

# 团 体 标 准

T/JPMA 001—2019

---

## 工作场所空气中三氯氧磷的测定 离子色谱法

Determination of phosphorus oxychloride in workplace air by ion chromatography



2019 - 10 - 25 发布

2019 - 11 - 01 实施

江苏省预防医学会 发布



## 目 次

前 言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 原理.....	1
4 仪器与设备.....	1
5 试剂.....	1
6 样品的采集、运输和保存.....	2
7 分析步骤.....	2
8 计算.....	3
附录 A（资料性附录） 三氯氧磷的基本信息.....	4
附录 B（资料性附录） 方法说明.....	5



## 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由南京市疾病预防控制中心提出。

本标准由江苏省预防医学会归口。

本标准起草单位：南京市疾病预防控制中心、江苏省疾病预防控制中心、环境保护部南京环境科学研究所。

本标准主要起草人：查河霞、张昊、张圣虎、嵇童童、赵好。



# 工作场所空气中三氯氧磷的测定 离子色谱法

## 1 范围

本标准规定了测定工作场所空气中三氯氧磷的离子色谱法。  
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 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 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测定方法

## 3 原理

工作场所空气中的三氯氧磷以水为吸收液，多孔玻板吸收管采集，三氯氧磷溶于水生成磷酸（ $\text{POCl}_3 + 3\text{H}_2\text{O} = \text{H}_3\text{PO}_4 + 3\text{HCl}$ ），以氢氧化钾溶液为淋洗液，离子色谱法测定吸收液中磷酸根含量，进而计算出空气中三氯氧磷的浓度。

## 4 仪器与设备

- 4.1 多孔玻板吸收管，10 mL。
- 4.2 空气采样器，流量 0 L/min~1.5 L/min。
- 4.3 针式滤器，水相，孔径 0.2  $\mu\text{m}$ 。
- 4.4 溶剂过滤装置，滤膜孔径 0.2  $\mu\text{m}$ 。
- 4.5 刻度吸管，1.00 mL 和 5.00 mL。
- 4.6 具塞刻度试管，10 mL。
- 4.7 容量瓶，100 mL 和 1000 mL。
- 4.8 分析天平，精度 0.1 mg。
- 4.9 离子色谱仪，配电导检测器。

## 5 试剂

- 5.1 本方法实验用水为 GB/T 6682 规定的一级水。
- 5.2 吸收液：水。
- 5.3 淋洗液（氢氧化钾溶液，30 mmol/L）：临用前，称取 1.6833 g 氢氧化钾（优级纯），溶于水中，并定容至 1000 mL，经溶剂过滤器过滤后使用。或用电解淋洗液发生器在线自动发生。
- 5.4 标准溶液用磷酸二氢钾试剂（分析纯）配制或采用可溯源的有证标准溶液配制：

- 标准储备液：准确称取 0.1775 g 磷酸二氢钾 ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ，分析纯， $105^\circ\text{C}\pm 5^\circ\text{C}$ 干燥 1 h)，溶于水，定量转入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，贮存在塑料瓶中，此溶液为浓度相当于 2.00 mg/mL 的三氯氧磷标准储备液。标准储备液室温下可保存 6 个月。
- 标准应用液：吸取 0.50 mL 标准储备液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释并定容至刻度，此液为 10.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的三氯氧磷标准应用液。

## 6 样品的采集、运输和保存

- 6.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。
- 6.2 短时间采样：在采样点，用装有 5.0 mL 吸收液的多孔玻板吸收管，以 0.50 L/min 流量采集 15 min 空气样品。
- 6.3 样品空白：在采样点，将装有 5.0 mL 吸收液的多孔玻板吸收管的进出气口打开，并立即封闭，除不连接空气采样器采集空气样品外，其余操作同样品，与样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白，计算时取平均值。
- 6.4 采样后，立即封闭吸收管的进出气口，置清洁的容器内运输和保存。样品在室温下可保存 7 d。

## 7 分析步骤

### 7.1 样品处理

- 7.1.1 用吸收管中的吸收液洗涤吸收管进气管内壁 3 次，将吸收液转移入具塞刻度试管中，加少量吸收液洗涤采样管 3 次，洗涤液并入具塞刻度试管中，最后加吸收液至 5.0 mL，摇匀，样品溶液经针式过滤器过滤后测定。
- 7.1.2 若样品溶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。

### 7.2 离子色谱参考条件（可采用其他等效的色谱条件）

- 7.2.1 色谱柱：IonPac AS 19 分析柱 (4 mm $\times$ 250 mm) 和 IonPac AG 19 保护柱 (4 mm $\times$ 50 mm)。
- 7.2.2 柱温：30  $^\circ\text{C}$ 。
- 7.2.3 抑制器：AERS 500 型阴离子抑制器 (4 mm)。
- 7.2.4 抑制电流：100 mA，自动再生模式。
- 7.2.5 淋洗液：30 mmol/L 氢氧化钾溶液。
- 7.2.6 淋洗液流速：1.0 mL/min。
- 7.2.7 检测器：电导检测器。
- 7.2.8 检测器温度：30  $^\circ\text{C}$ 。
- 7.2.9 进样体积：50  $\mu\text{L}$ 。

### 7.3 标准曲线绘制

- 7.3.1 取 6 只具塞刻度试管，分别加入 0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 三氯氧磷标准应用液，加吸收液至 10.0 mL，配成 0.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.25  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准系列。
- 7.3.2 按照色谱参考条件，将离子色谱仪调节至最佳测定状态，分别测定标准系列，每个浓度重复测定 3 次，以峰高均值对相应的三氯氧磷浓度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) 绘制标准曲线。

### 7.4 样品测定

- 7.4.1 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。  
7.4.2 根据测得的峰高值，由标准曲线计算得三氯氧磷的浓度（g/mL）。

## 8 计算

- 8.1 按 GBZ 159 的方法和要求将空气采样体积换算成标准采样体积。  
8.2 按式（1）计算空气中三氯氧磷的浓度：

$$C = \frac{5C_1}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$C$ ——空气中三氯氧磷的浓度，单位为毫克每立方米（ $\text{mg}/\text{m}^3$ ）；

$5$ ——吸收液的体积，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）；

$C_1$ ——测得样品溶液中三氯氧磷的浓度（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（ $\text{L}$ ）。

- 8.3 空气中三氯氧磷的时间加权平均容许浓度（PC-TWA）按 GBZ 159 规定计算。

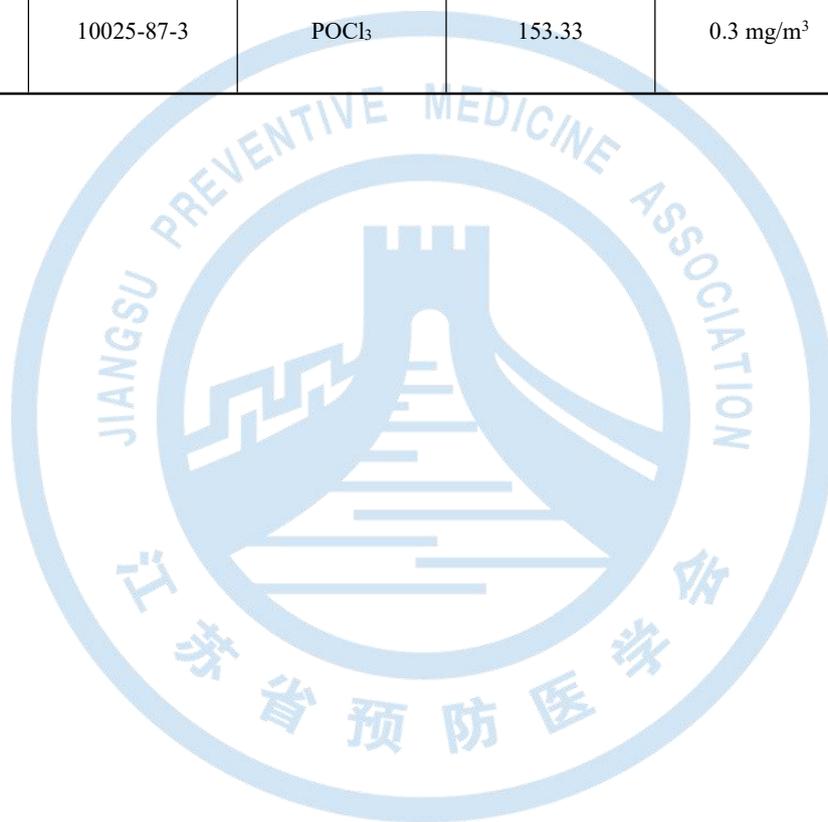


附录 A  
(资料性附录)  
三氯氧磷的基本信息

三氯氧磷的基本信息见表A.1。

表 A.1 三氯氧磷的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS 号)	分子式	相对分子质量	PC-TWA	PC-STEL
三氯氧磷 (Phosphorus oxychloride)	10025-87-3	$\text{POCl}_3$	153.33	0.3 mg/m <sup>3</sup>	0.6 mg/m <sup>3</sup>



附录 B  
(资料性附录)  
方法说明

B.1 本标准按照GBZ/T210.4的方法和要求进行研制。方法的性能指标见表B.1。

B.2 本法测定条件下，现场空气中可能共存的三氯化磷（采样后生成亚磷酸）、盐酸、硫酸、硝酸、氟化氢不干扰三氯氧磷（采样后生成磷酸）测定，各组份分离的离子色谱图见图B.1。

B.3 当工作场所中有磷酸或磷酸盐共存时，可干扰三氯氧磷的测定。

表 B.1 方法的性能指标

化学物质	检出限 ( $\mu\text{g/mL}$ )	定量限 ( $\mu\text{g/mL}$ )	最低检出 浓度 ( $\text{mg/m}^3$ )	最低定量 浓度 ( $\text{mg/m}^3$ )	测定范围 ( $\mu\text{g/mL}$ )	相对标准 偏差 (%)	加标回收 率 (%)	采样效率 (%)
三氯氧磷	0.04	0.12	0.03	0.08	0.12~2.00	0.3~6.0	97.0~100	100

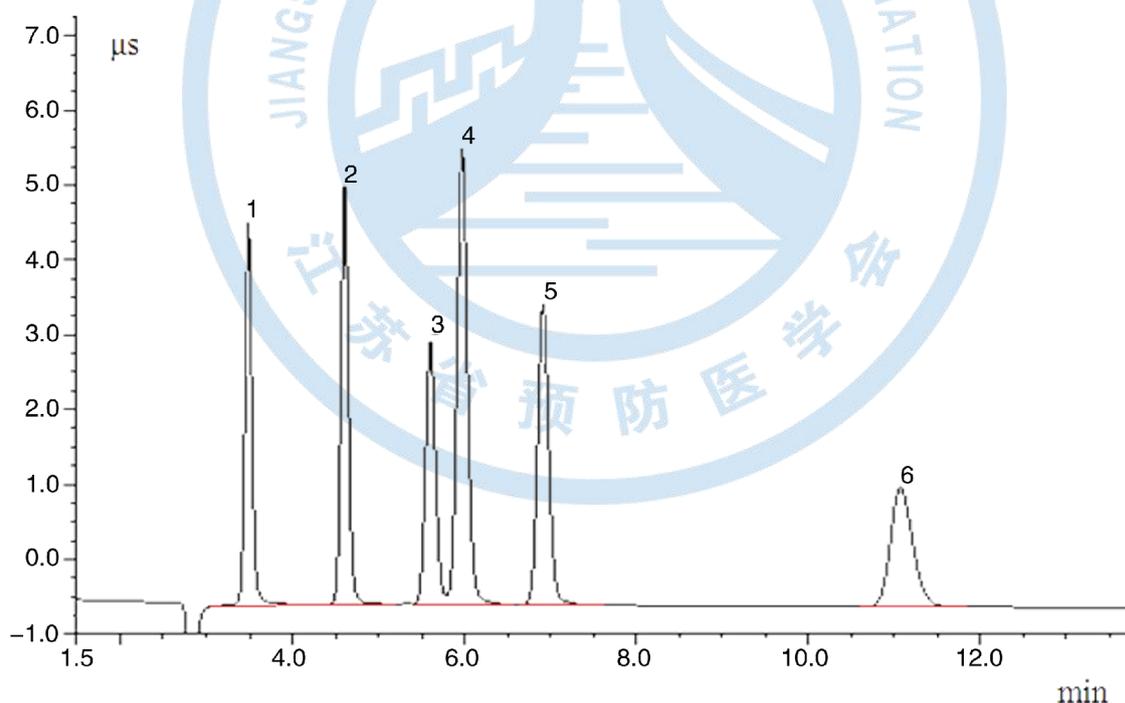


图 B.1 离子色谱分离图

注：1-氟离子；2-氯离子；3-亚磷酸根离子；4-硝酸根离子；5-硫酸根离子；6-磷酸根离子