

前 言

本标准是根据现场劳动卫生学调查、职业流行病学观察和动物实验,并参照国外有关接触限值制定的;作为作业场所环境监测及卫生监督使用的卫生标准。

本标准从2002年5月1日起实施。

本标准的附录A是标准的附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准起草单位:山东省劳动卫生职业病防治研究所。

本标准主要起草人:乔赐彬、张树来、康爱丽、刘毅、傅爱玲。

本标准委托中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。

中华人民共和国国家标准

车间空气中三氯氧磷职业接触限值

GB 18536—2001

Occupational exposure limit for phosphorus
oxychloride in the air of workplace

1 范围

本标准规定了车间空气中三氯氧磷的最高容许浓度及其监测检验方法。
本标准适用于生产和使用三氯氧磷的各类工业企业。

2 卫生要求

车间空气中三氯氧磷的最高容许浓度为 0.3 mg/m^3 。

3 监测检验方法

本标准的监测检验方法采用钼酸铵分光光度法,见附录 A。

附 录 A
(标准的附录)
钼酸铵分光光度法

A1 原理

空气中三氯氧磷用水吸收后,生成磷酸和盐酸。磷酸与钼酸铵及氯化亚锡作用生成磷钼兰,比色定量。

A2 仪器

- A2.1 多孔玻板吸收管。
A2.2 空气采样器:流量 0~1 L/min。
A2.3 具塞比色管:10 mL。
A2.4 分光光度计,10 mm 比色杯。
A2.5 恒温水浴箱。

A3 试剂

- A3.1 吸收液:实验用水为蒸馏水。
A3.2 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=8\text{ mol/L}$
A3.3 钼酸铵溶液:50 g/L。
A3.4 氯化亚锡甘油溶液,溶解 2.5 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 100 mL 甘油中,于棕色瓶中室温保存,可使用一个月。
A3.5 标准溶液:称取 0.443 8 g 干燥过的磷酸二氢钾(KH_2PO_4),溶于适量水中,移入 500 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 三氯氧磷。使用前用水稀释成 1 mL 含 10 μg 三氯氧磷的标准溶液。

A4 采样

用一支装有 5.0 mL 吸收液的多孔玻板吸收管,以 0.5 L/min 的流量抽取 10 L 空气。

A5 分析步骤

- A5.1 对照实验:同采样,将装有吸收液的吸收管带至现场,除不抽取空气外,其余操作同样品,做为样品的空白对照。
A5.2 样品处理:用吸收管中的吸收液洗涤进气管的内壁 3 次,将吸收管中的样品溶液倒入具塞比色管中,用少量的水洗涤吸收管 2 次,洗液并入具塞比色管中,用水稀释至 10 mL 刻度。
A5.3 标准曲线的绘制:取 6 只具塞比色管,按表 A1 配制标准系列。

表 A1 三氯氧磷标准系列的配制

管 号	0	1	2	3	4	5
标准溶液/mL	0	0.20	0.50	1.00	1.50	2.00
吸收液/mL	5.0	4.8	4.5	4.0	3.5	3.0
三氯氧磷含量/ μg	0	2	5	10	15	20

向标准管中各加 0.5 mL 硫酸溶液,摇匀,各加入 0.2 mL 钼酸铵溶液,摇匀,再各加 1 滴氯化亚锡甘油溶液,摇匀,置于 50℃ 恒温水浴中,5 min 后取出。用 10 mm 比色杯,在波长 700 nm 下,以 0 管作参比测定吸光度,以三氯氧磷含量(μg)对吸光度作图,绘制标准曲线。

A5.4 样品测定:取 5.0 mL 样品溶液,同标准管操作,测定吸光度,减去空白对照值后,由标准曲线上查出三氯氧磷的含量(μg)。

A6 计算

A6.1 按式(A1)将采集空气的体积换算成标准状况下的体积。

$$V_0 = V_t \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{p}{101.3} \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: V_0 ——换算成标准状况(气温 0℃,大气压为 101.3 kPa)下采集空气样品的体积,L;

t ——采样点的气温,℃;

p ——采样点的大气压,kPa;

V_t ——在 t 和 p 时的采样体积,L。

A6.2 按式(A2)计算空气中三氯氧磷的浓度。

$$c = 2m/V_0 \quad \dots\dots\dots (A2)$$

式中: c ——空气中三氯氧磷的浓度, mg/m^3 ;

m ——样品中含三氯氧磷的量, μg ;

V_0 ——换算成标准状况下的采样体积,L。

A7 说明

A7.1 本法检出限为 0.77 $\mu\text{g}/5 \text{ mL}$ 。最低检出浓度为 0.14 mg/m^3 (采 10 L 空气)。标准曲线范围:2~20 $\mu\text{g}/5 \text{ mL}$,回归方程为 $y=0.028x+0.001$,相关系数为 0.999 6,变异系数为 $0.67 \pm 2.7\%$ 。

A7.2 采样效率分别用串联的多孔玻板吸收管和大型气泡式吸收管,以 0.5 L/min 流量抽气 10~20 min,两种吸收管的采样效率均为 100%。

A7.3 温度对显色有影响,温度高显色快而深,温度低显色慢而浅,50℃ 下 5 min 即可。

A7.4 由于三氯氧磷水解后,反应液呈酸性,本法加 0.5 mL 8 mol/L ($1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4$) 硫酸为最适酸度。

A7.5 车间空气中若含有 PCl_5 、 P_2O_5 、 H_3PO_4 和其他磷酸盐时,可干扰本法的检测。