

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.161—2018

工作场所空气有毒物质测定 第 161 部分：三溴甲烷

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 161: Tribromomethane

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161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：江苏省疾病预防控制中心、南京市疾病预防控制中心、江苏省安全生产科学研究院、南京市鼓楼区疾病预防控制中心。

本部分主要起草人：朱宝立、李小娟、龚伟、吴健、周长美、查河霞、赵好、张蓉蓉、陈妍、梅唐林、方燕。

工作场所空气有毒物质测定 第161部分：三溴甲烷

1 范围

GBZ/T 300 的本部分规定了测定工作场所空气中三溴甲烷的溶剂解吸—气相色谱法。本部分适用于工作场所空气中三溴甲烷浓度的测定。

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 工作场所空气中有毒物质监测的采样规范

3 三溴甲烷的基本信息

三溴甲烷的基本信息见表1。

表1 三溴甲烷的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
三溴甲烷 (Tribromomethane)	75-25-2	CHBr ₃	252.7

4 三溴甲烷的溶剂解吸—气相色谱法

4.1 原理

空气中的三溴甲烷用活性炭管采集，二硫化碳解吸后进样，经色谱柱分离，氢火焰离子化检测器检测，以保留时间定性，峰面积或峰高定量。

4.2 仪器

4.2.1 活性炭管，溶剂解吸型，内装100 mg/50 mg活性炭。

4.2.2 空气采样器，流量0 mL/min ~ 500 mL/min。

4.2.3 溶剂解吸瓶，2 mL。

4.2.4 微量注射器，10 μ L，1 μ L。

4.2.5 气相色谱仪，氢火焰离子化检测器。

仪器操作参考条件：

a) 色谱柱：30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μ m，FFAP；

b) 柱温：初温 60 $^{\circ}$ C，保持 1min，以 20 $^{\circ}$ C/min 升至 135 $^{\circ}$ C，保持 5 min；

c) 汽化室温度：220 $^{\circ}$ C；

d) 检测器温度：250 $^{\circ}$ C；

e) 不分流；

f) 载气（氮气）流量：3.0 mL/min。

4.3 试剂

4.3.1 三溴甲烷：色谱纯。

4.3.2 二硫化碳，色谱鉴定无干扰峰。

4.3.3 标准溶液：于5 mL容量瓶中，加入少量二硫化碳，称取或量取一定量的三溴甲烷（20℃时，三溴甲烷密度为2.89g/mL）加到容量瓶中，加二硫化碳稀释至刻度；计算此溶液的浓度，为标准贮备液。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，打开活性炭管两端，以 200 mL/min 流量采集 15 min 空气样品。

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

4.4.4 个体采样：在采样点，打开活性炭管两端，佩戴在采样对象的前胸上部，进气口尽量接近呼吸带，以 50 mL/min 流量采集 2h~8 h 空气样品。

4.4.5 样品空白：将活性炭管带至采样点，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。

4.4.6 采样后，立即封闭活性炭管两端，置清洁容器中运输和保存。样品在室温下可保存 7d。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理：将采过样的前后段活性炭分别倒入溶剂解吸瓶中，各加入 1.0 mL 二硫化碳，封闭后，不时振摇，解吸 30 min。摇匀，解吸液供测定。

4.5.2 标准系列的配制和测定：用二硫化碳稀释标准溶液配制至少 4 个浓度为 0 μg/mL~150 μg/mL 的三溴甲烷标准系列。参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定条件，分别进样 1.0 μL，测定标准系列，每个浓度重复测定 3 次。以测得的峰面积或峰高均值对三溴甲烷的浓度（μg/mL）绘制标准曲线或计算回归方程。

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的解吸溶液，测得样品峰面积或峰高值后，由标准曲线或回归方程得三溴甲烷的浓度（μg/mL）。若解吸液中三溴甲烷浓度超过测定范围，可用二硫化碳稀释后测定，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）计算空气中三溴甲烷的浓度：

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

式中：

C ——空气中三溴甲烷的浓度，单位为毫克每立方米 (mg/m^3)；

c_1 、 c_2 ——测得前后段活性炭解吸液中三溴甲烷的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

v ——解吸液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——标准采样体积，单位为升 (L)；

D ——解吸效率，%。

4.6.3 空气中三溴甲烷的时间加权平均接触浓度 (C_{TWA}) 按GBZ 159规定计算。

4.7 说明

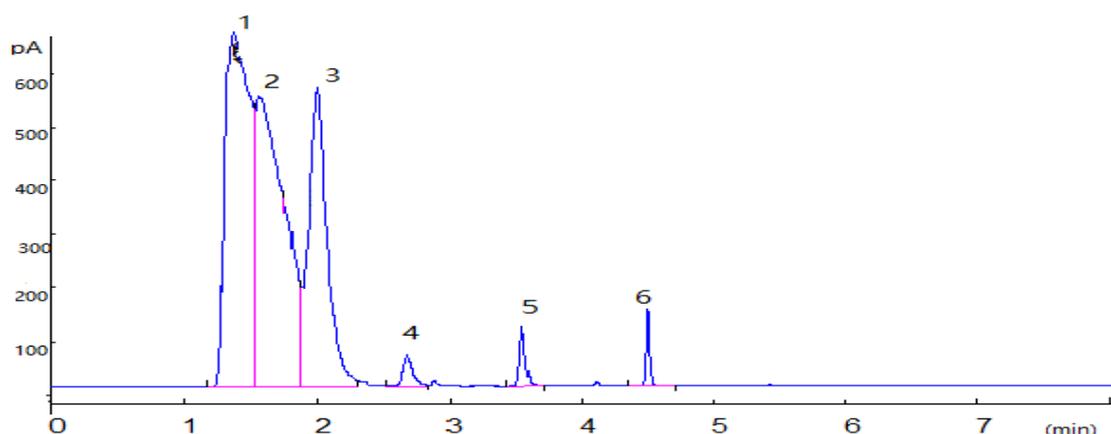
4.7.1 本法检出限为 $0.17 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量下限为 $0.57 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，当采集 3.0 L 空气样品，解吸液体积为 1.0 mL 时，最低检出浓度为 $0.06 \text{ mg}/\text{m}^3$ ，最低定量浓度为 $0.19 \text{ mg}/\text{m}^3$ 。测定范围为 $0.57 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 150 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。相对标准偏差范围为 $1.5\% \sim 2.9\%$ 。

4.7.2 本法穿透容量 $>0.61 \text{ mg}$ (100 mg 活性炭)，平均采样效率为 100.0% ，解吸效率范围为 $93.6\% \sim 96.2\%$ 。

4.7.3 样品解吸测定方法：先将活性炭管的前段活性炭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，测定结果计算时将前后段的结果相加后作相应处理。如后段的待测物量大于前段的 20% 时，表示活性炭管已超负荷，采样结果不能使用。

4.7.4 本法也可采用分离良好其他极性相近的色谱柱进行测定。

4.7.5 在本法测定条件下，现场共存物丙酮、乙醇、三氯甲烷、一溴二氯甲烷、二溴一氯甲烷均不干扰三溴甲烷的测定。色谱分离图见图1。



说明：

1——二硫化碳、丙酮；

2——乙醇；

3——三氯甲烷；

4——一溴二氯甲烷；

5——二溴一氯甲烷；

6——三溴甲烷。

图1 三溴甲烷与共存物的分离图
