

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.114—2017
部分代替 GBZ/T 160.59—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 114 部分：草酸和对苯二甲酸

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 114: Oxalic acid and phthalic 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114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：

——草酸的溶液吸收-离子色谱法

主要起草单位：哈尔滨医科大学公共卫生学院。

主要起草人：苍恩志。

——对苯二甲酸的溶剂洗脱-紫外分光光度法

主要起草单位：哈尔滨医科大学公共卫生学院。

主要起草人：苍恩志。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 16245—1996 附录A；

——GBZ/T 160.59—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第114部分：草酸和对苯二甲酸

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中草酸的溶液吸收-离子色谱法和对苯二甲酸的溶剂洗脱-紫外分光光度法。

本部分适用于工作场所空气中草酸和对苯二甲酸浓度的检测。

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 草酸和对苯二甲酸的基本信息

草酸和对苯二甲酸的基本信息见表1。

表1 草酸和对苯二甲酸的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
草酸 (乙二酸, Oxalic acid)	144-62-7	HOOC-COOH	90.04
对苯二甲酸 (p-Phthalic acid)	100-21-0	HOOC-C ₆ H ₄ -COOH	166.13

4 草酸的溶液吸收-离子色谱法

4.1 原理

空气中蒸气态和雾态草酸用装有水的多孔玻板吸收管采集，直接进样，经离子色谱柱分离，电导检测器检测，保留时间定性，峰高或峰面积定量。

4.2 仪器

- 4.2.1 多孔玻板吸收管。
- 4.2.2 空气采样器，流量范围为 0L/min~1L/min。
- 4.2.3 微量注射器。
- 4.2.4 针头式过滤器，有机相，孔径 0.45μm。
- 4.2.5 具塞刻度试管，5mL。
- 4.2.6 离子色谱仪，具电导检测器，仪器参考操作条件：
- 色谱柱：250mm×4mm，阳离子色谱柱和阳离子保护柱；
 - 柱温：40℃；
 - 检测室温度：40℃；
 - 流动相：邻苯二甲酸溶液（4.3.2）；
 - 流动相流量：1.0mL/min。

4.3 试剂

- 4.3.1 实验用水为去离子水，试剂为分析纯。
- 4.3.2 邻苯二甲酸溶液：0.415g 邻苯二甲酸溶于 1000mL 水中，用三羧甲胺调 pH 为 3.4；经针头式过滤器过滤。
- 4.3.3 标准溶液：准确称取一定量的草酸，溶于水，定量转移入容量瓶中，稀释至刻度，此溶液为标准贮备液。临用前，用水稀释成 10.0μg/mL 草酸标准溶液。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，用装有 5.0mL 水的多孔玻板吸收管，以 500mL/min 流量采集 ≥15min 空气样品。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。样品应尽快测定。
- 4.4.3 样品空白：在采样点，打开装有 5.0mL 水的多孔玻板吸收管的进出气口，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：用吸收管中的样品溶液洗涤进气管内壁 3 次，样品溶液用针头式过滤器过滤入具塞刻度试管中，供测定。
- 4.5.2 标准曲线的制备：取 4 支~7 支容量瓶，分别加入 0.0mL~10.0mL 标准溶液，各加水至 10.0mL，配成 0.0μg/mL~10.0μg/mL 浓度范围的草酸标准系列。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 50.0μL，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草酸浓度(μg/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草酸的浓度(μg/mL)。若样品溶液中草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）计算空气中草酸的浓度：

$$C = \frac{C_{0V}}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C ——空气中草酸的浓度，单位为毫克每立方米（ mg/m^3 ）；

C_0 ——测得的样品溶液中草酸的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

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 ）。

4.6.3 空气中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 $0.13\mu\text{g}/\text{mL}\sim 10\mu\text{g}/\text{mL}$ ；以采集 7.5L 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 $0.1\text{mg}/\text{m}^3$ ；相对标准偏差为 $1.6\%\sim 3.8\%$ ，平均采样效率为 100% 。

4.7.2 现场可能共存的无机和有机酸不干扰测定。

5 对苯二甲酸的溶剂洗脱-紫外分光光度法

5.1 原理

空气中的气溶胶态对苯二甲酸用微孔滤膜采集，氢氧化钾溶液洗脱后，用紫外分光光度计在 238nm 波长处测量吸光度，进行定量。

5.2 仪器

5.2.1 微孔滤膜，孔径 $0.8\mu\text{m}$ 。

5.2.2 大采样夹，滤料直径为 37mm 或 40mm 。

5.2.3 小采样夹，滤料直径为 25mm 。

5.2.4 空气采样器，流量范围为 $0\text{L}/\text{min}\sim 5\text{L}/\text{min}$ 。

5.2.5 具塞比色管， 10mL 。

5.2.6 紫外分光光度计，具 1cm 石英比色皿。

5.3 试剂

5.3.1 实验用水为蒸馏水，试剂为分析纯。

5.3.2 氢氧化钾溶液， $10\text{g}/\text{L}$ 。

5.3.3 标准溶液：准确称取一定量的对苯二甲酸，溶于氢氧化钾溶液中，定量转移入容量瓶中，并定容。此溶液为标准贮备液。临用前，用氢氧化钾溶液稀释成 $20.0\mu\text{g}/\text{mL}$ 对苯二甲酸标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

5.4 样品的采集、运输和保存

5.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

5.4.2 短时间采样：在采样点，用装好微孔滤膜的大采样夹，以 $2.0\text{L}/\text{min}$ 流量采集 15min 空气样品。

5.4.3 长时间采样：在采样点，用装好微孔滤膜的小采样夹，以 $1.0\text{L}/\text{min}$ 流量采集 $2\text{h}\sim 8\text{h}$ 空气样品。

5.4.4 采样后，打开采样夹，取出滤膜，接尘面朝里对折，放入具塞比色管中，置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存 7d 。

5.4.5 样品空白：在采样点，打开装好微孔滤膜的采样夹，立即取出滤膜，放入具塞比色管中，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。

5.5 分析步骤

5.5.1 样品处理：向装有微孔滤膜的具塞比色管中加 10.0mL 氢氧化钾溶液，振摇 1min 后，样品溶液供测定。

5.5.2 标准曲线的制备：取 5 支~8 支具塞比色管，分别加入 0.0mL~5.0mL 对苯二甲酸标准溶液，各加氢氧化钾溶液至 10.0mL，配成 0.0μg/mL~10.0μg/mL 浓度范围的对苯二甲酸标准系列。用紫外分光光度计于 238nm 波长下，分别测定标准系列各浓度的吸光度。以测得的吸光度对应的对苯二甲酸浓度（μg/mL）绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应≥0.999。

5.5.3 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。测得的吸光度值由标准曲线或回归方程得样品溶液中对苯二甲酸的浓度（μg/mL）。若样品溶液中待测物的浓度超过测定范围，用氢氧化钾溶液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

5.6 计算

5.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

5.6.2 按式（2）计算空气中对苯二甲酸的浓度：

$$C = \frac{10C_0}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

C ——空气中对苯二甲酸的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m³）；

10 ——样品溶液的体积，单位为毫升（mL）；

C_0 ——测得的样品溶液中对苯二甲酸的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（μg/mL）；

V_0 ——标准采样体积，单位为升（L）。

5.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度（ C_{TWA} ）按 GBZ 159 规定计算。

5.7 说明

5.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的定量下限为 0.3μg/mL，定量测定范围为 0.3μg/mL~10μg/mL；以采集 30L 空气样品计，最低定量浓度为 0.1mg/m³；平均采样效率>96%，平均洗脱效率>91%。

5.7.2 工作场所空气中可能共存的化学物质不干扰测定。