

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.150—2017
部分代替 GBZ/T 160.76—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 150 部分：敌敌畏、甲拌磷和对硫磷

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 150: DDVP, thimet and 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150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；

——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：

——敌敌畏、甲拌磷和对硫磷的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：天津市疾病预防控制中心、山东省职业卫生与职业病防治研究院。

主要起草人：刘黛莉、李志华、郑卜侨、程然、王晓云。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 16120—1995；

——GB/T 16121—1995；

——GB/T 16122—1995；

——GBZ/T 160.76—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第 150 部分：敌敌畏、甲拌磷和对硫磷

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中敌敌畏、甲拌磷和对硫磷的溶剂解吸-气相色谱法。本部分适用于工作场所空气中蒸气态和气溶胶态敌敌畏、甲拌磷和对硫磷浓度的检测。

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 敌敌畏、甲拌磷和对硫磷的基本信息

敌敌畏、甲拌磷和对硫磷的基本信息见表1。

表1 敌敌畏、甲拌磷和对硫磷的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS 号)	分子式	相对分子质量
敌敌畏 (O,O-二甲基-O-2,2-二氯乙 烯基磷酸酯, DDVP)	62-73-7	C ₄ H ₇ Cl ₂ O ₄ P	220.98
甲拌磷 (O,O-二乙基-S-乙硫基甲基 二硫代磷酸酯, Thimet)	298-02-2	C ₇ H ₁₇ O ₂ PS ₃	260.38
对硫磷 (O,O-二乙基-O-4-硝基苯基 硫代磷酸酯, Parathion)	56-38-2	C ₁₀ H ₁₄ NO ₅ PS	291.26

4 敌敌畏、甲拌磷和对硫磷的溶剂解吸-气相色谱法

4.1 原理

空气中的蒸气态和气溶胶态敌敌畏、甲拌磷和对硫磷用聚氨酯泡沫塑料采集，无水甲醇解吸后进样，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 采样管：在长 60mm，内径 10mm 的玻璃管内，装两段聚氨酯泡沫塑料圆柱，其间间隔 2mm。聚氨酯泡沫塑料圆柱高 20mm，直径 12mm。使用前，先用洗净剂洗净，用甲醇浸泡过夜，再用蒸馏水洗净，用滤纸吸干后，于 60℃~80℃烘干，装入玻璃管内，封闭两端，置清洁的容器内保存和运输。

4.2.2 空气采样器，流量范围为 0L/min~2L/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：

- a) 色谱柱：30m×0.32mm×0.25μm，14%氰丙基苯基-86%二甲基聚硅氧烷；
- b) 柱温：初温 150℃，保持 2min，以 15℃/min 升到 260℃，保持 1min；
- c) 气化室温度：220℃；
- d) 检测室温度：245℃；
- e) 载气(氮)流量：1.0mL/min；
- f) 进样方式：不分流。

4.3 试剂

4.3.1 无水甲醇，色谱鉴定无干扰峰。

4.3.2 标准溶液：容量瓶中加入无水甲醇，准确称量后，分别加入一定量的敌敌畏、甲拌磷和/或对硫磷，再准确称量，用无水甲醇稀释至刻度，由称量之差计算溶液的浓度，为标准贮备液。临用前，用无水甲醇稀释成敌敌畏、甲拌磷和/或对硫磷标准溶液。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，用采样管以 1.0L/min 流量采集 15min 空气样品。

4.4.3 长时间采样：在采样点，用采样管以 200mL/min 流量采集 1h~4h 空气样品。

4.4.4 采样后，立即封闭采样管两端，置清洁的容器内运输和保存。样品在 4℃冰箱内可保存 7d。

4.4.5 样品空白：在采样点，打开采样管两端，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：将前后段聚氨酯泡沫塑料分别放入两支溶剂解吸瓶中，各加入 2.0mL 无水甲醇，用玻璃棒将聚氨酯泡沫塑料按入无水甲醇中，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，用无水甲醇稀释标准溶液成表 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		
	敌敌畏	甲拌磷	对硫磷
浓度范围/(μg/mL)	0.0~40.0	0.0~4.0	0.0~4.0

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敌敌畏、甲拌磷和/或对硫磷浓度(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敌敌畏、甲拌磷和/或对硫磷的浓度(μg/mL)。若样品溶液中待测物浓度超过测定范围，用无水甲醇稀释后测定，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）计算空气中敌敌畏、甲拌磷和/或对硫磷的浓度：

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

式中：

C ——空气中敌敌畏、甲拌磷和/或对硫磷的浓度，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敌敌畏、甲拌磷和/或对硫磷的浓度（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 15L 空气样品计）、相对标准偏差、平均解吸效率和加标回收率等方法性能指标见表 3。

表 3 方法的性能指标

性能指标	化学物质		
	敌敌畏	甲拌磷	对硫磷
检出限/（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）	0.029	0.0054	0.01
定量下限/（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）	0.1	0.018	0.033
定量测定范围/（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）	0.1~40	0.018~4	0.033~4
最低检出浓度/（ mg/m^3 ）	0.004	0.0007	0.0013
最低定量浓度/（ mg/m^3 ）	0.013	0.0024	0.0044
相对标准偏差/%	0.9~1.3	3.9~4.5	3.6~4.8
平均解吸效率/%	97.2	96.1	100.2
加标回收率/%	86~100	94~101	94~98

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。