

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.116—2018

工作场所空气有毒物质测定 第 116 部分：对甲苯磺酸

Determination of toxic substances in workplace air—

Part 116: *p*-Toluenesulfonic acid

2018-07-16 发布

2019-07-01 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布

前 言

本部分为GBZ/T 300《工作场所空气有毒物质测定》的第116部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分主要起草单位：四川省疾病预防控制中心、山东省职业卫生与职业病防治研究院、四川大学华西第四医院、成都市疾病预防控制中心。

本部分主要起草人：杜洪凤、游钒、胡彬、沈月华、王晓云、别明江、余辉菊、宋利群、王永伟、高舸。

工作场所空气有毒物质测定

第 116 部分：对甲苯磺酸

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了测定工作场所空气中对甲苯磺酸的溶剂洗脱-高效液相色谱法。本部分适用于工作场所空气中气溶胶态及蒸气态对甲苯磺酸浓度的检测。

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 对甲苯磺酸的基本信息

对甲苯磺酸的基本信息见表1。

表1 对甲苯磺酸的基本信息

| 化学物质 | 化学文摘号 (CAS号) | 分子式 | 相对分子质量 |
|---|-----------------|---|--------|
| 对甲苯磺酸 (<i>p</i> -Toluene sulfonic acid) | 104-15-4 | CH ₃ C ₆ H ₄ SO ₃ H | 172.2 |

4 对甲苯磺酸的溶剂洗脱-高效液相色谱法

4.1 原理

空气中的气溶胶态及蒸气态对甲苯磺酸用浸渍超细玻璃纤维滤纸采集，异丙醇溶液洗脱后，经C₁₈液相色谱柱分离，紫外光检测器检测，以保留时间定性，峰高或峰面积定量。

4.2 仪器

4.2.1 浸渍滤纸：将超细玻璃纤维滤纸在浸渍液（4.3.2）中浸渍 10min，取出沥干，于 60℃~80℃烘干，密闭保存。

4.2.2 大采样夹，滤料直径为 37mm 或 40mm。

4.2.3 小采样夹，滤料直径为 25mm。

- 4.2.4 空气采样器，流量范围为 0L/min~2L/min 和 0L/min~5L/min。
- 4.2.5 溶剂解吸瓶，10mL。
- 4.2.6 针头式过滤器，有机相，0.45 μ m。
- 4.2.7 高效液相色谱仪，具紫外光检测器或二极管阵列检测器，测定波长 222nm；仪器操作参考条件：
 - a) 色谱柱：250mm \times 4.6mm \times 5 μ m，C₁₈；
 - b) 柱温：30 $^{\circ}$ C；
 - c) 流动相：乙腈:四丁基硫酸氢铵溶液（4.3.6）=20:80（体积比）；
 - d) 流动相流量：1.0mL/min。

4.3 试剂

- 4.3.1 实验用水为超纯水，试剂除注明者外均为分析纯。
- 4.3.2 浸渍液：0.8g 氢氧化钠溶于水中，加入 1mL 丙三醇，加水至 100mL。
- 4.3.3 解吸液，2%（体积分数）异丙醇（优级纯）溶液。
- 4.3.4 氨水溶液，0.5mol/L。
- 4.3.5 乙腈，色谱纯。
- 4.3.6 四丁基硫酸氢铵溶液，0.005mol/L：1.70g 四丁基硫酸氢铵溶于约 900mL 水中，用氨水溶液调节 pH 至 4.5 左右（酸度计指示）后，稀释至 1000mL。
- 4.3.7 标准溶液：准确称取一定量的对甲苯磺酸，溶于解吸液，定量转入容量瓶中，并定容，此溶液为标准贮备液。用解吸液稀释成 1000.0 μ g/mL 对甲苯磺酸标准溶液，室温可保存 2 个月。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，用装有浸渍滤纸的大采样夹，以 2.0L/min 流量采集 15min 空气样品。
- 4.4.3 长时间采样：在采样点，用装有浸渍滤纸的小采样夹，以 1.0L/min 流量采集 2h~8h 空气样品。
- 4.4.4 采样后，打开采样夹，取出浸渍滤纸，接尘面朝里对折，放入溶剂解吸瓶中，置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存 7d。
- 4.4.5 样品空白：在采样点，打开装有浸渍滤纸的采样夹，立即取出浸渍滤纸，放入溶剂解吸瓶中，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。

4.5 分析步骤

- 4.5.1 样品处理：向装有浸渍滤纸的溶剂解吸瓶中加入 5.0mL 解吸液，超声洗脱 10min。样品溶液经针头过滤器过滤，供测定。
- 4.5.2 标准曲线的制备：取 4 支~7 支容量瓶，用解吸液稀释标准溶液成 0.0 μ g/mL~1000.0 μ g/mL 浓度范围的对甲苯磺酸标准系列；参照仪器操作条件，将高效液相色谱仪调节至最佳测定状态，进样 10.0 μ L，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对甲苯磺酸浓度（ μ g/mL）绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应 \geq 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及样品空白溶液，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对甲苯磺酸的浓度（ μ g/mL）。若样品溶液中对甲苯磺酸浓度超过测定范围，用解吸液稀释后测定，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)计算空气中对甲苯磺酸的浓度:

$$C = \frac{5c_0}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C ——空气中对甲苯磺酸浓度,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

5 ——样品溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_0 ——测得的样品溶液中对甲苯磺酸的浓度(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(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 $1.0\mu\text{g}/\text{mL}$,定量下限为 $3.3\mu\text{g}/\text{mL}$,定量测定范围为 $3.3\mu\text{g}/\text{mL}\sim 1000\mu\text{g}/\text{mL}$;以采集30L空气样品计,最低检出浓度为 $0.2\text{mg}/\text{m}^3$,最低定量浓度为 $0.6\text{mg}/\text{m}^3$;相对标准差为 $1.7\%\sim 4.0\%$,加标回收率为 $94.7\%\sim 99.4\%$,采样效率为 $92.9\%\sim 98.9\%$,平均洗脱效率 $>96\%$ 。

4.7.2 如果采样现场只存在气溶胶态对甲苯磺酸,可用超细玻璃纤维滤纸采集。

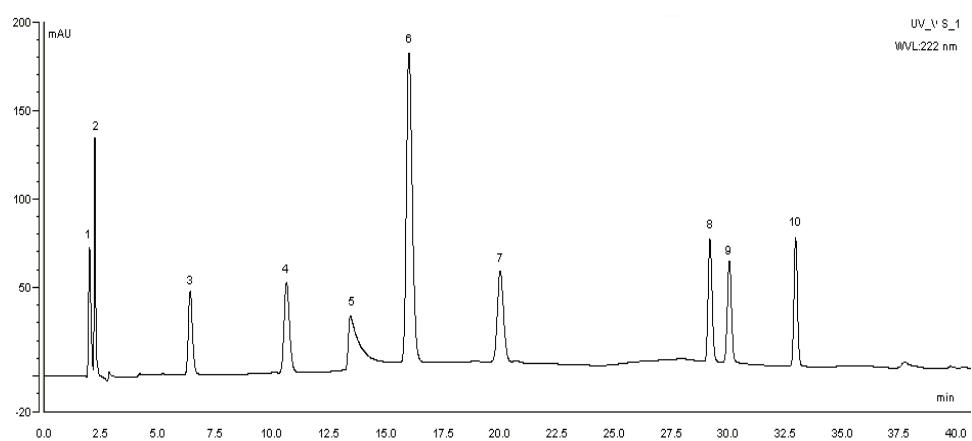
4.7.3 本法流动相中的四丁基硫酸氢铵为离子对试剂。流动相配比和流量应根据所用仪器和色谱柱适当调整,以达到合适的保留时间和良好的分离效果。

4.7.4 当现场共存物较多时可采用梯度洗脱的方法对样品进行分离。工作场所空气中常见苯磺酸类及苯磺酸酯类物质(如对氨基苯磺酸、间氨基苯磺酸、邻氨基苯磺酸、苯磺酸、对甲苯亚磺酸、间硝基苯磺酸、2,4-二硝基苯磺酸、对甲苯磺酸甲酯和对甲苯磺酸乙酯等),可通过梯度洗脱分离,不影响对甲苯磺酸的测定。参考梯度程序见表2。

表2 流动相梯度程序

| 时间 min | 四丁基硫酸氢铵溶液 % | 乙腈 % |
|-----------|----------------|---------|
| 0~4 | 79 | 21 |
| 4~22 | 70 | 30 |
| 22~27 | 10 | 90 |
| 30~40 | 79 | 21 |

4.7.5 本法的参考色谱分离图参见图1。



说明:

- 1——对氨基苯磺酸;
- 2——间氨基苯磺酸;
- 3——邻氨基苯磺酸;
- 4——苯磺酸;
- 5——对甲苯亚磺酸;
- 6——对甲苯磺酸;
- 7——间硝基苯磺酸;
- 8——2,4-二硝基苯磺酸;
- 9——对甲苯磺酸甲酯;
- 10——对甲苯磺酸乙酯。

图1 参考色谱分离图