

中华人民共和国国家标准

GB 16188—1996

车间空气中氧化乐果卫生标准

Health standard for omethoate in the air of workplace

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氧化乐果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氧化乐果的各类企业。

2 卫生要求

车间空气中氧化乐果最高容许浓度为 0.3 mg/m^3 (皮)。

3 监测检验方法

本标准的监测检验方法采用气相色谱法,见附录 A。

4 监督执行

各级卫生防疫机构负责监督本标准的执行。

附录 A
气相色谱法
(补充件)

A1 原理

用硅胶管采集空气中氧化乐果,丙酮解吸后,经己二酸乙二醇聚酯柱分离后,用火焰光度检测器检测,以保留时间定性,峰高定量。

A2 仪器

A2.1 硅胶管:用长 250 mm,内径 3.5~40 mm,外径约 6 mm 的硅烷化玻璃管,将 20~40 目硅胶分两段填入管内,前段 300 mg,后段 50 mg,中间以 1 mm 硅烷化玻璃棉隔开,两端用 2 mm 硅烷化玻璃棉固定,装管后在 200℃用氮气吹 2~3 min。短时间应用两端盖上硅橡皮片,再套塑料帽保存,长时间内应用时两端用火熔封保存。

A2.2 采样泵,0~1 L/min。

A2.3 注射器,10 μ L,1 μ L。

A2.4 带塞离心管,10 mL。

A2.5 气相色谱仪,带火焰光度检测器,526 nm 磷滤光板。

色谱柱:柱长 2 m,内径 3 mm 玻璃柱。

固定相:EGA:ChromosorbW-AW,DMCS=5:100。

柱温:140℃。

汽化室温度:170℃。

检测室温度:170℃。

载气(氮气):70 mL/min。

A3 试剂

A3.1 硅胶:将原色硅胶粉碎,过筛,选 20~40 目硅胶放入烧杯中,加 1+1 硫酸-硝酸混合酸,加酸量超出硅胶面 1~2 cm,置沸水浴煮沸 4 h,待冷却后弃去酸层,用自来水洗去酸液,再用蒸馏水多次洗涤到无硫酸根离子,洗好的硅胶在 100℃烘干,在 250℃活化 4 h。

A3.2 硅烷化玻璃棉:用清洗玻璃仪器的方法将玻璃棉洗净,烘干,再用 5%二氯二甲基硅烷溶液将玻璃棉硅烷化 2 h,倾出残液,用无水甲醇洗净残液,晾干备用。

A3.3 二氯二甲基硅烷溶液:5%(V/V),5 mL 二氯二甲基硅烷用无水甲醇稀释 100 mL。

A3.4 固定液:己二酸乙二醇聚酯(EGA),色谱固定液。

A3.5 担体:ChromosorbW-AW,DMCS,80~100 目。

A3.6 丙酮:分析纯。

A4 采样

在采样地点打开硅胶管,两端孔径至少为 2 mm,垂直放置,以 0.2~0.5 L/min 速度抽取 3 L 空气,采样后将管的两端盖上硅橡皮片,再套上塑料帽,在 0~5℃低温保存,尽快分析。

A5 分析步骤**A5.1 对照试验**

将硅胶管带至现场,随样品一起带回实验室,照样品分析,作为空白对照。

A5.2 样品处理

将前段玻璃棉和硅胶及后段硅胶分别倒入两个盛有 2 mL 丙酮的离心管中,盖紧磨口塞,用力振摇 100 次,浸泡 30 min,取 1 μ L 丙酮溶液进样,用保留时间定性,峰高定量。

A5.3 标准曲线绘制

于一个 25 mL 棕色容量瓶中,先加少许丙酮溶液,准确称量,再加 1~2 滴氧化乐果,再准确称量,两次重量之差即为氧化乐果重量,用丙酮稀释到刻度,此液为储备液,临用前用丙酮稀释成 1.5, 7.5, 15 μ g/mL 的标准溶液,取 1 μ L 进样,采用气相色谱火焰光度检测器,526 nm 滤光板,测量保留时间及峰高,每个浓度重复 3 次,取峰高平均值,以氧化乐果含量对峰高作图,绘制标准曲线,保留时间为定性指标。

A5.4 测定

取 1 μ L 丙酮解吸溶液进样,用保留时间定性,峰高定量。色谱图见图 A1。

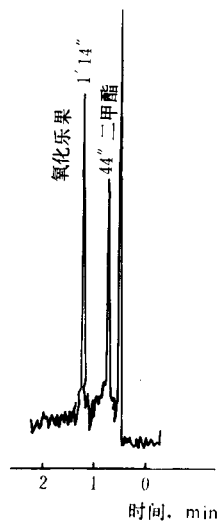


图 A1 色谱分离图

A6 计算

$$X = \frac{C_1 + C_2}{V_0} \times 2000 \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: X ——空气中氧化乐果浓度, mg/m^3 ;

C_1, C_2 ——分别为前段和后段硅胶的丙酮溶液中氧化乐果的含量, μg ;

V_0 ——标准状况下样品体积, L。

A7 说明

A7.1 本法检测限为 $2.5 \times 10^{-4} \mu\text{g}$ 。标准曲线变异系数为 3.1%~3.9%。

A7.2 在相对湿度为 85% 以下,用塑料袋配气以 0.5 L/min 速度采样 4 h,进行穿透试验,前段含量达 2 mg,后段未检测样品。硅胶对氧化乐果的吸附量,能满足现场卫生学要求。

A7.3 在本方法实验条件下,氧化乐果的解吸效率达 94%,样品在 $0^\circ\text{C} \sim 5^\circ\text{C}$ 保存 14 天,未见有样品损失。

A7.4 该色谱可将共存的二甲基亚磷酸酯、氯乙酸甲酯、甲苯和三氯甲烷分离,和硫磷甲酯中间体尚未分开,但现场两种毒物不在同一地点生产,故该柱可应用。

A7.5 盛甲苯溶液的小冲击瓶采样和硅胶采样在实验室和现场曾做过配对平行采样比较,结果两种采样方法的浓度无差别,说明硅胶采样是可靠的。曾在某农药厂采 200 份样品,后段均未检出样品。

A7.6 硅胶管易吸水,需在临用前按规程装管,并防止硅胶管在现场污染。

附加说明:

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由北京市劳动卫生职业病防治研究所,上海医科大学公共卫生学院负责起草。

本标准主要起草人纪云晶、顾祖维、裴淑。

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。