



中华人民共和国国家标准

GB/T 16122—1995

车间空气中甲拌磷的 溶剂解吸气相色谱测定方法

Workplace air—Determination of phorate
—Solvent desorption gas chromatographic method

1996-01-23 发布

1996-07-01 实施

国家技术监督局
中华人民共和国卫生部

发布

前 言

本标准是为劳动卫生标准配套的监测方法,用于监测车间空气中甲拌磷的浓度。本标准是参考了国外的监测方法,结合我国情况经过实验室研究和现场验证后提出的。

本标准从 1996 年 7 月 1 日起实施。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准起草单位:天津市劳动卫生研究所。

本标准主要起草人:刘黛莉。

本标准由卫生部委托技术归口单位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

车间空气中甲拌磷的 溶剂解吸气相色谱测定方法

GB/T 16122—1995

Workplace air—Determination of phorate
—Solvent desorption gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了溶剂解吸气相色谱法测定车间空气中甲拌磷浓度的方法。

本标准适用于生产和使用甲拌磷的车间空气中甲拌磷浓度的测定。

2 原理

用聚氨酯泡沫塑料采集空气中甲拌磷,用甲醇浸泡解吸进样,经 SE-30, QF-1 混合柱分离,用火焰光度检测器检测,以保留时间定性,以峰高定量。

3 仪器

3.1 采样管:用长 60 mm,内径 10 mm 的玻璃管,其中装两截聚氨酯泡沫塑料柱,中间间隔约 3 mm(泡沫塑料柱为高 20 mm,直径 12 mm 的圆柱,用洗净剂洗净,经甲醇浸泡过夜,蒸馏水冲洗,滤纸吸干后,于 60~80℃ 烘干)。

3.2 采样泵:0~1.5 L/min。

3.3 微量注射器:1 μ L, 10 μ L。

3.4 玻璃解吸瓶:4 mL。

3.5 气相色谱仪,火焰光度检测器。

色谱柱:柱长 1.6 m,内径 3.2 mm 玻璃柱,SE-30 : QF-1 : Chromosorb WAW DMCS=3 : 2 : 100;
柱温:220℃;

汽化室温度:240℃;

载气(氮气):60 mL/min。

4 试剂

4.1 甲醇。

4.2 甲拌磷(3911)。

4.3 SE-30,色谱固定液。

4.4 QF-1,色谱固定液。

4.5 Chromosorb WAW DMCS 担体:80~100 目。

5 采样

在采样地点打开采样管,以 1 L/min 的速度,抽取 10 L 空气,采样毕,用塑料帽封闭采样管,待分

国家技术监督局 1995-12-15 批准

1996-07-01 实施

析。

6 分析步骤

6.1 对照试验

将采样管带到采样点,除不采集空气外,其余操作同样品,作为样品的空白对照。

6.2 样品处理

采样后的两段泡沫塑料柱,分别放入两支玻璃解吸瓶中,加 2 mL 甲醇,用玻璃棒将泡沫塑料柱全部按入甲醇中浸泡 30 min。

6.3 标准曲线的绘制

于 10 mL 量瓶中加入少量甲醇,加 1 μ L 甲拌磷,加甲醇至刻度,配成 113 μ g/mL 的甲拌磷贮备液,保存于冰箱中,临用时取贮备液用甲醇稀释成 1 mL 含 1 μ g 甲拌磷的标准溶液。然后分别取 0.2、0.4、0.6、0.8 mL 标准溶液,加甲醇至 1 mL,混匀后,用微量注射器各取 5 μ L 进样,每个浓度重复 3 次,取峰高的平均值,以甲拌磷的含量对峰高作图,绘制标准曲线。保留时间为定性指标。

6.4 测定

用玻璃棒挤压已浸泡 30 min 的泡沫塑料样品,取 5 μ L 进样,以保留时间定性,以峰高定量。色谱图见图 1。

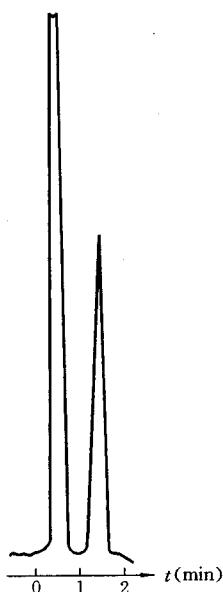


图 1 甲拌磷的色谱图

7 计算

7.1 按式(1)将样品体积换算成标准状况下体积:

$$V_0 = V \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{p}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_0 ——标准状况下的样品体积, L;

V ——样品体积, L;

t ——温度, $^{\circ}\text{C}$;

p ——大气压力, kPa。

7.2 按式(2)计算甲拌磷的浓度:

$$c = \frac{m_1 + m_2}{V_0} \times 400 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：c——空气中甲拌磷的浓度，mg/m³；

m_1 ——由标准曲线查得的前段泡沫塑料中甲拌磷含量，μg；

m_2 ——由标准曲线查得的后段泡沫塑料中甲拌磷含量，μg；

V_0 ——标准状况下的采样体积，L。

8 说明

8.1 本法检出限为 5×10^{-5} μg(进 5 μL 液体样品)，当甲拌磷含量为 1、2、4 ng/5 μL 时，其变异系数分别为 4.7%、3.5% 和 3.5%。

8.2 采样后，用塑料帽封闭采样管，或取出泡沫塑料保存在玻璃解吸瓶中，室温保存七天其回收率仍在 95% 以上，第十天回收率为 87.6%。

8.3 泡沫塑料吸附甲拌磷后用甲醇解吸，三种不同浓度水平(国家允许浓度的 0.5、1、5 倍)甲拌磷解吸效率均值为 $96.1\% \pm 4.3\%$ ($n=18$)。采样效率均值为 $99.0\% \pm 2.2\%$ ($n=8$)。

8.4 对硫磷、乐果、敌敌畏及甲拌磷的中间体不干扰测定。

8.5 本法对聚氨酯泡沫塑料的产地无特殊要求，但用前必须按操作步骤用甲醇作好前处理。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车间空气中甲拌磷的
溶剂解吸气相色谱测定方法
GB/T 16122—1995

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

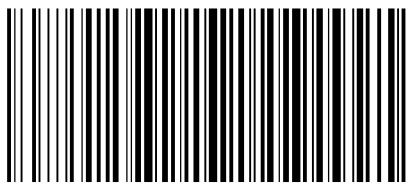
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 7 千字
1997年3月第一版 1997年3月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-13500 定价 8.00 元

*

标 目 304—43



GB/T 16122—1995