

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 146—1999

作业场所空气中氯氰菊酯的 高效液相色谱测定方法

Workplace air—Determination of cypermethrin
—High-performance liquid chromatography method

1999-12-29 发布

2000-05-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准是为劳动卫生标准配套的监测方法,用于监测作业场所空气氯氰菊酯的浓度。本标准是参考了国外的监测方法,结合我国情况经过实验室研究和现场验证后提出的。

本标准从2000年5月1日起实施。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准起草单位:广东省职业病防治院。

本标准主要起草人:黄淑莲、叶能权、梁丹涛。

本标准由卫生部委托中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。

中华人民共和国卫生行业标准

作业场所空气中氯氰菊酯的 高效液相色谱测定方法

WS/T 146—1999

Workplace air—Determination of cypermethrin
—High-performance liquid chromatography method

1 范围

本标准规定了作业场所空气中氯氰菊酯的高效液相色谱测定方法。
本标准适用于作业场所空气中氯氰菊酯浓度的测定。

2 原理

空气中的氯氰菊酯用硅胶管采集,经甲醇解吸,ODS柱分离,高效液相色谱仪的紫外检测器测定,以保留时间定性,峰面积定量。

3 仪器

- 3.1 采样器:0~1 L/min。
- 3.2 硅胶管:用长约110 mm,内径3.5~4 mm的玻璃管,内装硅胶,前段200 mg,后段100 mg,中间和两端用玻璃棉隔开和固定,管的两端用塑料帽套好,置于干燥器中保存。
- 3.3 磨砂口刻度离心管:5 mL。
- 3.4 微量注射器:50 μ L,10 μ L。
- 3.5 高效液相色谱仪,内装20 μ L定量进样阀。紫外检测器波长,254 nm。色谱柱,200 mm \times 4.6 mm (i.d) Hyporsil ODS柱。流动相,甲醇+水=95+5(V/V)。流量,1.0 mL/min。

4 试剂

- 4.1 水:重蒸馏。
- 4.2 甲醇:重蒸馏。
- 4.3 硅胶:精制硅胶20~40目于320 $^{\circ}$ C活化4 h,冷却后装于干净的容器内,置于干燥器中备用。
- 4.4 氯氰菊酯标准溶液的配制:于10 mL容量瓶中,准确称取数滴氯氰菊酯,然后用甲醇稀释至刻度,混匀。计算氯氰菊酯的浓度。

5 采样

在采样地点打开硅胶管,100 mg端连接采样泵并垂直固定好,以0.5 L/min的流量采集5 L空气,采样后将硅胶管的两端用塑料帽套好,尽快送回实验室测定。

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。

中华人民共和国卫生部1999-12-29批准

2000-05-01实施

6.2 样品处理:打开硅胶管,将前段和后段硅胶分别倒入 5 mL 磨砂口离心管中,加入 2.0 mL 甲醇浸泡 20 min,并不时振摇。

6.3 标准曲线的绘制:取 6 个 10 mL 的容量瓶,用甲醇稀释标准溶液配制成 0,5.0,10.0,15.0,20.0 和 25.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列。将仪器按操作条件调节到最佳状态,进样 20 μL ,分别测定标准系列,每个浓度测定 3 次;求峰面积的均值。以峰面积的均值为纵坐标,以氯氰菊酯的浓度为横坐标,绘制标准曲线。

6.4 测定:在标准系列测定的同样条件下,分别测定样品和空白对照的峰面积后,由标准曲线查得氯氰菊酯的浓度。

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,kPa;

t ——采样场所的气温, $^{\circ}\text{C}$ 。

7.2 按式(2)计算空气中氯氰菊酯的浓度。

$$c = \frac{V(c_1 + c_2)}{V_0} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——空气中氯氰菊酯的浓度, mg/m^3 ;

c_1 ——由标准曲线查得的前段硅胶氯氰菊酯的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

c_2 ——由标准曲线查得的后段硅胶氯氰菊酯的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——样品处理后所得样品溶液的体积,mL;

V_0 ——换算成标准状况下的采样体积,L。

8 说明

8.1 本法的检出限为 0.11 $\mu\text{g/mL}$;最低检出浓度为 0.04 mg/m^3 (采样体积为 5 L);线性范围为 0~25 $\mu\text{g/mL}$;当氯氰菊酯浓度为 5.0,15.0 和 25.0 $\mu\text{g/mL}$ 时,本法的相对标准偏差分别为 8.4%,2.4% 和 5.7%。

8.2 本法的平均采样效率为 100.0%(空气中氯氰菊酯的浓度为 1.04~73.3 mg/m^3);穿透容量为 2.2 mg(相对湿度为 85%);平均解吸效率为 98.5%。

8.3 采样前,把硅胶置于烘箱中,于 200 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h,取出置于干燥器中冷却后装硅胶管。采样后,样品在硅胶管中可稳定 7 天。

中华人民共和国卫生
行业 标 准
作业场所空气中氯氰菊酯的
高效液相色谱测定方法
WS/T 146—1999

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 5 千字
2000年9月第一版 2000年9月第一次印刷
印数 1—800

*

*

标 目 418—48