

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.151—2017
部分代替 GBZ/T 160.76—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 151 部分：久效磷、氧乐果和异稻瘟净

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 151: Monocrotophos, omethoate and iprobenfos

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151部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

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；

——久效磷的溶剂解吸-气相色谱法改用了毛细管色谱柱；

——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：

——久效磷的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：北京大学医学部公共卫生学院、山东省职业卫生与职业病防治研究院、浙江省医学科学院、天津市疾病预防控制中心。

主要起草人：阮永道、郑卜侨、程然、王晓云、刘丹华、王晗、张万超。

——氧乐果的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：北京市疾病预防控制中心。

主要起草人：季永平、崔强。

——异稻瘟净的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：复旦大学公共卫生学院。

主要起草人：张如午。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 16211—1996附录A；

——GB 16188—1996附录A；

——GB 16189—1996附录A；

——GBZ/T 160.76—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第 151 部分：久效磷、氧乐果和异稻瘟净

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中久效磷、氧乐果和异稻瘟净的溶剂解吸-气相色谱法。本部分适用于工作场所空气中蒸气态久效磷、氧乐果和异稻瘟净浓度的检测。

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 久效磷、氧乐果和异稻瘟净的基本信息

久效磷、氧乐果和异稻瘟净的基本信息见表1。

表1 久效磷、氧乐果和异稻瘟净的基本信息

| 化学物质 | 化学文摘号 (CAS号) | 分子式 | 相对分子质量 |
|---|-----------------|---|--------|
| 久效磷 (0,0-二甲基-2-甲基氨基甲酰基-1- 甲基乙烯基磷酸酯, Monocrotophos) | 6923-22-4 | C ₇ H ₁₄ NO ₅ P | 223.16 |
| 氧乐果 (0,0-二甲基-S-甲基氨基甲酰基甲 基硫赶磷酸酯 Omethoate) | 1113-02-6 | C ₅ H ₁₂ NO ₄ PS | 213.19 |
| 异稻瘟净 (S-苄基-O,O-二异丙基硫代磷酸酯 Iprobenfos) | 26087-47-8 | C ₁₃ H ₂₁ O ₃ PS | 288.34 |

4 久效磷、氧乐果和异稻瘟净的溶剂解吸-气相色谱法

4.1 原理

空气中的蒸气态久效磷、氧乐果和异稻瘟净用硅胶采集，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。
- 4.2.5.1 久效磷的仪器操作参考条件：
- a) 色谱柱：30m×0.25mm×0.25 μ m，14%氰丙基-86%二甲基聚硅氧烷（RTX-1701）；
 - b) 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；
 - c) 气化室温度：250℃；
 - d) 检测室温度：250℃；
 - e) 载气(氮)流量：1.0mL/min；
 - f) 不分流。
- 4.2.5.2 氧乐果的仪器操作参考条件：
- a) 色谱柱：2m×3mm，己二酸乙二醇聚酯:Chromosorb WAW DMCS=5:100；
 - b) 柱温：140℃；
 - c) 气化室温度：170℃；
 - d) 检测室温度：170℃；
 - e) 载气(氮)流量：70mL/min。
- 4.2.5.3 异稻瘟净的仪器操作参考条件：
- a) 色谱柱：2m×3mm，OV-17:Chromosorb WAW DMCS=2:100；
 - b) 柱温：200℃；
 - c) 气化室温度：250℃；
 - d) 检测室温度：250℃；
 - e) 载气(氮)流量：50mL/min。
- 4.3 试剂
- 4.3.1 丙酮，色谱鉴定无干扰峰。
- 4.3.2 己二酸乙二醇聚酯和 OV-17，色谱固定液。
- 4.3.3 Chromosorb WAW DMCS，色谱担体，60 目~80 目。
- 4.3.4 标准溶液：分别准确称取一定量的久效磷、氧乐果和/或异稻瘟净，溶于丙酮，定量转移入容量瓶中，并定容至刻度，此溶液为标准贮备液。临用前，用丙酮稀释成久效磷、氧乐果和/或异稻瘟净标准溶液。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：将前后段硅胶分别倒入两支溶剂解吸瓶中，各加入 2.0mL 丙酮，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 | | |
|---------------|----------|----------|----------|
| | 久效磷 | 异稻瘟净 | 氧乐果 |
| 浓度范围/ (μg/mL) | 0.0~10.0 | 0.0~10.0 | 0.0~25.0 |

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 1.0μL，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久效磷、氧乐果和/或异稻瘟净浓度(μg/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久效磷、氧乐果和/或异稻瘟净的浓度(μg/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)计算空气中久效磷、氧乐果和/或异稻瘟净的浓度：

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

式中：

C ——空气中久效磷、氧乐果和/或异稻瘟净的浓度，单位为毫克每立方米 (mg/m³)；

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久效磷、氧乐果和/或异稻瘟净的浓度(减去样品空白)，单位为微克每毫升 (μg/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、穿透容量(600mg 硅胶)和解吸效率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

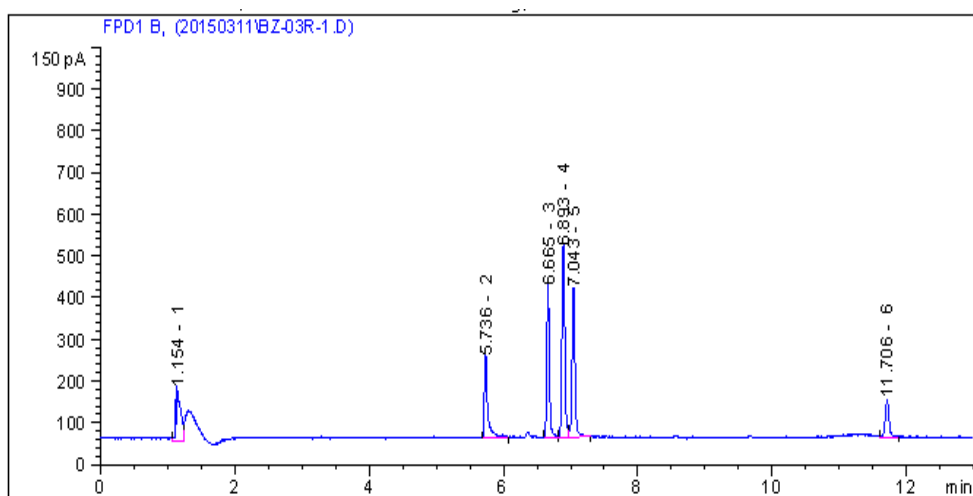
| 性能指标 | 化学物质 | | |
|-----------------|---------|--------|---------|
| | 久效磷 | 氧乐果 | 异稻瘟净 |
| 检出限/ (μg/mL) | 0.05 | 0.25 | 0.1 |
| 定量下限/ (μg/mL) | 0.17 | 0.8 | 0.33 |
| 定量测定范围/ (μg/mL) | 0.17~10 | 0.8~25 | 0.33~10 |

表 3 (续) 方法的性能指标

| 性能指标 | 化学物质 | | |
|-------------------------------|---------|---------|---------|
| | 久效磷 | 氧乐果 | 异稻瘟净 |
| 最低检出浓度/ (mg/m ³) | 0.013 | 0.07 | 0.027 |
| 最低定量浓度为/ (mg/m ³) | 0.04 | 0.21 | 0.08 |
| 相对标准偏差为/% | 2.4~5.2 | 3.1~3.9 | 2.9~5.6 |
| 穿透容量/mg | 6.23 | >2 | — |
| 解吸效率/% | 97~98 | 94 | 95.2 |

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。由图可见, RTX-1701 毛细管色谱柱可良好分离有机磷农药。



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