

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB37/T 3023.3—2017

工作场所空气有毒物质测定 第3部分：氯乙酸 离子色谱法

2017-10-25 发布

2017-11-25 实施

山东省质量技术监督局 发布

前 言

DB37/T 3023《工作场所空气有毒物质测定》目前计划发布如下部分：

- 第1部分：甲酸 离子色谱法；
- 第2部分：乙酸 离子色谱法；
- 第3部分：氯乙酸 离子色谱法；
- 第4部分：马拉硫磷 气相色谱法。

本部分为DB37/T 3023的第3部分。

本部分按照GB/T 20001.4—2015给出的规则起草。

本部分由山东省安全生产监督管理局提出。

本部分由山东省安全生产标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：济南华源安全评价有限公司。

本部分主要起草人：桑圣凯、杨凤霞、刘兴鲁、孟宪隆、崔爱红。

工作场所空气有毒物质测定 第3部分：氯乙酸 离子色谱法

警示：本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了工作场所空气有毒物质测定氯乙酸的离子色谱测定方法。

本标准适用于工作场所空气中氯乙酸浓度的测定。

本方法氯乙酸检出限为 $0.0074\ \mu\text{g/mL}$ ，测定范围为 $0.0074\ \mu\text{g/mL}\sim 10\ \mu\text{g/mL}$ ，最低检出浓度为 $0.005\ \text{mg/m}^3$ （以采集 $15\ \text{L}$ 空气样品计）。

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，仅所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。

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

GBZ/T 160.59—2004 工作场所空气有毒物质测定 羧酸类化合物

3 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯及以上试剂，实验用水为符合GB/T 6682规定的一级水规格，所用溶液均按GB/T 603制备。

4 方法提要

空气中的氯乙酸用硅胶采集，用水解吸后，经离子色谱柱分离，电导检测器检测，以保留时间定性，峰面积定量。

5 试剂和材料

5.1 碳酸钠。

5.2 碳酸氢钠。

5.3 硫酸。

5.4 氯乙酸钠（ $\text{ClCH}_2\text{COONa}$ ）。

5.5 解吸液：水。

5.6 淋洗液： $3.2\ \text{mmol/L}$ 碳酸钠和 $1.0\ \text{mmol/L}$ 碳酸氢钠水溶液

称取碳酸钠 (5.1) 3.392 g和碳酸氢钠 (5.2) 0.840 g, 溶于水, 移入500 mL容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀, 使用前, 吸取50 mL, 用水稀释至1000 mL, 摇匀, 经0.22 μm 水相滤膜过滤。

5.7 再生液: 0.5 %硫酸溶液

量取2.8 mL硫酸 (5.3), 缓缓注入约700 mL水中, 冷却, 稀释至1000 mL。

5.8 氯乙酸标准储备溶液, 1.0 mg/mL

准确称取0.1233 g氯乙酸钠 (5.4), 溶于水中, 定量转移入100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 贮于聚丙烯或高密度聚乙烯瓶中, 4 $^{\circ}\text{C}$ 冷藏存放。

5.9 氯乙酸标准溶液, 10.0 $\mu\text{g/mL}$

移取1.00 mL标准储备溶液 (5.8), 置于100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液应在使用前配制。

6 仪器

6.1 空气采样器, 流量范围 0~2000 mL/min。

6.2 硅胶管: 溶剂解吸型, 内装 300 mg/150 mg 硅胶。

6.3 具塞比色管, 10 mL。

6.4 分析天平, 感量 0.1 mg。

6.5 水相针头式过滤器, 0.22 μm 孔径。

6.6 离子色谱仪, 具电导检测器。

7 样品的采集、运输和保存

按GBZ/T 160.59—2004中3.4执行

8 色谱分析条件

色谱参考分析条件见表1, 其他能达到同等分离效果的色谱分析条件均可使用。典型离子色谱图见附录A。

表1 色谱参考分析条件

色谱柱	柱长 150 mm 内径 4.0 mm, 装有带季铵盐官能团的聚乙烯醇填料
淋洗液	3.2 mmol/L 碳酸钠和 1.0 mmol/L 碳酸氢钠水溶液
淋洗液流速, mL/min	0.7
检测器	化学抑制型电导检测器
进样量, μL	20
抑制器	阳离子交换树脂抑制器
再生液	0.5 %硫酸溶液

9 分析步骤

9.1 对照试验

将硅胶管（6.2）带至现场，除不连接空气采样器采集空气外，其余操作同样品，作为样品的空白对照。

9.2 样品处理

将采过样的前、后段硅胶分别倒入2只具塞比色管（6.3）中，加入10.0 mL解吸液（5.5），密闭后，振摇1 min，在室温下解吸30 min，经0.22 μm水相针头式过滤器（6.5）过滤，得样品解吸溶液和空白对照解吸溶液。若样品解吸溶液中待测物浓度超过测定范围，可用解吸液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

9.3 标准曲线的绘制

9.3.1 准确吸取0、1.0、2.0、5.0、10.0 mL氯乙酸标准溶液（5.9），分别置于5只具塞比色管（6.3）中，用解吸液（5.5）稀释至刻度，摇匀，得0、1.0、2.0、5.0、10.0 μg/mL氯乙酸系列标准溶液。

9.3.2 参照表1所列的色谱分析条件，将仪器调节至最佳状态，进样测定，重复3次。

9.3.3 以氯乙酸系列标准溶液的浓度（μg/mL）为横坐标，与其对应的峰面积均值为纵坐标绘制标准曲线或计算回归方程。

9.4 样品测定

用测定标准系列的操作条件测定样品解吸溶液和空白对照解吸溶液，由标准曲线或回归方程得到解吸溶液中氯乙酸的浓度（μg/mL）。

9.5 结果计算与表示

空气中氯乙酸的浓度按式（1）计算：

$$C = \frac{(c_1 + c_2 - c_0)v}{V_0 D} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C ——空气中氯乙酸的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m³）；

c_1, c_2 ——测得的前、后段样品解吸溶液中氯乙酸的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

c_0 ——测得空白对照解吸溶液中氯乙酸的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

v ——解吸溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——标准采样体积，单位为升（L），按照GBZ 159规定换算；

D ——解吸效率。

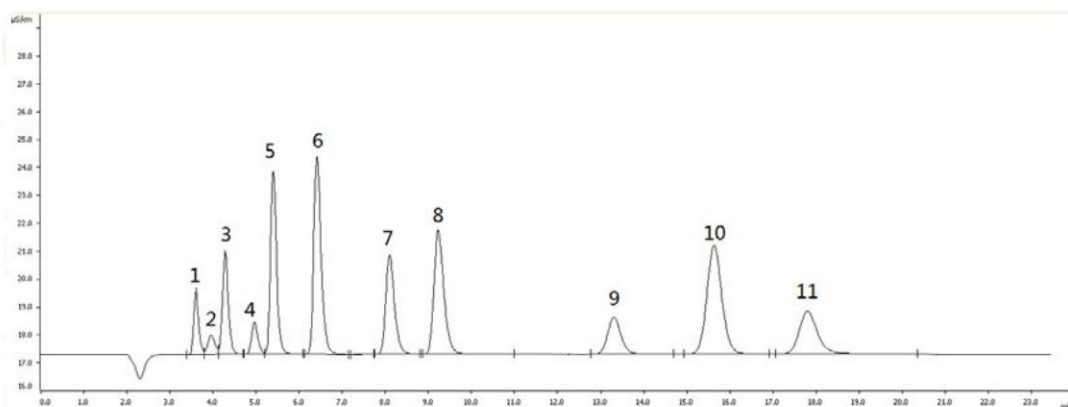
10 说明

10.1 本法的穿透容量为4.9 mg，采样效率100%，每批硅胶吸附管应测定解吸效率，参考附录B。

10.2 先将硅胶管前段倒入比色管中解吸并测定，如果测定结果显示未超出本法的穿透容量时，后段可以不用解吸和测定；当测定结果显示超出本法的穿透容量时，再将硅胶管后段解吸并测定。

10.3 工作场所空气中共存的氢氟酸、乙酸、甲酸、盐酸、亚硝酸、氢溴酸、硝酸、硫酸、磷酸、草酸不干扰测定。

附 录 A
(资料性附录)
典型色谱图



色谱峰:

- 1——氢氟酸 1 $\mu\text{g/mL}$;
- 2——乙酸 5 $\mu\text{g/mL}$;
- 3——甲酸 5 $\mu\text{g/mL}$;
- 4——氯乙酸 3 $\mu\text{g/mL}$;
- 5——盐酸 5 $\mu\text{g/mL}$;
- 6——亚硝酸 10 $\mu\text{g/mL}$;
- 7——氢溴酸 10 $\mu\text{g/mL}$;
- 8——硝酸 10 $\mu\text{g/mL}$;
- 9——磷酸 10 $\mu\text{g/mL}$;
- 10——硫酸 10 $\mu\text{g/mL}$;
- 11——草酸 10 $\mu\text{g/mL}$ 。

图A.1 氯乙酸测定时的典型离子色谱图

附 录 B

（资料性附录）

硅胶管解吸效率的测定方法

B.1 试剂和材料

本标准第5章。

B.2 仪器设备

本标准第6章。

B.3 分析步骤

取18支硅胶管，分为3组，每组6支，分别加入15 μg、30 μg、60 μg三个剂量的氯乙酸（加入的氯乙酸标准溶液的量不应超过10 μL）。密封硅胶管，放置过夜。按本标准9.2规定处理，得3组解吸溶液，同时做空白试验。按本标准9.4的规定测定所得3组解吸溶液的氯乙酸浓度，同时做空白试验。

B.4 解吸效率的计算

氯乙酸的解吸效率 D ，以%表示，按式（B.1）计算

$$D = \frac{10 \times (c_{b1} - c_{b0})}{m_b} \times 100\% \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

c_{b1} ——测得的硅胶管解吸溶液中氯乙酸的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

c_{b0} ——空白试验测得的硅胶管解吸溶液中氯乙酸的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

m_b ——加入到硅胶管的氯乙酸的质量，单位为微克（μg）；

10 ——测定时加入的解吸液的体积，单位为毫升（mL）。

B.5 解吸效率的表述

三组硅胶管的测定结果的算术平均值作为氯乙酸的解吸效率，数值不得低于90%，个别浓度的解吸效率最低不得低于75%，相对标准偏差不应低于7%。