

ICS 13.100
C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.77—2004

工作场所空气有毒物质测定
有机氯农药

Methods for determination of organic chlorine pesticides
in the air of workplace

2004-05-21 发布

2004-12-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

为贯彻执行《工业企业设计卫生标准》(GBZ 1)和《工作场所有害因素职业接触限值》(GBZ 2),特制定本标准。本标准是为工作场所有害因素职业接触限值配套的监测方法,用于监测工作场所空气中有机氯农药[包括六六六(Hexachlorobenzene)、滴滴涕(DDT, 2,2-bis(p-Chlorophenyl)-1,1,1-trichloroethane)等]的浓度。本标准是总结、归纳和改进了原有的标准方法后提出。这次修订将同类化合物的同种监测方法和不同种监测方法归并为一个标准方法,并增加了长时间采样和个体采样方法。

本标准从2004年12月1日起实施。同时代替GB/T 16093—1995、GB/T 16092—1995。

本标准首次发布于1995年,本次是第一次修订。

本标准由全国职业卫生标准委员会提出。

本标准由中华人民共和国卫生部批准。

本标准起草单位:辽宁省职业病防治所。

本标准主要起草人:程玉琪和姜晓文。

工作场所空气有毒物质测定

有机氯农药

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中有机氯农药浓度的方法。
本标准适用于工作场所空气中有机氯农药浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款,通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 六六六和滴滴涕的溶剂洗脱—气相色谱法

3.1 原理

空气中气溶胶态的六六六和滴滴涕用玻璃纤维滤纸采集,正己烷洗脱后进样,经色谱柱分离,电子捕获检测器检测,以保留时间定性,峰高或峰面积定量。

3.2 仪器

- 3.2.1 玻璃纤维滤纸。
- 3.2.2 采样夹,滤料直径 40mm。
- 3.2.3 小型塑料采样夹,滤料直径 25mm。
- 3.2.4 空气采样器,流量 0~3L/min 和 0~10L/min。
- 3.2.5 具塞刻度试管,10ml。
- 3.2.6 超声洗脱器。
- 3.2.7 微量注射器,10 μ l。
- 3.2.8 气相色谱仪,电子捕获检测器,⁶³Ni 源。

仪器操作参考条件

色谱柱:2m \times 3mm 玻璃柱,OV-17 : QF-1 : Chromosorb WAW DMCS=2 : 1.5 : 100;

柱温:193 $^{\circ}$ C;

汽化室温度:250 $^{\circ}$ C;

检测室温度:250 $^{\circ}$ C;

载气(氮气)流量:50ml/min。

3.3 试剂

- 3.3.1 正己烷。
- 3.3.2 OV-17 和 QF-1,色谱固定液。
- 3.3.3 Chromosorb WAW DMCS,色谱担体,60~80 目。
- 3.3.4 标准溶液:于 10ml 容量瓶中,加少量正己烷,准确称量后,加入一定量的甲体六六六、乙体六六六、丙体六六六、丁体六六六、p,p'-滴滴涕或 o,p-滴滴涕(色谱纯),再准确称量,加正己烷至刻度;由 2 次称量之差计算溶液的浓度,为标准贮备液。临用前,用正己烷稀释成 1.0 μ g/ml 六六六标准溶液和

10. $0\mu\text{g}/\text{ml}$ 滴滴涕标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

3.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ 159 执行。

- 3.4.1 短时间采样:在采样点,将装有玻璃纤维滤纸的采样夹,以 $5\text{L}/\text{min}$ 流量采集 15min 空气样品。
- 3.4.2 长时间采样:在采样点,将装有玻璃纤维滤纸的小型塑料采样夹,以 $1\text{L}/\text{min}$ 流量采集 $2\sim 8\text{h}$ 空气样品。
- 3.4.3 个体采样:在采样点,将装有玻璃纤维滤纸的小型塑料采样夹,佩戴在采样对象的前胸上部,尽量接近呼吸带,以 $1\text{L}/\text{min}$ 流量采集 $2\sim 8\text{h}$ 空气样品。
- 3.4.4 样品空白:将装好玻璃纤维滤纸的采样夹带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,将滤纸的接尘面朝里对折 2 次,置具塞刻度试管内运输和保存。样品在室温下可长期保存。

3.5 分析步骤

- 3.5.1 样品处理:向装有玻璃纤维滤纸的具塞刻度试管中,加入 10.0ml 正己烷,封闭后,超声洗脱 10min 。洗脱液供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围,可用正己烷稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。
- 3.5.2 标准曲线的绘制:用正己烷稀释标准溶液成 0.0 、 0.010 、 0.020 、 0.050 和 $0.10\mu\text{g}/\text{ml}$ 六六六标准系列, 0.0 、 0.75 、 1.5 、 3.75 和 $7.5\mu\text{g}/\text{ml}$ 滴滴涕标准系列。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 $1.0\mu\text{l}$,测定标准系列;每个浓度重复测定 3 次。以测得的峰高或峰面积均值对六六六或滴滴涕浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)绘制标准曲线。
- 3.5.3 样品测定:用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白的洗脱液;测得峰高或峰面积值后,由标准曲线得六六六和滴滴涕的浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)。

3.6 计算

3.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积:

$$V_0 = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V_0 ——标准采样体积, L;
- V ——采样体积, L;
- t ——采样点的温度, $^{\circ}\text{C}$;
- P ——采样点的大气压, kPa。

3.6.2 按式(2)计算空气中六六六或滴滴涕的浓度。

$$C = \frac{10c}{V_0 D} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- C ——空气中六六六或滴滴涕的浓度, mg/m^3 ;
- c ——测得洗脱液中六六六或滴滴涕的浓度(减去样品空白), $\mu\text{g}/\text{ml}$;
- 10 ——洗脱液的总体积, ml;
- V_0 ——标准采样体积, L;
- D ——脱效率, %。

3.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

3.7 说明

3.7.1 本法的检出限:六六六为 $0.002\mu\text{g}/\text{ml}$, 滴滴涕为 $0.03\mu\text{g}/\text{ml}$; 最低检出浓度:六六六为 $0.0003\text{mg}/\text{m}^3$, 滴滴涕为 $0.004\text{mg}/\text{m}^3$ (以采集 75L 空气样品计)。测定范围:六六六为 $0.002\sim 0.1\mu\text{g}/\text{ml}$,

滴滴涕为 0.03~7.5 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。相对标准偏差:六六六为 0.7%~9.0%,滴滴涕为 1.1%~3.5%。

3.7.2 本法的洗脱效率:六六六为 97.9%,滴滴涕为 99.8%。平均采样效率 $>95\%$ 。

3.7.3 本法可采用相应的毛细管色谱柱。
