

ICS 13.100
C52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.76—2004

工作场所空气有毒物质测定
有机磷农药

Methods for determination of organophosphorus 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磷农药[包括久效磷(Monocrotophos)、甲拌磷(Phorate)、对硫磷(Parathion)、甲基对硫磷(Methyl parathion)、内吸磷(Demetom)、甲基内吸磷(Methyl demeton)、马拉硫磷(Marathion)、乙酰甲胺磷(Acephate)、乐果(Rogor, Dimethoate)、氧化乐果(Omethoate)、杀螟松(Sumithion)、异稻瘟净(Kitazin-p)、倍硫磷(Fenthion)、敌百虫(Trichlorfon)、敌敌畏(Dichlorvos, DDV)、乙酰甲胺磷(Acephate)和磷胺(Phosphamidon)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 16117—1995、GB/T 16118—1995、GB/T 16119—1995、GB/T 16120—1995、GB/T 16121—1995、GB/T 16122—1995、GB 11720—89 附录A、GB 16188—1996 附录A、GB 16189—1996 附录A、GB 16205—1996 附录A和B、GB 16211—1996 附录A和GB 8778—88 附录A。

本标准首次发布于1988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:湖北省疾病预防控制中心、天津市疾病预防控制中心、四川省疾病预防控制中心、上海市疾病预防控制中心、北京大学医学部、北京市疾病预防控制中心、浙江省职业病防治研究所、沈阳市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人:梁禄、刘黛莉、武皋绪、崔强、阮永道和徐志洪等。

工作场所空气有毒物质测定

有机磷农药

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中有机磷农药浓度的方法。

本标准适用于工作场所空气中有机磷农药浓度的测定。

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 久效磷、甲拌磷、对硫磷、亚胺硫磷、甲基对硫磷、倍硫磷、敌敌畏、乐果、氧化乐果、杀螟松、异稻瘟净的溶剂解吸—气相色谱法

3.1 原理

空气中的有机磷农药[包括久效磷、甲拌磷、对硫磷、亚胺硫磷、甲基对硫磷、倍硫磷、敌敌畏(DDV)、乐果、氧化乐果、杀螟松、异稻瘟净]用硅胶管或聚氨酯泡沫塑料管采集,溶剂解吸后进样,经色谱柱分离,火焰光度检测器检测,以保留时间定性,峰高或峰面积定量。

3.2 仪器

3.2.1 硅胶管,溶剂解吸型,内装 600mg/200mg 硅胶(用于氧化乐果、异稻瘟净、杀螟松、久效磷、甲基对硫磷、乐果和倍硫磷)。

3.2.2 聚氨酯泡沫塑料管:在长 60mm,内径 10mm 的玻璃管内,装两段聚氨酯泡沫塑料圆柱,其间间隔 2mm。聚氨酯泡沫塑料圆柱高 20mm,直径 12mm。使用前,先用洗净剂洗净,用甲醇浸泡过夜,再用蒸馏水洗净,用滤纸吸干后,于 60~80℃ 烘干,装入玻璃管内待用。置密闭的容器内保存和运输(用于敌敌畏、对硫磷和甲拌磷)。

3.2.3 空气采样器,流量 0~3L/min。

3.2.4 溶剂解吸瓶,5ml。

3.2.5 微量注射器,10 μ l。

3.2.6 气相色谱仪,火焰光度检测器,526nm 磷滤光片。

仪器操作参考条件

色谱柱 1:1.5m \times 3mm,SE-30 : QF-1 : Chromosorb WAW DMCS=3 : 2 : 100;

色谱柱 2:2m \times 3mm,EGA : Chromosorb WAW DMCS=5 : 100;

色谱柱 3:2m \times 3mm,OV-17 : Chromosorb WAW DMCS=2 : 100;

色谱柱 4:0.8m \times 3mm,OV-210 : Gas chrom Q=2 : 100。

3.3 试剂

试剂均为优级纯。

3.3.1 无水甲醇。

3.3.2 丙酮。

3.3.3 丙酮-苯混合液,200ml 丙酮与 100ml 苯混合。

表 1 色谱参考条件

化合物	色谱柱	柱温 ℃	气化室温度 ℃	检测室温度 ℃	载气(氮气) 流量 ml/min
杀螟松	色谱柱 1	200	250	250	60
甲基对硫磷	色谱柱 1	200	240	240	60
亚胺硫磷	色谱柱 1	200	240	240	60
敌敌畏	色谱柱 1	150	180	180	60
对硫磷	色谱柱 1	220	240	240	60
甲拌磷	色谱柱 1	220	240	240	60
乐果	色谱柱 1	200	240	240	60
倍硫磷	色谱柱 1	210	270	240	60
氧化乐果	色谱柱 2	140	170	170	70
异稻瘟净	色谱柱 3	200	220	230	50
久效磷	色谱柱 4	190	230	230	90

3.3.4 EGA(己二酸乙二醇聚酯)、OV-17、OV-210、SE-30 和 QF-1,均为色谱固定液。

3.3.5 Chromosorb WAW DMCS 和 Gas chrom Q,均为色谱担体,60~80 目。

3.3.6 标准溶液:

3.3.6.1 对硫磷、敌敌畏或甲拌磷标准溶液:于 10ml 容量瓶中,加少量无水甲醇后,准确称量,加入 1 滴对硫磷、甲拌磷或敌敌畏(色谱纯),准确称量,再加无水甲醇至刻度,由 2 次称量之差计算溶液的浓度,为标准贮备液。临用前,用无水甲醇稀释成 $1.0\mu\text{g/ml}$ 对硫磷或甲拌磷标准溶液, $10.0\mu\text{g/ml}$ 敌敌畏标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

3.3.6.2 乐果标准溶液:于 10ml 容量瓶中,加少量丙酮-苯混合液后,准确称量,加入 1 滴乐果(色谱纯),准确称量,再加丙酮-苯混合液至刻度,由 2 次称量之差计算溶液的浓度,为标准贮备液。临用前,用丙酮-苯混合液稀释成 $1.0\mu\text{g/ml}$ 乐果标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

3.3.6.3 亚胺硫磷、甲基对硫磷、杀螟松、异稻瘟净、氧化乐果、久效磷或倍硫磷标准溶液:准确称取 0.0100g 亚胺硫磷、甲基对硫磷、杀螟松、异稻瘟净、氧化乐果、久效磷或倍硫磷(色谱纯),溶于丙酮,定量转移入 10ml 容量瓶中,并稀释至刻度,此溶液为 1.0mg/ml 标准贮备液。临用前,用丙酮稀释成 $1.0\mu\text{g/ml}$ 甲基对硫磷和亚胺硫磷标准溶液, $10.0\mu\text{g/ml}$ 杀螟松、异稻瘟净、氧化乐果、久效磷或倍硫磷标准溶液。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

3.4.1.1 硅胶管采样(用于乐果、氧化乐果、杀螟松、甲基对硫磷、亚胺硫磷、久效磷、异稻瘟净和倍硫磷等):在采样点,打开硅胶管两端,以 300ml/min 流量采集 15min 空气样品。

3.4.1.2 聚氨酯泡沫塑料管采样(用于敌敌畏、对硫磷和甲拌磷等):在采样点,打开聚氨酯泡沫塑料管,以 1L/min 流量采集 15min 空气样品。

3.4.2 长时间采样:在采样点,打开硅胶管或聚氨酯泡沫塑料管两端,分别以 50ml/min 或 200ml/min 流量采集 1~4h 空气样品。

3.4.3 个体采样:在采样点,打开硅胶管或聚氨酯泡沫塑料管两端,佩戴在采样对象的前胸上部,进气口向上,尽量接近呼吸带,分别以 50ml/min 或 200ml/min 流量采集 1~4h 空气样品。

3.4.4 样品空白:将硅胶管或聚氨酯泡沫塑料管带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操

作同样品。

采样后,立即封闭硅胶管和聚氨酯泡沫塑料管两端,置清洁的容器内运输和保存。样品置 4℃ 冰箱内可保存 7d。

3.5 分析步骤

3.5.1 样品处理:

3.5.1.1 硅胶管:将采过样的前后段硅胶分别倒入溶剂解吸瓶中,加入 2.0ml 丙酮(用于氧化乐果、杀螟松、甲基对硫磷、亚胺硫磷、久效磷、异稻瘟净、倍硫磷等)或 2.0ml 丙酮-苯混合液(用于乐果),封闭后,振摇 1min,解吸 30min。解吸液供测定。若解吸液中待测物的浓度超过测定范围,可用丙酮或丙酮-苯混合液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

3.5.1.2 聚氨酯泡沫塑料管:将采过样的两段聚氨酯泡沫塑料分别放入溶剂解吸瓶中,加入 2.0ml 无水甲醇,用玻璃棒将聚氨酯泡沫塑料按入无水甲醇中,解吸 30min。解吸液供测定。若解吸液中待测物浓度超过测定范围,可用无水甲醇稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

3.5.2 标准曲线的绘制:用相应的解吸液稀释标准溶液成表 2 所列浓度的标准系列。

表 2 标准溶液系列

管 号	0	1	2	3	4
对硫磷($\mu\text{g}/\text{ml}$)	0.0	1.0	2.0	3.0	4.0
甲拌磷($\mu\text{g}/\text{ml}$)	0.0	1.0	2.0	3.0	4.0
敌敌畏($\mu\text{g}/\text{ml}$)	0.0	10.0	20.0	30.0	40.0
乐果($\mu\text{g}/\text{ml}$)	0.0	0.10	0.20	0.30	0.40
甲基对硫磷($\mu\text{g}/\text{ml}$)	0.0	0.025	0.050	0.10	0.20
杀螟松($\mu\text{g}/\text{ml}$)	0.0	2.50	5.00	7.50	10.0
久效磷($\mu\text{g}/\text{ml}$)	0.0	2.50	5.00	7.50	10.0
异稻瘟净($\mu\text{g}/\text{ml}$)	0.0	2.50	5.00	7.50	10.0
氧化乐果($\mu\text{g}/\text{ml}$)	0.0	2.50	7.50	15.0	25.0
倍硫磷($\mu\text{g}/\text{ml}$)	0.0	2.50	7.50	15.0	25.0

参照仪器操作条件,将气相色谱仪调节至最佳测定状态,分别进样 1.0 μl ,测定各标准系列。每个浓度重复测定 3 次。以测得的峰高或峰面积均值对相应的待测物浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)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解吸液;测得峰高或峰面积值后,由标准曲线得相应的待测物的浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)。

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,℃;

P ——采样点的大气压,kPa。

3.6.2 按式(2)计算空气中待测物的浓度:

$$C = \frac{2(c_1 + c_2)}{V_0 D} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

C——空气中待测物的浓度， mg/m^3 ；

c_1, c_2 ——测得前后段解吸液中待测物的浓度(减去样品空白)， $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；

2——解吸液的体积， ml ；

V_0 ——标准采样体积， L ；

D——解吸效率， $\%$ 。

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、最低检出浓度、相对标准偏差、解吸效率和样品保存时间见表 3。

表 3 本法的性能指标

有机磷农药	检出限 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	最低检出浓度 (mg/m^3)	测定范围 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	相对标准偏差 (%)	解吸效率 (%)
对硫磷	0.014	0.002	0.014~4	1.9~5.1	100.2
敌敌畏	0.03	0.004	0.03~40	1.3~9.2	97.2
甲拌磷	0.01	0.0013	0.01~4	3.5~4.7	96.1
乐果	0.025	0.01*	0.025~0.4	0.3~2.8	79.1~99
甲基对硫磷	1.5	1*	1.5~0.2	3.2~4.3	99~105
亚胺硫磷	0.15	0.07*	0.15~0.2	2.8~3.7	76.7~88
杀螟松	0.25	0.11*	0.25~10.0	1.1~6.9	96.5
久效磷	0.2	0.88*	0.2~10.0	12~13	91~99
异稻瘟净	0.1	0.04*	0.1~10.0	2.9~5.6	95.2
氧化乐果	0.25	0.11*	0.25~25.0	3.1~3.9	94
倍硫磷	1.3	0.58*	1.3~25.0	3.4%~6.4%	98%

注：×以采集 15L 空气样品计。*以采集 4.5L 空气样品计。

3.7.2 穿透容量：久效磷为 $6.23\mu\text{g}$ ，氧化乐果 $>2\text{mg}$ ，倍硫磷 $>0.113\text{mg}$ 。每批硅胶管应测定其解吸效率。

3.7.3 本法可采用相应的毛细管色谱柱。

4 敌百虫的二硝基苯胍分光光度法

4.1 原理

空气中的敌百虫用多孔玻板吸收管采集，经碱性水解生成的二氯乙醛与 2,4-二硝基苯胍反应生成蓝色苯腙，于 580nm 波长下测定吸光度，进行定量。

4.2 仪器

4.2.1 多孔玻板吸收管。

4.2.2 空气采样器，流量 $0\sim 500\text{ml}/\text{min}$ 。

4.2.3 具塞比色管， 10ml 。

4.2.4 恒温水浴锅。

4.2.5 分光光度计。

4.3 试剂

实验用水为蒸馏水，试剂为分析纯。

4.3.1 吸收液：水。

4.3.2 氢氧化钠溶液 A, 160g/L。

4.3.3 氢氧化钠溶液 B, 48g/L。

4.3.4 乙醇溶液, 95%。

4.3.5 2,4-二硝基苯胂溶液, 1g/L, 用 4mol/L 盐酸溶液配制。

4.3.6 标准溶液: 准确称取 0.0100g 敌百虫(色谱纯), 用水溶解, 定量转移至 100ml 容量瓶中, 并稀释至刻度, 此溶液为 0.10mg/ml 标准贮备液。临用前, 用水稀释成 2.0 μ g/ml 敌百虫标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

4.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ159 执行。

4.4.1 样品采集: 在采样点, 用串联两只各装有 10.0ml 吸收液的多孔玻板吸收管, 以 250ml/min 流量采集 15min 空气样品。

4.4.2 样品空白: 将装有 10.0ml 吸收液的多孔玻板吸收管带至采样点, 除不连接采样器采集空气样品外, 其余操作同样品。

采样后, 立即封闭吸收管的进出气口, 直立放置于清洁的容器内运输和保存。应在 24h 内测定完。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理: 用采过样的吸收液洗涤吸收管的进气管内壁 3 次, 前后管内的吸收液分别倒入具塞比色管中; 取出 5.0ml 于另一具塞比色管中, 供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围, 可用吸收液稀释后测定, 计算时乘以稀释倍数。

4.5.2 标准曲线的绘制: 取 8 只具塞比色管, 分别加入 0.0、0.25、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00 和 5.00ml 敌百虫标准溶液, 加吸收液至 5.0ml, 配成 0.0、0.50、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 和 10.0 μ g 敌百虫标准系列。摇匀后, 各管加入 1ml 氢氧化钠溶液 B, 摇匀, 放置 10min; 加入 0.6ml 2,4-二硝基苯胂溶液, 充分摇匀, 放入 37 $^{\circ}$ C 恒温水浴中准确反应 60min, 取出, 加入 0.6ml 氢氧化钠溶液 A, 摇匀, 加入乙醇溶液至 10ml, 摇匀。于 580nm 波长下测定各标准系列的吸光度。每个浓度重复测定 3 次; 以测得的吸光度均值对敌百虫含量(μ g)绘制标准曲线。

4.5.3 样品测定: 用测定标准管的操作条件测定样品和样品空白吸收液, 测得的吸光度值后, 由标准曲线得敌百虫的含量(μ g)。

4.6 计算

4.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

4.6.2 按式(3)计算空气中敌百虫的浓度:

$$C = \frac{2(m_1 + m_2)}{V_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

C——空气中敌百虫的浓度, mg/m³;

m₁, m₂——测得前后管样品中敌百虫的含量(减去样品空白), μ g;

V₀——标准采样体积, L。

4.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

4.7 说明

4.7.1 本法的检出限为 0.05 μ g/ml; 最低检出浓度为 0.13mg/m³(以采集 3.75L 空气样品计)。测定范围为 0.05~10 μ g/ml。

4.7.2 本法应在 15 $^{\circ}$ C 以上操作。

5 磷胺、内吸磷、甲基内吸磷或马拉硫磷的酶化学法

5.1 原理

空气中的磷胺、内吸磷、甲基内吸磷或马拉硫磷用多孔玻板吸收管采集,有机磷农药抑制胆碱酯酶,影响乙酰胆碱的水解,由测定乙酰胆碱的量,进行有机磷农药的定量测定。

5.2 仪器

- 5.2.1 多孔玻板吸收管。
 5.2.2 空气采样器,流量 0~3L/min。
 5.2.3 具塞比色管,10ml,25ml。
 5.2.4 恒温水浴锅,37℃±0.5℃。
 5.2.5 秒表。
 5.2.6 分光光度计。

5.3 试剂

实验用水为蒸馏水,试剂为分析纯。

- 5.3.1 吸收液:甲醇溶液(5%)。
 5.3.2 缓冲液(pH=7.2):溶解 16.72g 磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)和 2.72g 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)于 1L 水中。
 5.3.3 氯化乙酰胆碱溶液:称取 0.1000g 氯化乙酰胆碱,溶于 100ml 缓冲液中,保存于 4℃ 冰箱内。
 5.3.4 碱性羟胺溶液:临用前,将 139g/L 盐酸羟胺溶液与 140g/L 氢氧化钠溶液等体积混合。
 5.3.5 三氯乙酸溶液:10g 三氯乙酸溶于 100ml(4mol/L)盐酸溶液中。
 5.3.6 三氯化铁溶液,100g/L:将 10g 三氯化铁加到 0.84ml 盐酸($\rho_{20}=1.18\text{g/ml}$)及少量水中,微热使溶解,然后加水至 100ml。
 5.3.7 胆碱酯酶溶液:以健康马血清为酶源,用缓冲液稀释成酶活力为 70%~80%,保存于 4℃ 冰箱内。酶活力测定方法:取 3ml 健康马血清置于 25ml 容量瓶中,用缓冲液稀释至刻度。以此马血清溶液按表 4 配制酶活力标准管。

表 4 酶活力标准管

管 号	0(A)	1	2	3	4	5
马血清溶液,ml	0.0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.0
缓冲液,ml	1.0	0.8	0.6	0.4	0.2	0.0
相当于每 25ml 纯马血清毫升数,ml	0.0	0.6	1.2	1.8	2.4	3.0

各管加入 1ml 水,置于 37℃ 恒温水浴中预热 10min,向各管加入 1.0ml 氯化乙酰胆碱溶液,每隔 1min 加一管。准确地在 37℃ 恒温水浴中反应 30min,不时振摇,30min 末,按顺序从水浴中取出,准时加入 2ml 碱性羟胺溶液,每隔 1min 加一管,强烈振摇 4min;再向各管加入 1ml 三氯乙酸溶液,摇匀后,加入 1ml 三氯化铁溶液,摇匀,过滤;滤液在 520nm 波长下测量吸光度,以水作参比。用式(4)计算水解百分数:

$$S = \frac{A-X}{A} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- S——氯化乙酰胆碱被酶水解百分数,%;
 A——零管的吸光度;
 X——各管的吸光度。

取水解百分数为 70%~80%的马血清作标准,根据马血清含量(25ml 中含纯马血清毫升数)来配制胆碱酯酶溶液。

- 5.3.8 溴水:将 0.4ml 饱和溴水用水稀释至 100ml。
 5.3.9 标准溶液:准确称取 0.0100g 磷胺、内吸磷、甲基内吸磷或马拉硫磷,用甲醇溶解,定量转移至

100ml 容量瓶中,并稀释至刻度,此溶液为 0.10mg/ml 标准贮备液。临用前,用吸收液稀释成 2.0 μ g/ml 标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

5.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照 GBZ159 执行。

5.4.1 样品采集:在采样点,用装有 5.0ml 吸收液的多孔玻板吸收管,以 1L/min 流量采集 25min(用于磷铵)、以 1L/min 流量采集 15min(用于其他有机磷农药)空气样品。

5.4.2 样品空白:将装有 5ml 吸收液的多孔玻板吸收管带至采样点,除不连接采样器采集空气样品外,其余操作同样品。

采样后,立即封闭吸收管的进口气口,直立放置于清洁的容器内运输和保存;应在 24h 内测定完。

5.5 分析步骤

5.5.1 样品处理:用采过样的吸收液洗涤吸收管的进气管内壁 3 次,然后将吸收液倒入 10ml 具塞比色管中,取出 1.0ml 于 25ml 具塞比色管中,供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围,可用吸收液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

5.5.2 标准曲线的绘制:取 9 只 25ml 具塞比色管,按表 5 制备标准系列。

表 5 有机磷农药的标准系列

管号	0(C)	1	2	3	4	5	6	7	B
标准溶液,ml	0.0	0.05	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.0	0.0
吸收液,ml	1.0	0.95	0.90	0.80	0.60	0.40	0.20	0.0	1.0
有机磷农药的含量, μ g	0.0	0.1	0.2	0.4	0.8	1.2	1.6	2.0	0.0

测定马拉硫磷时,各管应加入 1.0ml 溴水。

B 管加入 1ml 缓冲液。摇匀后,各管(包括 B 管)放入 37 $^{\circ}$ C 恒温水浴中预热 10min;然后,除 B 管外,其余各管加入 1ml 胆碱酯酶溶液,每隔 1min 加一管;在 37 $^{\circ}$ C 恒温水浴中准确反应 30min,再依次每隔 1min,加入 1.0ml 氯化乙酰胆碱溶液,再反应 30min,不时振摇;然后,依次每隔 1min 加入 2ml 碱性羟胺溶液,依次从水浴中取出,强烈振摇 4min,再加入 1ml 三氯乙酸溶液,摇匀,各加入 1ml 三氯化铁溶液,摇匀后过滤,滤液于 520nm 波长下测量吸光度,并以水作空白参比液。将所得吸光度按式(5)计算出胆碱酯酶被有机磷农药抑制的百分数(或称百分抑制率)。

$$\text{胆碱酯酶百分抑制率}(\%) = \left(1 - \frac{B-X}{B-C}\right) \times 100 = \frac{X-C}{B-C} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

B,C——B 管和 C 管的吸光度;

X——样品管的吸光度。

用有机磷农药的含量(μ g)对相应的胆碱酯酶百分抑制率(%)绘制标准曲线。

5.5.3 样品测定:用测定标准管的操作条件测定样品和样品空白吸收液,测得的百分抑制率值后,由标准曲线得有机磷农药的含量(μ g)。

5.6 计算

5.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积。

5.6.2 按式(6)计算空气中有机磷农药的浓度:

$$C = \frac{5m}{V_0} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

C——空气中有机磷农药的浓度,mg/m³;

m——测得所取样品中有机磷农药的含量(减去样品空白), μ g;

V_0 ——标准采样体积,L。

5.6.3 时间加权平均接触浓度按 GBZ 159 规定计算。

5.7 说明

5.7.1 本法的检出限:磷胺为 $0.1\mu\text{g}/\text{ml}$,内吸磷为 $0.075\mu\text{g}/\text{ml}$,甲基内吸磷为 $0.2\mu\text{g}/\text{ml}$,马拉硫磷为 $0.1\mu\text{g}/\text{ml}$;最低检出浓度:磷胺为 $0.02\text{mg}/\text{m}^3$ (以采集 25L 空气样品计),内吸磷为 $0.025\text{mg}/\text{m}^3$,甲基内吸磷为 $0.07\text{mg}/\text{m}^3$,马拉硫磷为 $0.03\text{mg}/\text{m}^3$ (以采集 15L 空气样品计)。测定范围:磷胺为 $0.1\sim 2\mu\text{g}/\text{ml}$,内吸磷为 $0.075\sim 2\mu\text{g}/\text{ml}$,甲基内吸磷为 $0.2\sim 2\mu\text{g}/\text{ml}$,马拉硫磷为 $0.1\sim 2\mu\text{g}/\text{ml}$ 。相对标准偏差为 $2.5\%\sim 8.5\%$ 。

5.7.2 每批马血清须测定酶的活力;在冰箱内保存时间超过一个月,也必须重新测定酶活力。

5.7.3 内吸磷标准贮备液在冰箱内保存期不能超过 3d。各种标准溶液必须当日稀释,当日使用;否则,会因水解而降低浓度。

5.7.4 反应温度和时间对测定结果影响很大,必须准确控制在 $37^\circ\text{C}\pm 0.5^\circ\text{C}$ 及 $30\text{min}\pm 0.5\text{min}$ 之内。加入三氯乙酸后,必须振摇均匀,放置使血清中蛋白质沉淀完全后再过滤,滤液必须澄清,若有混浊,必须重新过滤。滤液中加入三氯化铁后,必须强力振摇,否则产生的大量气泡会影响比色。显色以后,应在 30min 内测定完毕。
