

中华人民共和国卫生行业标准

作业场所空气中倍硫磷的溶剂解吸
气相色谱测定方法

WS/T 133—1999

Workplace air—Determination of fenthion—
solvent desorption gas chromatographic method

1 范围

本标准规定了作业场所空气中倍硫磷浓度的硅胶采集溶剂解吸气相色谱测定方法。
本标准适用于作业场所空气中倍硫磷浓度的测定。

2 原理

空气中倍硫磷用硅胶管采集,无水乙醇解吸进样,经 SE-30 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。

3 仪器

3.1 硅胶管:长 10 cm,内径 4 mm,外径 6 mm 的玻璃管。其中装两段 40~60 目原色硅胶,前段装 600 mg,后段装 200 mg,中间隔以 1 mm 厚的玻璃棉,两端用 2 mm 厚的玻璃棉塞紧。

3.2 采样泵:流量 0~1 L/min。

3.3 微量注射器:1,5,10 μ L。

3.4 具塞比色管:5 mL。

3.5 气相色谱仪,火焰光度检测器,526 nm 磷滤光片。

色谱柱:柱长 2 m,内径 4 mm,玻璃柱。固定相:SE-30:101 担体=5:100,柱温:210 C;

汽化室温度:270 C;

检测室温度:240 C;

载气(N₂):100 mL/min;

燃气(H₂):150 mL/min;

助燃气(O₂):38 mL/min;

负高压:600 V;

输入高阻 10⁹。

4 试剂

实验用水为去离子水。

4.1 硅胶:40~60 目。将原色硅胶粉碎,过筛,选 40~60 目的硅胶于烧杯中,加入 1+1 硫酸硝酸混合液至高过硅胶表面 1~2 cm,置沸水浴中煮沸 4 h,待冷后弃去酸层,用自来水洗去酸液,再用去离子水多次洗涤,至无硫酸根离子为止,洗好的硅胶在 110 C 烘干,360 C 活化 3 h,取出放入干燥器中备用。

WS/T 133—1999

- 4.2 无水乙醇。
 4.3 SE-30; 色谱固定液。
 4.4 101 白色硅烷化担体: 60~80 目。
 4.5 倍硫磷: 色谱检查无杂质峰。

5 采样

在采样地点打开硅胶管, 200 mg 端接采样泵并垂直放置, 以 0.5 L/min 的流量采集 10 L 空气。

6 分析步骤

- 6.1 对照试验: 将硅胶管带到采样点, 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: 将采集后的两段硅胶分别倒入具塞比色管中, 加 2 mL 无水乙醇, 放置 30 min 并时常振荡。
 6.3 标准曲线的绘制: 准确称取一定量的倍硫磷, 用无水乙醇溶解, 移入 100 mL 量瓶中, 加无水乙醇至刻度, 计算 1 mL 溶液中倍硫磷的含量。此液为贮备液, 于冰箱内保存。临用前以无水乙醇分别稀释成 5, 10, 15, 20, 25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液。用 1 μL 微量注射器各取 1 μL 进样, 每个浓度重复三次, 取峰高的均值, 以倍硫磷的含量 (μg) 为横坐标, 峰高为纵坐标, 绘制标准曲线, 参见图 1。

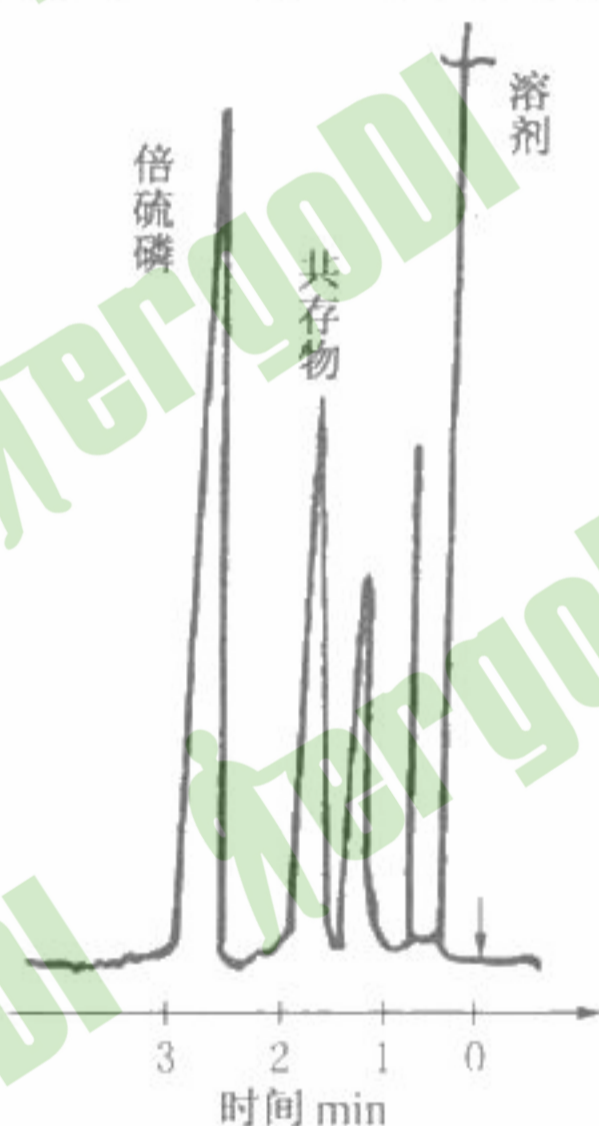


图 1 倍硫磷色谱图

- 6.4 测定: 在测定标准的同样条件下, 分别取 1 μL 样品进行测定, 以测得样品峰高减去空白对照峰高后, 由标准曲线查得倍硫磷的含量 (μg)。

7 计算

- 7.1 按式(1)将采集空气的体积换算成标准状况下的体积。

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

式中: V_0 ——换算成标准状况下的采样体积, L;

V ——采样体积, L;

p ——采样场所的大气压力, kPa;

t ——采样场所的气温, C;

- 7.2 按式(2)计算空气中倍硫磷的浓度。

$$c = \frac{m_1 + m_2}{V_0} \times 2\,000 \quad \dots\dots\dots(2)$$

WS/T 133—1999

式中： c ——空气中倍硫磷的浓度， mg/m^3 ；

m_1, m_2 ——分别为测得的前段和后段硅胶解吸液中所含倍硫磷的质量， μg ；

V_0 ——标准状况下的样品体积，L。

8 说明

8.1 本法的检出限为 $1.3 \times 10^{-3} \mu\text{g}/\mu\text{L}$ ，最低检出浓度为 $0.25 \text{ mg}/\text{m}^3$ （采样 10 L）；线性范围为 $5 \sim 60 \mu\text{g}/\text{mL}$ ；当倍硫磷的浓度为 5, 10, 15, 20 和 $25 \mu\text{g}/\text{mL}$ 时，本法的相对标准偏差分别为 5.8%、5.9%、6.4%、6.0%、3.4%。

8.2 本法的平均采样效率为 97% 以上（空气中毒物的浓度为 $0.2 \text{ mg}/\text{m}^3$ ）；穿透容量大于 0.113 mg（相对湿度为 74%），平均解吸效率为 98%。

8.3 所采集的样品在常温下保存 7 天，其回收率均在 95% 以上。

8.4 在采样管前不宜接其他物品，更换硅胶批号时，必须重新做解吸效率。

8.5 现场共存物有三氯硫磷、二甲二硫、中间体，均不干扰倍硫磷的测定。用 SE-30 柱均可完全分离。