

DB 12

天 津 市 地 方 标 准

DB12/T 797—2018

工作场所空气中三氯氧磷的测定 离子色 谱法

Determination of Phosphorus oxychloride in air of workplace by ion chromatography

2018 - 06 - 07 发布

2018 - 07 - 08 实施

天津市市场监督管理委员会 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由天津市卫生和计划生育委员会提出并归口。

本标准起草单位：天津市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：赵淑岚、张健、张万超、李冠妍、刘蒙蒙、韩承。

工作场所空气中三氯氧磷的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了工作场所空气中三氯氧磷的离子色谱测定方法。
本标准适用于工作场所空气中三氯氧磷浓度的测定。

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 三氯氧磷的离子色谱法

3.1 原理

工作场所空气中的三氯氧磷在碳酸钠和碳酸氢钠溶液中水解，生成磷酸与氯化氢。以碳酸钠和碳酸氢钠溶液做吸收液，用多孔玻板吸收管采集空气中三氯氧磷，吸收液用一次性针筒式微孔滤膜过滤器过滤后直接进样，经Ionpac AS 14A阴离子色谱柱分离，电导检测器检测三氯氧磷水解液中的氯离子浓度，保留时间定性，峰高或峰面积定量，由氯离子浓度计算三氯氧磷浓度。

3.2 仪器

- 3.2.1 多孔玻板吸收管。
- 3.2.2 空气采样器，流量 0.1L/min~1.5L/min。
- 3.2.3 一次性针筒式微孔滤膜过滤器，孔径 0.45μ m。
- 3.2.4 溶剂过滤器。
- 3.2.5 具塞刻度试管，10mL。
- 3.2.6 离子色谱仪：仪器操作参考条件参见附录 A。

3.3 试剂

- 3.3.1 实验用水为去离子水，其他试剂均为优级纯。
- 3.3.2 吸收液（流动相）：称取 1.908g 碳酸钠和 1.428g 碳酸氢钠溶于 100mL 水中，置冰箱内备用。临用前，取出 10mL，用水稀释至 1L。
- 3.3.3 标准溶液：称取 0.2044g 氯化钾（于 110℃干燥 2h），溶于水，定量转移入 1000mL 容量瓶中，稀释至刻度。此溶液为 100μ g/mL 标准贮备液。临用前，用吸收液稀释至氯离子浓度为 10.0μ g/mL 的标准应用液。或用国家认可的标准溶液配制。

3.4 样品的采集、运输和保存

3.4.1 短时间采样:在采样点,用一只装有 10.0mL 吸收液的多孔玻板吸收管,以 1L/min 流量采集 15min 空气样品。

3.4.2 长时间采样:在采样点用装有 10.0mL 吸收液的多孔玻板吸收管,以 0.5L/min 流量采集空气样品 2h。

3.4.3 采样后,立即封闭吸收管的进出气口;置清洁容器内运输和保存,在室温下样品可保存 7d。

3.5 分析步骤

3.5.1 对照试验:将一只装有 10.0mL 吸收液的多孔玻板吸收管带至采样点,除不连接空气采样器采集空气样品外,其余操作同样品,作为样品的空白对照。

3.5.2 标准曲线的绘制:取 5 只具塞刻度试管,分别加入 0.0mL~4.0mL 氯离子标准溶液,各加吸收液至 10.0mL,配成 0.0μg/mL~4.00μg/mL 氯离子标准系列。参照仪器操作条件,将离子色谱仪调节至最佳测定状态,进样 25μL,分别测定标准系列,每个浓度重复测定 3 次,以峰高或峰面积均值对相应的氯离子浓度(μg/mL)绘制标准曲线。

3.5.3 样品处理及测定:用吸收管中的吸收液洗涤吸收管进气管内壁 3 次,用一次性针筒式微孔滤膜过滤器过滤至 10mL 具塞刻度试管中,补充吸收液至刻度,供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围,可用吸收液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白对照溶液。测得的样品峰高或峰面积值减去样品空白对照的峰高或峰面积值后,由标准曲线得氯离子的浓度(μg/mL)。

3.6 计算

3.6.1 按 GBZ 159 的要求,将采样体积换算成标准采样体积,具体见(1)式。

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

式中: V_{20} — 标准采样体积, L;

V — 采样体积, L;

t — 采样点的温度, °C;

P — 采样点的大气压, kPa。

3.6.2 按式(2)计算空气中三氯氧磷的浓度:

$$C = \frac{10c}{V_{20}} \times 1.44 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: C — 空气中三氯氧磷的浓度, mg/m³;

10 — 吸收液的体积, mL;

c — 测得样品溶液中氯离子的浓度, μg/mL;

V_{20} — 标准采样体积, L。

1.44—由氯离子浓度换算成三氯氧磷浓度的系数。

3.6.3 时间加权平均接触浓度(C_{TWA})按 GBZ 159 规定计算。

附 录 A
(资料性附录)
仪器操作参考条件及说明

- A.1 仪器操作参考条件：色谱柱：Ionpac AS 14A 阴离子色谱柱和Ionpac AG 14A阴离子保护柱，或同类型的阴离子分离柱和阴离子保护柱。流动相流量：1.5mL/min。
- A.2 流动相（吸收液）可用氢氧根体系代替。
- A.3 但当现场有含氯化合物共存时，可干扰三氯氧磷的测定。
- A.4 本法的检出限、定量下限、定量测定范围、最低检出浓度（以采集 15.0L空气样品计）、相对标准偏差、采样效率、加标回收率等方法性能指标见表A.1。

表A.1 方法的性能指标

化合物	检出限 ($\mu\text{g/mL}$)	定量下限 ($\mu\text{g/mL}$)	最低检出浓度 (mg/m^3)	测定范围 ($\mu\text{g/mL}$)	相对标准 偏差 (%)	采样效率 (%)	方法回收率 (%)
三氯氧磷	0.033	0.11	0.022	0.11~5.76	3.3~6.2	100	97.8~104

参 考 文 献

- [1] GBZ/T 210.4-2008 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测定方法
 - [2] GBZ/T 160.31-2004 工作场所空气有毒物质测定 氯化物
 - [3] 王信宏, 周晓军, 张仁忠, 等. 离子色谱法测定工作场所空气中三氯氧磷[J]. 中国卫生检验杂志, 2007, 17(11):2011-2038
 - [4] 王信宏, 张仁忠, 周晓军, 等. 离子色谱法测定工作场所空气中三氯氧磷的方法研究[J]. 中国预防医学杂志, 2008, 9(12):1087-1089
-