

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB37/T 3023.4—2017

工作场所空气有毒物质测定 第4部分：马拉硫磷 气相色谱法

2017-10-25 发布

2017-11-25 实施

山东省质量技术监督局 发 布

前 言

DB37/T 3023《工作场所空气有毒物质测定》目前计划发布如下部分：

- 第1部分：甲酸 离子色谱法；
- 第2部分：乙酸 离子色谱法；
- 第3部分：氯乙酸 离子色谱法；
- 第4部分：马拉硫磷 气相色谱法。

本部分为DB37/T 3023的第4部分。

本部分按照GB/T 20001.4—2015给出的规则起草。

本部分由山东省安全生产监督管理局提出。

本部分由山东省安全生产标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：济南华源安全评价有限公司。

本部分主要起草人：李腾、周文正、刘磊、杨凤霞、崔爱红。

工作场所空气有毒物质测定 第4部分：马拉硫磷 气相色谱法

警示：本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了工作场所空气有毒物质马拉硫磷的气相色谱测定方法。

本标准适用于工作场所空气中马拉硫磷浓度的测定。

本方法对马拉硫磷检出限为 $0.04\ \mu\text{g/mL}$ ；测定范围为 $0.04\ \mu\text{g/mL}\sim 3.6\ \mu\text{g/mL}$ ；最低检出浓度为 $0.03\ \text{mg/m}^3$ （以采集15 L空气样品计）。

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，仅所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。

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

GBZ/T 160.76—2004 工作场所空气有毒物质测定 有机磷农药

3 一般规定

除非另有说明，本标准所用溶液均按GB/T 603制备。实验用水为符合GB/T 6682规定的三级水。

4 方法提要

空气中的马拉硫磷用装有吸收液的多孔玻板吸收管采集，气相色谱仪进样，经色谱柱分离，火焰光度检测器（FPD）测定，以保留时间定性，峰面积定量。

5 试剂和材料

5.1 甲醇，色谱纯。

5.2 马拉硫磷：纯度 $\geq 99.0\%$ 。

5.3 氮气：体积分数不低于 99.999% ，经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.4 氢气：体积分数不低于 99.999% ，经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.5 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

5.6 吸收液：量取 $5.0\ \text{mL}$ 甲醇，加水稀释至 $100\ \text{mL}$ 。

5.7 甲醇溶液：量取 $50\ \text{mL}$ 甲醇，加水稀释至 $100\ \text{mL}$ 。

5.8 马拉硫磷标准储备溶液：500 μg/mL。

准确称取0.0050 g马拉硫磷（5.2），用甲醇（5.1）溶解并定量转移至10 mL容量瓶中，用甲醇（5.1）稀释至刻度，摇匀。

5.9 马拉硫磷标准溶液：50 μg/mL。

准确量取1.00 mL马拉硫磷标准储备溶液（5.8），置于10 mL容量瓶中，用甲醇溶液（5.7）稀释至刻度，摇匀。此溶液使用前配置。

6 仪器设备

6.1 气相色谱仪：带有火焰光度检测器（FPD、526 nm 磷滤光片），宜带惰性进样衬管。

6.2 记录仪：色谱工作站。

6.3 进样器：微量进样器，1 μL、10 μL。

6.4 多孔玻板吸收管。

6.5 具塞比色管，10 mL。

6.6 容量瓶，10 mL、100 mL。

6.7 分析天平，感量 0.1 mg。

7 样品的采集、运输和保存

按GBZ/T 160.76—2004中5.4、5.5.1规定进行。

8 色谱分析条件

推荐的色谱柱和典型色谱分析条件见表1，典型气相色谱图见附录A。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱分析条件均可使用。

表1 推荐的色谱柱和色谱分析条件

色谱柱	30 m×320 μm×0.25 μm，5%-苯基聚硅氧烷色谱柱
柱箱温度，℃	210
进样口温度，℃	300
检测室温度，℃	250
检测器氢气流量，mL/min	100
检测器空气流量，mL/min	75
载气（氮气）流量，mL/min	3
分流比	20:1
进样量，μL	1

9 分析步骤

9.1 样品处理

用采过样的吸收液（包括样品空白对照吸收液）洗涤多孔玻板吸收管的进气管内壁3次，取1.0 mL于具塞比色管（6.5）中，加入1.0 mL甲醇（5.1），混匀，得样品溶液和空白对照溶液。

9.2 标准曲线的绘制

9.2.1 依次吸取 0、0.2、0.3、0.5、0.7 mL 马拉硫磷标准溶液 (5.9)，分别置于 5 只具塞比色管 (6.5) 中，用甲醇溶液 (5.7) 稀释至刻度，摇匀，得马拉硫磷系列标准溶液。

9.2.2 参照表 1 所列的色谱分析条件，将仪器调节至最佳状态，进样测定，重复 3 次。

9.2.3 以马拉硫磷系列标准溶液的浓度 ($\mu\text{g/mL}$) 为横坐标，与其对应的峰面积均值为纵坐标绘制标准曲线或计算回归方程。

9.3 测定

用测定系列标准溶液的分析条件测定样品溶液和空白对照溶液 (9.1)。若样品溶液中马拉硫磷的浓度超过方法的线性范围，可用甲醇溶液 (5.7) 定量稀释后测定。

9.4 结果计算与表示

空气中马拉硫磷的浓度，以 mg/m^3 表示，按式 (1) 计算。

$$C = \frac{10D(C_1 - C_0)}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C ——空气中马拉硫磷的浓度，单位为毫克每立方米 (mg/m^3)。

C_1 ——由标准曲线查得或回归方程计算得到的样品溶液中马拉硫磷的浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)。

C_0 ——由标准曲线查得或回归方程计算得到的空白对照溶液中马拉硫磷的浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)。

D ——样品溶液需要稀释时的稀释倍数。

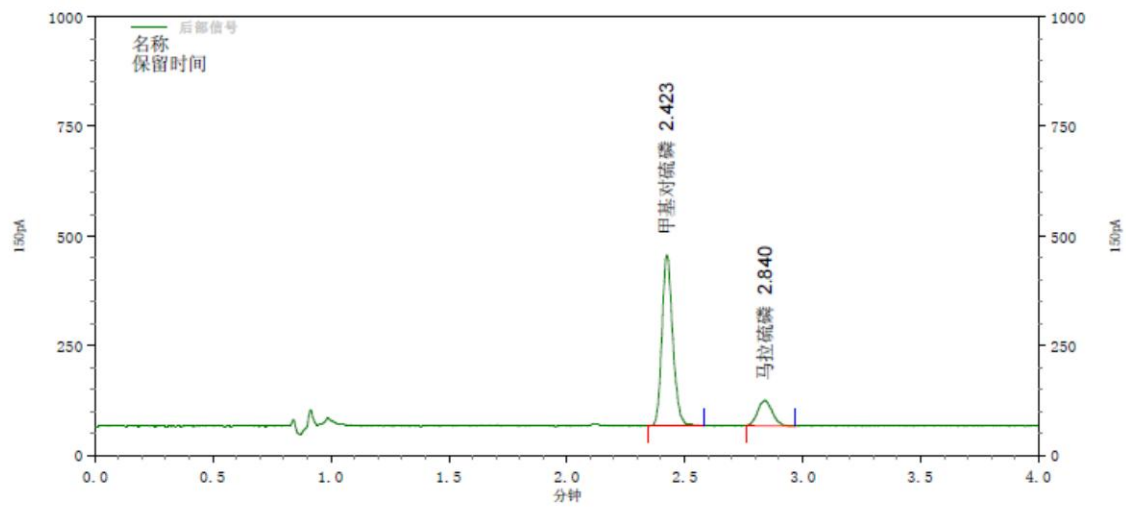
10 ——样品溶液体积，单位为毫升 (mL)。

V_0 ——标准采样体积，单位为升 (L)，按 GBZ 159 规定换算。

10 说明

工作场所空气中共存的甲基对硫磷在本法气相色谱条件下，不干扰马拉硫磷的测定。

附 录 A
(资料性附录)
典型气相色谱图



图A.1 马拉硫磷测定时的典型气相色谱图