

# 中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.93—2017

代替 GBZ/T 160.51—2007

---

## 工作场所空气有毒物质测定 第 93 部分：五氯酚和五氯酚钠

Determination of toxic substances in workplace air—

Part 93: Pentachlorophenol and its sodium salt

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93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 160.51—2007《工作场所空气有毒物质测定 酚类化合物》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：

——五氯酚和五氯酚钠的溶剂洗脱-高效液相色谱法

主要起草单位：中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所、辽宁省职业病防治院。

主要起草人：闫慧芳、史立新。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GBZ/T 160.51—2007。

# 工作场所空气有毒物质测定

## 第 93 部分：五氯酚和五氯酚钠

### 1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中五氯酚和五氯酚钠的溶剂洗脱-高效液相色谱法。本部分适用于工作场所空气中气溶胶态和蒸气态五氯酚和五氯酚钠浓度的检测。

### 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 五氯酚和五氯酚钠的基本信息

五氯酚和五氯酚钠的基本信息见表1。

表1 五氯酚和五氯酚钠的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
五氯酚 (Pentachlorophenol)	87-86-5	C <sub>6</sub> Cl <sub>5</sub> OH	266.32
五氯酚钠 (Sodium pentachlorophenol)	131-52-2	C <sub>6</sub> Cl <sub>5</sub> ONa	288.32

### 4 五氯酚和五氯酚钠的高效液相色谱法

#### 4.1 原理

空气中气溶胶态和蒸气态共存的五氯酚和五氯酚钠用微孔滤膜与装有乙二醇的大气泡吸收管串联采样，经C<sub>18</sub>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 大气泡吸收管。

4.2.2 微孔滤膜，孔径 0.8μm。

4.2.3 小采样夹，滤料直径为 25mm。

4.2.4 空气采样器，流量范围为 0L/min~2L/min。

- 4.2.5 具塞试管, 10mL。
- 4.2.6 针头式过滤器, 有机相, 孔径 0.45 $\mu$ m。
- 4.2.7 高效液相色谱仪, 具紫外检测器, 测定波长 300nm; 仪器操作参考条件:
- 色谱柱: 250mm $\times$ 4.6mm $\times$ 5 $\mu$ m, C<sub>18</sub>;
  - 柱温: 室温;
  - 流动相: 乙腈:0.01mol/L 磷酸溶液=75:25(V/V);
  - 流动相流量: 1.5mL/min。

#### 4.3 试剂

- 4.3.1 实验用水为重蒸馏水, 试剂为优级纯。
- 4.3.2 乙二醇, 色谱纯。
- 4.3.3 乙腈, 色谱纯。
- 4.3.4 磷酸溶液, 0.01mol/L。
- 4.3.5 标准溶液: 准确称取一定量的五氯酚, 溶于流动相中, 定量转移入容量瓶中, 稀释至刻度, 为标准贮备液。临用前, 用流动相稀释成 40.0 $\mu$ g/mL 五氯酚标准溶液。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, 串联装好微孔滤膜的小采样夹(在前)和装有 5.0mL 乙二醇的大气泡吸收管, 以 1.0L/min 流量采集 15min 空气样品。
- 4.4.3 长时间采样: 在采样点, 串联装好微孔滤膜的小采样夹(在前)和装 5.0mL 乙二醇的大气泡吸收管, 以 500mL/min 流量采集 2h~4h 空气样品。
- 4.4.4 采样后, 立即打开采样夹, 取出滤膜, 放入串联的吸收管的乙二醇中, 密封进出气口, 置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存 8d。
- 4.4.5 样品空白: 在采样点, 打开装好微孔滤膜的小采样夹, 立即取出滤膜, 放入串联的吸收管的乙二醇中, 封闭进出气口, 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: 用吸收管中的样品溶液洗涤进气管内壁 3 次, 将样品溶液转移入具塞试管中, 用乙二醇洗涤吸收管及滤膜, 洗涤液并入具塞试管, 并定容至 10.0mL, 摇匀, 供测定。若样品溶液中有固体颗粒物, 用针头式过滤器过滤后测定。
- 4.5.2 标准曲线的制备: 取 4 支~7 支容量瓶, 用流动相稀释标准溶液成 0.0 $\mu$ g/mL~40.0 $\mu$ g/mL 浓度范围的五氯酚标准系列。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 10.0 $\mu$ L, 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五氯酚浓度( $\mu$ g/mL)绘制标准曲线或计算回归方程, 其相关系数应 $\geq$ 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五氯酚的浓度( $\mu$ g/mL)。若样品溶液中五氯酚浓度超过测定范围, 用乙二醇稀释后测定, 计算时乘以稀释倍数。

#### 4.6 计算

- 4.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。
- 4.6.2 按式(1)计算空气中五氯酚的浓度:

$$C = \frac{10C_0}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$C$ ——空气中五氯酚的浓度，乘以1.083为五氯酚钠的浓度，单位为毫克每立方米（ $\text{mg}/\text{m}^3$ ）；

$10$ ——样品溶液的体积，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）；

$C_0$ ——测得的样品溶液中五氯酚的浓度（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（ $\text{L}$ ）。

4.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度（ $C_{\text{TWA}}$ ）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  $0.04\mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量下限为  $0.13\mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量测定范围为  $0.13\mu\text{g}/\text{mL} \sim 40.0\mu\text{g}/\text{mL}$ ；以采集 15L 空气样品计，最低检出浓度为  $0.03\text{mg}/\text{m}^3$ ，最低定量浓度为  $0.09\text{mg}/\text{m}^3$ ；相对标准偏差为  $0.1\% \sim 3.2\%$ ，平均采样效率  $\geq 97\%$ 。

4.7.2 现场空气中可能共存的六六六、3-氯酚等不干扰测定。

4.7.3 本法的色谱分离图见图 1。

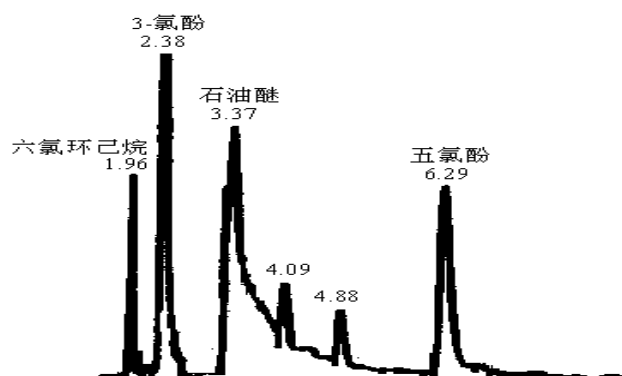


图1 色谱分离图