

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.115—2017
部分代替 GBZ/T 160.59—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 115 部分：氯乙酸

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 115: Chloroacetic acid

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115部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009的规则起草。

本部分由GBZ/T 160.59—2004《工作场所空气有毒物质测定 羧酸类化合物》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：

——溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：湖北省疾病预防控制中心。

主要起草人：邵生文、梁禄。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GBZ/T 160.59—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第 115 部分：氯乙酸

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中氯乙酸的溶剂解吸-气相色谱法。
本部分适用于工作场所空气中蒸气态氯乙酸浓度的检测。

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 氯乙酸的基本信息

氯乙酸的基本信息见表1。

表1 氯乙酸的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
氯乙酸 (Chloroacetic acid)	79-11-8	ClCH ₂ COOH	94.49

4 氯乙酸的溶剂解吸-气相色谱法

4.1 原理

空气中的蒸气态氯乙酸用硅胶采集，水解吸后进样，经气相色谱柱分离，氢焰离子化检测器检测，以保留时间定性，峰高或峰面积定量。

4.2 仪器

- 4.2.1 硅胶管，溶剂解吸型，内装 300mg/150mg 硅胶。
- 4.2.2 空气采样器，流量范围为 0L/min~2L/min。
- 4.2.3 溶剂解吸瓶，5mL。
- 4.2.4 微量注射器。

4.2.5 气相色谱仪，具氢焰离子化检测器，仪器操作参考条件：

- a) 色谱柱：1.5m×3mm，FFAP:H₃PO₄:Chromosorb WAW DMCS = 3:0.5:100；
- b) 柱温：140℃；
- c) 气化室温度：200℃；
- d) 检测室温度：200℃；
- e) 载气(氮)流量：50mL/min。

4.3 试剂

4.3.1 实验用水为蒸馏水。

4.3.2 FFAP，色谱固定液。

4.3.3 Chromosorb WAW DMCS，色谱担体，60目~80目。

4.3.4 磷酸， $\rho_{25}=1.68\text{g/mL}$ 。

4.3.5 标准溶液：容量瓶中加入水，准确称量后，加入一定量的氯乙酸，再准确称量；用水定容。由两次称量之差计算溶液的浓度，为标准贮备液。置冰箱保存。临用前，用水稀释成80.0 $\mu\text{g/mL}$ 氯乙酸标准溶液。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，用硅胶管以1.0L/min流量采集 $\leq 15\text{min}$ 空气样品。采样后，立即封闭硅胶管两端，置清洁容器中运输和保存。样品在室温下可保存15d。

4.4.3 样品空白：在采样点，打开硅胶管两端，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。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理：将前后段硅胶分别倒入两支溶剂解吸瓶中，加0.50mL水，封闭后，解吸30min，不时振摇。样品溶液供测定。

4.5.2 标准曲线的制备：取4支~7支容量瓶，用水稀释标准溶液成0.0 $\mu\text{g/mL}$ ~80.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围的氯乙酸标准系列。参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，进样1.0 μL ，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氯乙酸浓度($\mu\text{g/mL}$)绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应 ≥ 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氯乙酸的浓度($\mu\text{g/mL}$)。若样品溶液中氯乙酸浓度超过测定范围，用水稀释后测定，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)计算空气中氯乙酸的浓度：

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

式中：

C ——空气中氯乙酸的浓度，单位为毫克每立方米 (mg/m^3)；

c_1 、 c_2 ——测得的前后段样品溶液中氯乙酸的浓度(减去样品空白)，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

- v ——样品溶液的体积，单位为毫升（mL）；
 V_0 ——标准采样体积，单位为升（L）；
 D ——解吸效率，%。

4.7 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 $3.2\mu\text{g/mL}$ ，定量下限为 $10.7\mu\text{g/mL}$ ，定量测定范围为 $10.7\mu\text{g/mL}\sim 80\mu\text{g/mL}$ ；以采集 15L 空气样品计，最低检出浓度为 0.11mg/m^3 ，最低定量浓度为 0.36mg/m^3 ；相对标准偏差为 $4.9\%\sim 5.6\%$ ，穿透容量（300g 硅胶）为 4.9mg，平均采样效率为 100%，平均解吸效率为 99.9%。应测定每批硅胶管的解吸效率。

4.7.2 本法也可采用等效的其他气相色谱柱测定。根据测定需要可以选用恒温测定或程序升温测定。
