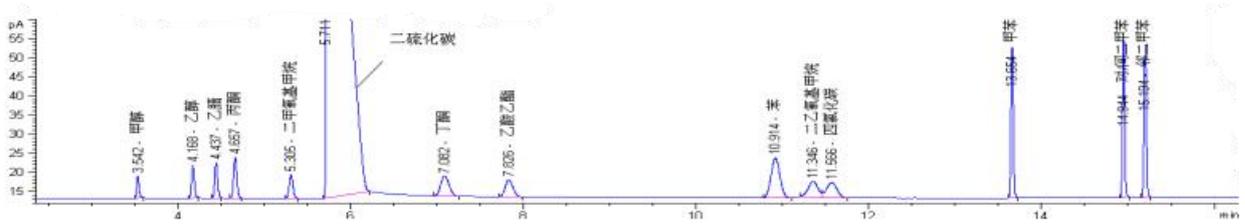
9.2 当现场空气中二甲氧基甲烷浓度小于容许浓度时, 可用 $0.05\text{L}/\text{min}$ 进行长时间采集, 长时间采样不超过 4h , 浓度较低时可适当延长采样时间。也可采用 $300\text{mg}/150\text{mg}$ 活性炭管采样, 300mg 活性炭的穿透容量大于 31.5mg , 采样效率为 100.0% , 可满足 2h ~ 8h 长时间采样。

9.3 当测定前段活性炭中二甲氧基甲烷含量小于吸附容量时, 可不用测定后段活性炭。

9.4 实验中使用的试剂和标准物质为易挥发或具有刺激性的有毒化学物质, 操作过程应在通风柜中进行, 并按要求佩戴防护用品, 避免吸入呼吸道及接触皮肤和衣物。

9.5 本技术指南也可使用等效的其他气相色谱柱测定, 并根据实际情况调整仪器操作参考条件。

9.6 在本技术指南的仪器操作参考条件下, 现场空气中可能共存的甲醛、甲醇、乙醇、乙腈、丙酮、甲缩醛、丁酮、乙酸乙酯、苯、四氯化碳、对二甲苯、间二甲苯和邻二甲苯等化学物质不干扰测定 (在该条件下未见甲醛色谱峰)。二甲氧基甲烷与共存物的色谱分离图见图 1。



说明:

- 1—甲醇, 3.542min;
- 2—乙醇, 4.168min;
- 3—乙腈, 4.437min;
- 4—丙酮, 4.657min;
- 5—二甲氧基甲烷, 5.305min;
- 6—二硫化碳(溶剂峰), 5.711min;
- 7—丁酮, 7.082min;
- 8—乙酸乙酯, 7.826min;
- 9—苯, 10.914min;
- 10—二乙氧基甲烷, 11.346min;
- 11—四氯化碳, 11.566min;
- 12—甲苯, 13.654min;
- 13—对/间二甲苯, 14.944min;
- 14—邻二甲苯, 15.194min。

图 1 二甲氧基甲烷与共存物的色谱分离图

附件 8

广东省职业卫生技术质量控制中心技术指南

GDOHTQC 036-2024

工作场所空气中硫酸和三氧化硫的 溶剂洗脱-离子色谱法

Determination of sulfuric acid and sulfur trioxide in workplace air by
solvent elution-ion chromatography

2024-11-20 发布

2024-11-20 实施

广东省职业卫生技术质量控制中心 发布

前 言

本技术指南按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本技术指南由广东省职业卫生技术质量控制中心提出并归口。

本技术指南负责制定单位为广东省职业病防治院，参与制定单位有江门市职业病防治所、阳江市疾病预防控制中心、佛山市职业病防治所、深圳市职业病防治院、佛山市南海区疾病预防控制中心、广州市职业病防治院、东莞市职业病防治院和惠州市职业病防治院。

本技术指南主要起草人：袁静、徐秋燕、倪理、李娟、负建培、黎少映、杨雪姬、张凤华、张琼、丘静静、马安萍、林佐侃、何嘉恒、张子群、胡嘉雯、蒙瑞波、赖明珍、吴邦华、戎伟丰。

工作场所空气中硫酸和三氧化硫的溶剂洗脱-离子色谱法

1 范围

本技术指南规定了工作场所空气中硫酸和三氧化硫的溶剂洗脱-离子色谱法。
本技术指南适用于工作场所空气中雾态硫酸和三氧化硫浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本技术指南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技术指南。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本技术指南。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 原理

工作场所空气中雾态的硫酸和三氧化硫用微孔滤膜采集，用水洗脱后，经阴离子交换色谱柱分离，电导检测器检测，以保留时间定性，测定峰高或峰面积，由外标标准曲线法定量。

4 仪器设备与材料

- 4.1 微孔滤膜，孔径 0.8 μm 。
- 4.2 采样夹，滤料直径 37mm 或 40mm。
- 4.3 空气采样器，满足 1.0L/min~5.0L/min。
- 4.4 水相针式滤器，0.22 μm 。
- 4.5 容量瓶，10.0mL、25.0mL。
- 4.6 烧杯，50mL。
- 4.7 超声波清洗器。
- 4.8 分析天平，感量 1mg。
- 4.9 离子色谱仪，具电导检测器。

5 试剂

- 5.1 实验用水为去离子水（电阻率 $\geq 18.25\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ）。
- 5.2 硫酸根（ SO_4^{2-} ），国家认可的有证标准溶液（质量浓度为 1000 mg/L）。

5.3 碳酸钠 (Na_2CO_3), 优级纯。

5.4 碳酸氢钠 (NaHCO_3), 优级纯。

5.5 标准应用溶液: 临用前, 用去离子水稀释标准溶液配制成 100.0 mg/L 硫酸根标准应用溶液。

6 样品的采集、运输和保存

6.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.2 样品采集

短时间采样时, 用装有微孔滤膜的采样夹, 以 5.0L/min 流量采集 15min 空气样品。长时间采样时, 用装有微孔滤膜的采样夹, 以 1.0L/min 流量, 采集 2h~8h 空气样品。

6.3 样品空白

将装有微孔滤膜的采样夹带至采样点, 除不连接空气采样器采集空气样品外, 其余操作同样品。每批次样品不少于 2 个样品空白。

6.4 样品运输和保存

样品采集后, 将滤膜的采样面朝里对折 2 次后, 置于清洁容器内运输和保存。样品在室温下可稳定保存 7d。

7 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

- a) 色谱柱: 阴离子色谱柱 (150.0mm × 4.0mm) ;
- b) 流速: 0.7mL/min;
- c) 流动相: 3.2mmol/L 碳酸钠和 1.0mmol/L 碳酸氢钠的混合溶液;
- d) 进样量: 20 μ L;
- e) 柱温: 30 $^{\circ}$ C。

7.2 标准系列溶液的配制与测定

以去离子水将硫酸根标准应用溶液配制成质量浓度为 0mg/L~10.00mg/L 的标准系列。参照仪器操作条件, 将离子色谱仪调节至最佳测定状态, 由低浓度到高浓度依次测定标准系列溶液, 以测得的峰高值或峰面积值对相应的硫酸根浓度 (mg/L) 计算回归方程。

7.3 样品处理与测定

将采过样的滤膜置于 50mL 的烧杯中, 准确加入 25mL 去离子水, 超声洗脱 15min, 洗脱液经水相针式滤器过滤后测定。

若样品溶液中硫酸根的浓度超过测定范围, 用去离子水稀释后测定, 计算时乘以稀释倍数。

8 计算

8.1 按 GBZ 159 的方法和要求将样品的采样体积换算成样品的标准采样体积 (V_{20}):

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_{20} —样品的标准采样体积, 单位为升 (L) ;

- V —样品的采样体积，单位为升（L）；
 t —样品采集时的空气温度，单位为摄氏度（℃）；
 P —样品采集时的空气大气压，单位为千帕（kPa）。

8.2 按式（2）计算空气中硫酸或三氧化硫的浓度：

$$\rho = \frac{25\rho_1}{D_1V_{20}} \times f \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- ρ —空气中硫酸或三氧化硫的浓度，单位为毫克每立方米（ mg/m^3 ）；
 ρ_1 —测得样品滤膜洗脱液中硫酸根的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（ mg/L ）；
 25 —样品洗脱液的体积，单位为毫升（ mL ）；
 f —换算系数，硫酸为1.02，三氧化硫为0.83；
 V_{20} —标准采样体积，单位为升（L）；
 D_1 —与样品滤膜中硫酸根剂量相当的洗脱效率。

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

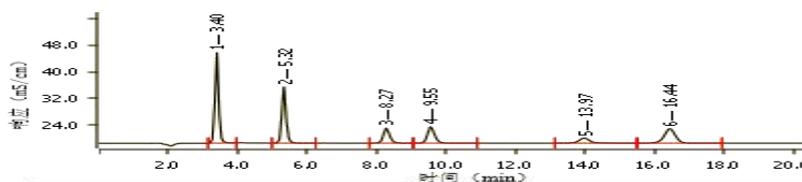
9 说明

9.1 本技术指南按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。

9.2 本技术指南的检出限为 0.03 mg/L ，定量下限为 0.10 mg/L ；定量测定范围为 0.10 mg/L ~10.00 mg/L 。当采集 75.0L 样品，洗脱液体积为 25.0 mL 时，最低检出浓度为 0.01 mg/m^3 ，最低定量浓度为 0.04 mg/m^3 。相对标准偏差是 2.43%~6.89%。当空白滤膜中硫酸根加标量为 10.00 μg ~200.00 μg 时，平均洗脱效率为 90.77%~104.29%。应测定每批微孔滤膜的空白和洗脱效率。

9.3 本技术指南也可采用相同类型的色谱柱进行测定。

9.4 工作场所空气中常见的 F^- 、 Cl^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 等阴离子在该方法中能得到较好的分离，不会干扰硫酸和三氧化硫的测定。硫酸根与共存物离子的色谱分离图见图 1。



说明：

- 1— F^- ，3.40 min；
 2— Cl^- ，5.32 min；
 3— Br^- ，8.27 min；
 4— NO_3^- ，9.55 min；
 5— PO_4^{3-} ，13.97 min；
 6— SO_4^{2-} ，16.44 min。

图 1 硫酸根与共存物离子的色谱分离图

附件 9

广东省职业卫生技术质量控制中心技术指南

GDOHTQC 037-2024

工作场所空气氟化氢和氟化物的溶剂洗脱- 离子色谱法

Determination of hydrogen fluoride and fluoride in workplace air by
solvent elution-ion chromatography

2024-11-20 发布

2024-11-20 实施

广东省职业卫生技术质量控制中心 发布

前 言

本技术指南按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本技术指南由广东省职业卫生技术质量控制中心提出并归口。

本技术指南负责制定单位为广东省职业病防治院，参与制定单位有佛山市职业病防治所、广州市职业病防治院、深圳市光明区疾病预防控制中心、深圳市职业病防治院、佛山市南海区疾病预防控制中心、惠州市职业病防治院、深圳市宝安区公共卫生服务中心和东莞市职业病防治院。

本技术指南主要起草人：王伟辉、罗晓婷、孙毅、李娟、凌伟洁、陈映新、负建培、冯耀基、谭广辉、李枫、姚莞睿、吴川、秦亦如、黄钧宜、杨展鸿、董明、赖明珍、吴邦华、戎伟丰。

工作场所空气氟化氢和氟化物的溶剂洗脱-离子色谱法

1 范围

本技术指南规定了工作场所空气中氟化氢和氟化物的溶剂洗脱-离子色谱法。
本技术指南适用于工作场所空气中气态和气溶胶态的氟化氢和氟化物浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本技术指南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技术指南。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本技术指南。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 原理

空气中气态和气溶胶态的氟化氢和氟化物用浸渍玻璃纤维滤膜采集，溶剂洗脱后进样，经色谱柱分离，电导检测器检测，以保留时间定性，峰面积或峰高定量。

4 仪器设备与材料

4.1 浸渍玻璃纤维滤膜：用镊子夹住超细玻璃纤维滤膜（孔径 0.8 μm ），在浸渍液（5.4）中浸渍 10 秒，稍稍沥干，放在大滤纸上，于 60~80 $^{\circ}\text{C}$ 下烘干。注意切勿烤焦！

4.2 采样夹，滤料直径 37 mm。

4.3 空气采样器，满足 1.0L/min~5.0L/min 的流量。

4.4 水相针式滤器，0.22 μm 。

4.5 漩涡振荡器，转速为 0~2000 r/min。

4.6 具塞比色管，10.0 mL。

4.7 分析天平，感量 0.01mg。

4.8 离子色谱仪，具电导检测器。

5 试剂

5.1 实验用水为去离子水。

5.2 碳酸钠 (Na_2CO_3)，优级纯。

- 5.3 碳酸氢钠 (NaHCO₃), 优级纯。
- 5.4 浸渍液: 溶解 7.95g 碳酸钠于水中, 定容至 100mL。
- 5.5 洗脱贮备液: 溶解 8.48 g 碳酸钠 和 0.84 g 碳酸氢钠溶于水中, 用水定容至 100 mL。
- 5.6 洗脱液: 临用前, 将洗脱贮备液稀释 100 倍。
- 5.7 标准溶液: 用水稀释国家认可的氟离子标准溶液成 100.0μg/mL 氟离子标准应用液。

6 样品的采集、运输和保存

6.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.2 样品采集

短时间采样时, 用装好浸渍玻璃纤维滤膜的采样夹, 以 5.0 L/min 流量采集 15 min 空气样品。长时间采样时, 用装好浸渍玻璃纤维滤膜的采样夹, 以 1.0 L/min 流量, 采集 2~8h 空气样品。

6.3 样品空白

将装好浸渍玻璃纤维滤膜的采样夹带至采样点, 除不连接空气采样器采集空气样品外, 其余操作同样品。每批次样品不少于 2 个样品空白。

6.4 样品运输和保存

样品采集后, 将浸渍玻璃纤维滤膜的采样面朝里对折 2 次后, 与样品空白一起置于清洁容器内运输、保存和测定。样品在室温下可稳定保存 14 d。

7 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

- 色谱柱: 阴离子色谱柱 (150.0mm×4.0mm) ;
- 流速: 0.7 mL/min;
- 流动相: 3.2 mmol/L 碳酸钠和 1.0 mmol/L 碳酸氢钠的混合溶液;
- 进样量: 20 μL。
- 柱温: 30℃。

7.2 标准系列溶液的配制与测定

取不少于 6 个具塞比色管, 分别加入少量洗脱液, 再分别准确吸取一定体积的氟离子标准应用液至容量瓶, 用洗脱液定容配制质量浓度为 0.0~10.0 μg/mL 的标准系列。参照仪器操作条件, 将离子色谱仪调节至最佳测定状态, 由低浓度到高浓度依次测定标准系列溶液, 以测得的峰面积值或峰高值对相应的氟浓度 (μg/mL) 计算回归方程。

7.3 样品处理与测定

将采过样的浸渍玻璃纤维滤膜, 装入 10 mL 具塞比色管中, 加入 10 mL 的洗脱液, 盖紧瓶盖, 以 1000r/min 在漩涡振荡器上洗脱 15 min, 洗脱液经水相针式滤器过滤后, 上机测定。用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白的洗脱液; 测得的样品峰高或峰面积值, 由回归方程计算得相应氟的浓度 (μg/mL)。若浓度超过测定范围, 用洗脱液稀释后测定, 计算时乘以稀释倍数。

8 计算

8.1 按 GBZ 159 的方法和要求将样品的采样体积换算成样品的标准采样体积 (V_{20}):

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_{20} —样品的标准采样体积, 单位为升 (L);

V —样品的采样体积, 单位为升 (L);

t —样品采集时的空气温度, 单位为摄氏度 ($^{\circ}\text{C}$);

P —样品采集时的空气大气压, 单位为千帕 (kPa)。

8.2 按式 (2) 计算空气中氟的浓度:

$$\rho = \frac{\rho_1 v}{D_1 V_{20}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ —空气中氟的浓度, 单位为毫克每立方米 (mg/m^3);

ρ_1 —测得样品洗脱液中氟的浓度 (减去样品空白), 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$);

v —样品洗脱液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_{20} —标准采样体积, 单位为升 (L);

D_1 —与样品浸渍玻璃纤维滤膜中氟剂量相当的洗脱效率。

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

9 说明

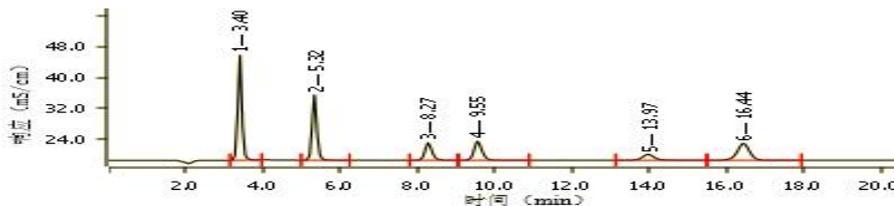
9.1 本技术指南的检出限为 $0.05\mu\text{g}/\text{mL}$ (以 3 倍标准差计算), 定量下限为 $0.17\mu\text{g}/\text{mL}$ (以 10 倍标准差计算); 定量测定范围为 $0.2\mu\text{g}/\text{mL} \sim 10.0\mu\text{g}/\text{mL}$ 。当采集 75.0L 样品, 洗脱液体积为 10.0mL 时, 最低检出浓度为 $0.007\text{mg}/\text{m}^3$, 最低定量浓度为 $0.023\text{mg}/\text{m}^3$ 。批内精密度相对标准偏差为 0.50%~1.15%; 批间精密度相对标准偏差为 0.90%~1.63%。

9.2 当浸渍玻璃纤维滤膜中氟化氢和氟化物加标量为 $30.00 \sim 80.00\mu\text{g}$ 时, 平均洗脱效率分别为 92.50%~100.94%。应测定每批浸渍玻璃纤维滤膜的空白和洗脱效率。

9.3 本技术指南也可采用相同类型的色谱柱进行测定。

9.4 若分别测定氟化氢和氟化物, 采样时, 前一张用玻璃纤维滤膜, 用于采集氟化物, 后一张用浸渍玻璃纤维滤膜, 用于采集氟化氢。

9.5 工作场所空气中氟化氢和氟化物与空气中常见的 Cl^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 、 SO_4^{2-} 等阴离子在该方法中能得到较好的分离, 不会干扰氟化氢和氟化物的测定。氟离子与共存物离子的色谱分离图见图 1。



说明:

1—F⁻, 3.40 min;

2—Cl⁻, 5.32 min;

3—Br⁻, 8.27 min;

4—NO₃⁻, 9.55 min;

5—PO₄³⁻, 13.97 min;

6—SO₄²⁻, 16.44 min。

图 1 氟离子与共存物离子的色谱分离图

广东省职业卫生技术质量控制中心技术指南

GDOHTQC 038-2024

工作场所空气中磷酸的溶剂洗脱 -离子色谱法

Determination of phosphoric acid in workplace air by solvent elution-ion
chromatography

2024-11-20 发布

2024-11-20 实施

广东省职业卫生技术质量控制中心 发布

前 言

本技术指南按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本技术指南由广东省职业卫生技术质量控制中心提出并归口。

本技术指南负责制定单位为广东省职业病防治院，参与制定单位有深圳市龙岗区疾病预防控制中心、东莞市职业病防治院、深圳市职业病防治院、广州市职业病防治院、江门市职业病防治所、佛山市职业病防治所、佛山市南海区疾病预防控制中心和惠州市职业病防治院。

本技术指南主要起草人：袁静、韦慧慰、蔡小璇、负建培、郭尧平、徐秋燕、李娟、吴雪梅、刘云富、丘静静、蒙瑞波、马安萍、林佐侃、何嘉恒、胡嘉雯、张子群、赖明珍、吴邦华、戎伟丰。

工作场所空气中磷酸的溶剂洗脱-离子色谱法

1 范围

本技术指南规定了工作场所空气中磷酸的溶剂洗脱-离子色谱法。
本技术指南适用于工作场所空气中雾态磷酸浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本技术指南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技术指南。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本技术指南。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 原理

工作场所空气中雾态的磷酸用微孔滤膜采集，水洗脱后，经阴离子交换色谱柱分离，电导检测器检测，以保留时间定性，测定峰高或峰面积，由外标标准曲线法定量。

4 仪器设备与材料

- 4.1 微孔滤膜，孔径 0.8 μm 。
- 4.2 采样夹，滤料直径 37mm 或 40mm。
- 4.3 空气采样器，满足 1.0L/min~5.0L/min。
- 4.4 水相针式滤器，0.22 μm 。
- 4.5 容量瓶，10.0mL、25.0mL。
- 4.6 烧杯，50mL。
- 4.7 超声波清洗器。
- 4.8 分析天平，感量 1mg。
- 4.9 离子色谱仪，具电导检测器。

5 试剂

- 5.1 实验用水为去离子水（电阻率 $\geq 18.25\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ）。
- 5.2 硫酸根（ PO_4^{3-} ），国家认可的有证标准溶液（质量浓度为 1000 mg/L）。

5.3 碳酸钠 (Na₂CO₃), 优级纯。

5.4 碳酸氢钠 (NaHCO₃), 优级纯。

5.5 标准应用溶液: 临用前, 用去离子水稀释标准溶液配制成 100.0 mg/L 磷酸根标准应用溶液。

6 样品的采集、运输和保存

6.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.2 样品采集

短时间采样时, 用装有微孔滤膜的采样夹, 以 5.0 L/min 流量采集 15 min 空气样品。长时间采样时, 用装有微孔滤膜的采样夹, 以 1.0L/min 流量, 采集 2h~8h 空气样品。

6.3 样品空白

将装有微孔滤膜的采样夹带至采样点, 除不连接空气采样器采集空气样品外, 其余操作同样品。每批次样品不少于 2 个样品空白。

6.4 样品运输和保存

样品采集后, 将滤膜的采样面朝里对折 2 次后, 置于清洁容器内运输和保存。样品在室温下可稳定保存 7 d。

7 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

- f) 色谱柱: 阴离子色谱柱 (150.0mm × 4.0mm) ;
- g) 流速: 0.7mL/min;
- h) 流动相: 3.2mmol/L 碳酸钠和 1.0mmol/L 碳酸氢钠的混合溶液;
- i) 进样量: 20μL;
- j) 柱温: 30℃。

7.2 标准系列溶液的配制与测定

以去离子水将磷酸根标准应用溶液配制成质量浓度为 0 mg/L~10.00 mg/L 的标准系列。参照仪器操作条件, 将离子色谱仪调节至最佳测定状态, 由低浓度到高浓度依次测定标准系列溶液, 以测得的峰高值或峰面积值对相应的磷酸根浓度 (mg/L) 计算回归方程。

7.3 样品处理与测定

将采过样的滤膜置于 50mL 的烧杯中, 准确加入 25mL 去离子水, 超声洗脱 15min, 洗脱液经水相针式滤器过滤后测定。

若样品溶液中磷酸根的浓度超过测定范围, 用去离子水稀释后测定, 计算时乘以稀释倍数。

8 计算

8.1 按 GBZ 159 的方法和要求将样品的采样体积换算成样品的标准采样体积 (V₂₀):

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V₂₀—样品的标准采样体积, 单位为升 (L) ;

V —样品的采样体积，单位为升（L）；
 t —样品采集时的空气温度，单位为摄氏度（℃）；
 P —样品采集时的空气大气压，单位为千帕（kPa）。

8.2 按式（2）计算空气中磷酸的浓度：

$$\rho = \frac{25\rho_1}{D_1V_{20}} \times f \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ —空气中磷酸的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m³）；
 ρ_1 —测得样品滤膜洗脱液中磷酸根的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（mg/L）；
 25—样品洗脱液的体积，单位为毫升（mL）；
 f —换算系数，1.03；
 V_{20} —标准采样体积，单位为升（L）；
 D_1 —与样品滤膜中磷酸根剂量相当的洗脱效率。

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

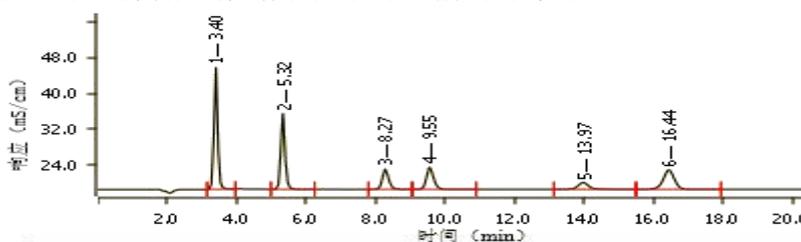
9 说明

9.1 本技术指南按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。

9.2 本技术指南的检出限为 0.05 mg/L，定量下限为 0.15 mg/L；定量测定范围为 0.15 mg/L~10.00 mg/L。当采集 75.0L 样品，洗脱液体积为 25.0mL 时，最低检出浓度为 0.02mg/m³，最低定量浓度为 0.05mg/m³。相对标准偏差为 3.31%~6.21%。当空白滤膜中磷酸根加标量为 10.00μg~200.00μg 时，平均洗脱效率为 95.28%~102.88%。应测定每批微孔滤膜的空白和洗脱效率。

9.3 本技术指南也可采用相同类型的色谱柱进行测定。

9.4 工作场所空气中常见的 F⁻、Cl⁻、Br⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻等阴离子在该方法中能得到较好的分离，不会干扰磷酸的测定结果。磷酸根与共存物离子的色谱分离图见图 1。



说明：

- 1—F⁻， 3.40 min；
- 2—Cl⁻， 5.32 min；
- 3—Br⁻， 8.27 min；
- 4—NO₃⁻， 9.55 min；
- 5—PO₄³⁻， 13.97 min；
- 6—SO₄²⁻， 16.44 min。

图 1 磷酸根与共存物离子的色谱分离图