“工作场所空气有毒物质测定-乙醇胺的离子色谱法”验证报告

委托单位：北京市疾病预防控制中心

验证单位：北京市通州区疾病预防控制中心

验证人员： 王建国、雷凯

验证依据： 1、《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》（GBZ/T 210.4-2008）

方法验证内容：

一、仪器和试剂：

1 硅胶采样管，溶剂解吸型。

2 一次性具塞离心管，15mL。

3 微量注射器，10μL。

4 容量瓶，100mL。

5 移液管，2mL，10mL。

6 移液枪，200μL，1000μL。

7 电子天平，万分之一。

8 超声仪，40℃。

9 离子色谱仪，电导检测器。

仪器操作参考条件：

色　谱　柱：Dionex IonPac CS16 阳离子分离柱和 Dionex IonPac CG16 阳离子保护柱

流　动　相：高纯水，18.2MΩ.cm

甲磺酸（MSA）浓度：10mM；25min

流动相流量：1.0 mL/min

10 试剂与标准：甲磺酸，99%；乙醇胺，色谱纯

11 解吸液：甲磺酸淋洗液（MSA）10mM

二、验证结果：

1. 方法的线性范围

配置溶液，乙醇胺标准溶液浓度为 100μg/mL，用解吸液稀释成标准系列，浓度见表 1。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，测定各标准系列，以测得的峰面积对相应的乙醇胺标准浓度(μg/mL)计算回归方程，结果见表 2。

表 1 方法的标准系列浓度范围（μg/mL）

	1	2	3	4	5	6	7
乙醇胺	0.5	1.0	2.5	5.0	10.0	20.0	30.0

表 2 方法的标准曲线

	浓度范围 μg/mL	回归方程	相关系数 r
乙醇胺	0.5～30.0	Y=0.0612x+0.0454	0.9990

2. 方法的检出限和最低检出浓度

测量基线的噪声，检出限为三倍噪声所对应的乙醇胺浓度；10倍噪声对应的乙醇胺浓度为定量下限（进样量25μL），以采集4.5L空气样品计结算最低检出浓度和定量浓度，结果见表3。

表3 方法的检出限、定量下限、最低检出浓度和定量浓度

	检出限 μg/mL	定量下限 μg/mL	最低检出浓度 mg/m^3	定量浓度 mg/m^3
乙醇胺	0.008	0.028	0.018	0.062

3. 方法的精密度

取空白硅胶管，分为 3 组，每组 6 支，分别加入含量范围在 2.0μg/mL 到 30μg/mL 之间，低、中、高三个浓度的乙醇胺标准，密封硅胶管，放置过夜，用解吸液解吸，40℃超声 10min 后分别进行测定。计算相对标准偏差，结果如下表 4 所示，本法的精密度范围为 0.96%~2.38%。

表 4 方法的批内精密度试验结果（n=6）

化合物	浓度水平（μg/mL）	测定值（μg/mL）						均数($\bar{x}$)	标准偏差（s）	RSD (%)
		1	2	3	4	5	6			
乙醇胺	2.00	2.12	2.08	2.07	2.01	1.99	2.03	2.05	0.049	2.38
	17.00	16.86	16.89	17.21	17.20	17.04	17.36	17.09	0.165	0.96
	29.00	28.38	28.67	28.41	28.48	29.58	29.58	28.85	0.576	2.00

4. 方法的准确度

本实验采用样品加标回收法来评价所建立方法的准确度。取空白硅胶管，分为 3 组，每组

6 支，分别加入低（2.30μg/mL）、中（13.30μg/mL）、高（24.10μg/mL）三个浓度的乙醇胺标准，分别进行测定，计算平均回收率，结果如下表 5 所示，本法的平均回收率范围乙醇胺为 96.2%~99.4%。

表 5　方法的准确度试验结果（n=6）

	低浓度（μg/mL）	回收率（%）	中浓度（μg/mL）	回收率（%）	高浓度（μg/mL）	回收率（%）
1	2.39	101.9	12.96	96.7	24.02	95.8
2	2.40	102.0	13.29	99.1	23.86	95.2
3	2.20	93.6	13.49	100.6	24.14	96.3
4	2.16	92.1	13.63	101.6	24.17	96.4
5	2.33	99.1	13.24	98.7	24.30	96.9
6	2.37	100.8	13.34	99.4	24.22	96.6
平均回收率（%）		98.3		99.4		96.2

5. 方法的解吸效率

取空白硅胶管，分为 3 组，每组 6 支，分别加入低（2.0μg/mL）、中（17.0μg/mL）、高（29.0μg/mL）三个浓度的乙醇胺标准，密封硅胶管，放置过夜，用解吸液解吸，40℃超声 10min 后分别进行测定。计算平均解吸效率，结果如下表 6 所示，本法的平均解吸效率为 100.1%~102.5%。

表 6　方法的解吸效率试验结果（n=6）

	低浓度（μg/mL）	解吸效率（%）	中浓度（μg/mL）	解吸效率（%）	高浓度（μg/mL）	解吸效率（%）
1	2.12	106.1	16.86	99.3	28.38	97.9
2	2.08	104.2	16.89	99.3	28.67	98.9
3	2.07	103.3	17.21	101.2	28.41	97.9
4	2.01	100.3	17.20	101.2	28.48	98.2
5	1.99	99.7	17.04	100.2	29.58	102.0
6	2.03	101.7	17.36	102.1	29.58	102.0
平均回收率（%）		102.5		100.5		100.1

三、 验证结论：

通过对方法的各项性能指标进行验证，结果表明，各项试验指标与原标准方法报批稿相符，并能满足 GBZ/T210.4-2008 工作场所空气中化学物质测定方法制定指南中的要求。