

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.149—2017
部分代替 GBZ/T 160.76—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 149 部分：杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和 甲基对硫磷

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 149: Sumithion, fenthion, phosmet and methyl parathion

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 149 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 的规则起草。

本部分由 GBZ/T 160.76—2004《工作场所空气有毒物质测定 有机磷农药》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；
- 补充了毛细管色谱柱；
- 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：

——甲基对硫磷的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：湖北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、天津市疾病预防控制中心、浙江省医学科学院。

主要起草人：梁禄、张国祥、郑卜侨、程然、王晓云、张万超、刘丹华、王晗。

——杀螟松的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：江苏省南京市疾病预防控制中心、浙江省医学科学院。

主要起草人：陈雷、吴礼康、王晗、柴剑荣。

——倍硫磷的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：辽宁省沈阳市疾病预防控制中心、天津市疾病预防控制中心、浙江省医学科学院。

主要起草人：林树莲、徐志洪、张万超、王晗、柴剑荣。

——亚胺硫磷的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：湖北省疾病预防控制中心、浙江省医学科学院。

主要起草人：梁禄、张国祥、王晗、柴剑荣。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16117—1995；
- GB 16205—1996附录A；
- WS/T 133—1999；
- GBZ/T 160.76—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第 149 部分：杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和甲基对硫磷

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和甲基对硫磷的溶剂解吸-气相色谱法。

本部分适用于工作场所空气中蒸气态杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和甲基对硫磷浓度的检测。

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 杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和甲基对硫磷的基本信息

杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和甲基对硫磷的基本信息见表1。

表1 杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和甲基对硫磷的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
杀螟松 {O,O-二甲基-O-(3-甲基-4-硝基苯基)硫代磷酸酯, Sumithion}	122-14-5	C ₇ H ₁₂ NO ₄ PS	277.24
倍硫磷 {O,O-二甲基-O-(3-甲基-4-甲硫基苯基)硫代磷酸酯, Fenthion}	55-38-9	C ₁₀ H ₁₅ O ₃ PS ₂	278.32
亚胺硫磷 {O, O-二甲基-S-(酞酰亚胺甲基)二硫代磷酸酯, Phosmet}	732-11-6	C ₁₁ H ₁₂ NO ₄ PS ₂	317.33
甲基对硫磷 (O,O-二甲基-O-(4-硝基苯基)硫代磷酸酯, Methyl parathion)	298-00-0	C ₈ H ₁₀ NO ₃ PS	263.21

4 杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和甲基对硫磷的溶剂解吸-气相色谱法

4.1 原理

空气中的蒸气态杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和甲基对硫磷用硅胶采集，丙酮解吸后进样，经气相色谱柱分离，火焰光度检测器检测，以保留时间定性，峰高或峰面积定量。

4.2 仪器

- 4.2.1 硅胶管，溶剂解吸型，内装 600mg/200mg 硅胶。
- 4.2.2 空气采样器，流量范围为 0mL/min~500mL/min。
- 4.2.3 溶剂解吸瓶，5mL。
- 4.2.4 微量注射器。
- 4.2.5 气相色谱仪，具火焰光度检测器，磷滤光片，测定波长 526nm；仪器操作参考条件：
- 色谱柱：30m×0.32mm×0.25 μ m，14%氰丙基-86%二甲基聚硅氧烷（RTX-1701）；
 - 柱温：210℃；或程序升温：初温 100℃，以 30℃/min 升温至 210℃，再以 5℃/min 升温至 220℃，保持 2min，再以 30℃/min 升温至 260℃，保持 4min；
 - 气化室温度：250℃；
 - 检测室温度：250℃；
 - 载气(氮)流量：1.0mL/min；不分流。

4.3 试剂

- 4.3.1 丙酮，色谱鉴定无干扰峰。
- 4.3.2 标准溶液：分别准确称取一定量的杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和/或甲基对硫磷，溶于丙酮，定量转移入容量瓶中，并稀释至刻度，此溶液为标准贮备液。临用前，用丙酮稀释成杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和/或甲基对硫磷标准溶液。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，用硅胶管以 500mL/min 流量采集 15min 空气样品。
- 4.4.3 长时间采样：在采样点，用硅胶管以 50mL/min 流量采集 1h~4h 空气样品。
- 4.4.4 采样后，立即封闭硅胶管两端，置清洁的容器内运输和保存。样品在冰箱内可保存 7d。
- 4.4.5 样品空白：在采样点，打开硅胶管两端，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：将前后段硅胶分别放入两支溶剂解吸瓶中，各加入 2.0mL 丙酮，封闭后，解吸 30min，不时振摇。样品溶液供测定。
- 4.5.2 标准曲线的制备：取 4 支~7 支容量瓶，用丙酮稀释标准溶液成表 2 所列测定范围。

表 2 标准系列的测定范围

测定范围	化学物质			
	杀螟松	亚胺硫磷	倍硫磷	甲基对硫磷
浓度范围/ (μ g/mL)	0.0~10.0	0.0~10.0	0.0~25.0	0.0~0.20

参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，进样 1.0 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应的杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和甲基对硫磷浓度(μ g/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杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和甲基对硫磷的浓度(μ g/mL)。若样品溶液中待测物的浓度超过测定范围，用丙酮稀释后测定，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)计算空气中杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和/或甲基对硫磷的浓度：

$$C = \frac{2(c_1 + c_2)}{V_0 D} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C ——空气中杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和/或甲基对硫磷的浓度，单位为毫克每立方米(mg/m^3)；

2 ——样品溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

c_1 、 c_2 ——测得的前后段样品溶液中杀螟松、倍硫磷、亚胺硫磷和/或甲基对硫磷的浓度(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 (L)；

D ——解吸效率，%。

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、定量下限、定量测定范围、最低检出浓度、最低定量浓度(以采集 7.5L 空气样品计)、相对标准偏差、解吸效率和穿透容量(600mg 硅胶)等方法性能指标见表 3。应测定每批硅胶管的解吸效率。

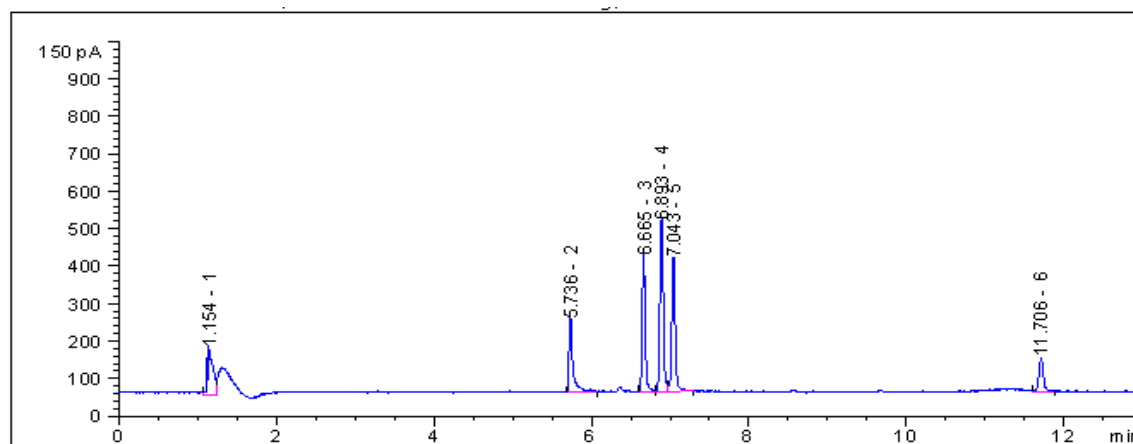
表 3 方法的性能指标

性能指标	化学物质			
	杀螟松	倍硫磷	亚胺硫磷	甲基对硫磷
检出限/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	0.01	0.01	0.03	0.02
定量下限/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	0.03	0.03	0.1	0.06
定量测定范围/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	0.03~10.0	0.03~25.0	0.1~10.0	0.06~0.2
最低检出浓度/ (mg/m^3)	0.003	0.003	0.009	0.006
最低定量浓度/ (mg/m^3)	0.009	0.009	0.03	0.018
相对标准偏差/%	1.1~6.9	1.7~3.3	2.8~3.7	2.2~2.7
解吸效率/%	96.5	98	76.7~88	93~100

穿透容量/mg	—	>0.113	—	—
采样效率/%	100	96~100	95.9~100	92.1~100

4.7.2 本法也可采用等效的其他气相色谱柱测定。根据测定需要可以选用恒温测定或程序升温测定。

4.7.3 本法的色谱分离图见图 1。



说明:

- 1——丙酮;
- 2——久效磷;
- 3——甲基对硫磷;
- 4——倍硫磷;
- 5——杀螟松;
- 6——亚胺硫磷。

图 1 色谱分离图