

美国国家职业安全卫生研究所

National Institute of Occupational Safety and Health

工业卫生检测方法手册

Handbook of Industrial Hygiene Inspection Method

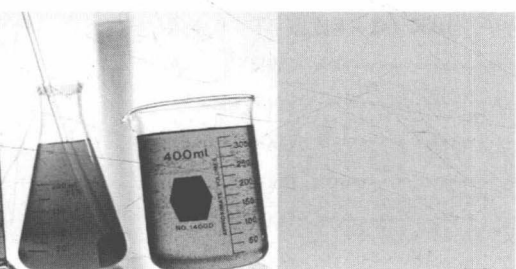
下

〔美〕美国国家职业安全卫生研究所 编 著

丁 辉 主 译

汪 彤 赵寿堂 副主译

 北京科学技术出版社



美国国家职业安全卫生研究所
National Institute of Occupational Safety and Health

工业卫生检测方法手册

Handbook of Industrial Hygiene Inspection Method

下

[美] 美国国家职业安全卫生研究所 编 著
丁 辉 主 译
汪 彤 赵寿堂 副主译

 北京科学技术出版社

目 录

(下册)

| | |
|-----------------------------|-----|
| 第三十三节 农药 | 607 |
| 速灭磷 2503 | 607 |
| 异佛尔酮 2508 | 609 |
| 异佛尔酮 2556 | 611 |
| 2,4-D 5001 | 613 |
| 2,4,5-T(见 2,4-D) 5001 | 616 |
| 华法林 5002 | 617 |
| 百草枯 5003 | 619 |
| 福美双 5005 | 621 |
| 西维因 5006 | 623 |
| 鱼藤酮 5007 | 625 |
| 除虫菊 5008 | 627 |
| 苯硫磷 5012 | 630 |
| 士的宁 5016 | 632 |
| 八氯苄烯 5039 | 634 |
| 艾氏剂 5502ALD | 636 |
| 林丹 5502LIND | 638 |
| 十氯酮 5508 | 640 |
| 氯丹 5510 | 642 |
| 五氯苯酚 5512 | 646 |
| 内吸磷 5514 | 648 |
| 多氯苯 5517 | 650 |
| 异狄氏剂 5519 | 654 |
| 有机磷农药 5600 | 656 |
| 有机磷农药 5600F | 671 |
| 有机氮农药 5601 | 687 |
| 含氯和有机氮的除草剂(空气采样) 5602 | 704 |
| 空气中的甲草胺 5603 | 713 |
| 空气中的甲基硫菌灵 5606 | 717 |
| 第三十四节 药物类化合物 | 721 |
| 利巴韦林 5027 | 721 |
| 喷他咪羟乙磺酸盐 5032 | 724 |
| 第三十五节 炸药类化合物 | 726 |
| 硝化甘油 2507 NG | 726 |
| 乙二醇二硝酸酯 2507EGDN | 729 |
| 2,4,7-三硝基苄酮 5018 | 732 |
| 第三十六节 有机金属化合物 | 734 |
| 四乙铅(以铅计) 2533 | 734 |

| | |
|---|------------|
| 四甲基铅(以铅计) 2534 | 736 |
| 有机砷化合物 5022 | 738 |
| 有机锡化合物(以锡计) 5504 | 743 |
| 甲基锡氯化物 5526 | 748 |
| 氯化三苯基锡(以锡计) 5527 | 751 |
| 第三十七节 其他有机化合物 | 754 |
| 重氮甲烷 2515 | 754 |
| 亚硝酸 2522 | 757 |
| 挥发性有机化合物(筛选) 2549 | 760 |
| 四甲基硫脲 3505 | 767 |
| 有机和无机气体的抽气式傅立叶变换红外光谱法 3800 | 769 |
| 过氧化苯甲酰 5009 | 799 |
| 亚乙基硫脲 5011 | 801 |
| 煤焦油沥青挥发物 5023 | 804 |
| 矿物油雾 5026 | 807 |
| 阿斯巴甜 5031 | 809 |
| 高吸水性树脂 5035 | 811 |
| 雌激素 5044 | 815 |
| 四羟甲基氯化磷 5046 | 819 |
| 所有种类的金属加工液(MWF) 5524 | 822 |
| | |
| 第三章 空气中金属及其化合物的检测 | 846 |
| 羰基镍 6007 | 846 |
| 铈化氢 6008 | 849 |
| 汞 6009 | 851 |
| 铝及其化合物(以铝计) 7013 | 855 |
| 钙及其化合物(以钙计) 7020 | 857 |
| 铬及其化合物(以铬计) 7024 | 860 |
| 钴及其化合物 7027 | 862 |
| 铜(尘和烟)7029 | 864 |
| 锌及其化合物(以锌计) 7030 | 867 |
| 镉及其化合物(以镉计) 7048 | 869 |
| 可溶性钡化合物 7056 | 871 |
| 钨(可溶的和不可溶的)7074 | 874 |
| 铅的火焰原子吸收光谱法 7082 | 876 |
| 铍及其化合物(以铍计) 7102 | 881 |
| 铅的 GFAAS 法 7105 | 883 |
| 元素的测定-ICP法(硝酸/高氯酸消解) 7300 | 886 |
| 元素的测定-ICP法(王水消解) 7301 | 893 |
| 元素的测定-ICP法(Hotblock/HCl/HNO ₃ 消解) 7303 | 901 |
| 氧化锌 7502 | 906 |
| 钒的氧化物 7504 | 909 |
| 硫化铅 7505 | 917 |
| 六价铬 7600 | 921 |
| 六价铬的离子色谱法 7605 | 924 |
| 铅的便携式超声洗脱/阳极溶出伏安法 7701 | 928 |
| 铅的现场便携式 X 射线荧光光谱法(XRF) 7702 | 930 |

| | |
|--|-------------|
| 六价格的现场便携式分光光度法 7703 | 933 |
| 空气中铍的现场便携式荧光法 7704 | 937 |
| 第四章 空气中非金属及其化合物的检测 | 942 |
| 二硫化碳 1600 | 942 |
| 砷化氢 6001 | 945 |
| 磷化氢 6002 | 948 |
| 二氧化硫 6004 | 951 |
| 碘 6005 | 954 |
| 乙硼烷 6006 | 957 |
| 氰化氢 6010 | 959 |
| 溴 6011 | 963 |
| 氯 6011 | 966 |
| 磺酰氟 6012 | 970 |
| 硫化氢 6013 | 972 |
| 一氧化氮和二氧化氮 6014 | 975 |
| 氨 6015 | 977 |
| 氨的离子色谱法 6016 | 981 |
| 氰化氢 6017 | 984 |
| 三氯化磷 6402 | 987 |
| 一氧化二氮 6600 | 989 |
| 氧气 6601 | 991 |
| 六氟化硫的便携式气相色谱法 6602 | 993 |
| 二氧化碳 6603 | 996 |
| 一氧化碳 6604 | 998 |
| 二氧化氮(扩散式采样管) 6700 | 999 |
| 碳化硼 7506 | 1002 |
| 砷及其化合物(以砷计,AsH ₃ 及As ₂ O ₃ 除外) 7900 | 1007 |
| 三氧化二砷(以砷计) 7901 | 1009 |
| 氟化物(气溶胶和气体)的离子选择性电极法 7902 | 1012 |
| 无机酸 7903 | 1015 |
| 氟化物(气溶胶和气体) 7904 | 1019 |
| 磷 7905 | 1021 |
| 氟化物(气溶胶和气体)的离子色谱法 7906 | 1024 |
| 第五章 空气中粉尘的检测 | 1028 |
| 其他粉尘,总尘 0500 | 1028 |
| 其他粉尘,呼尘 0600 | 1030 |
| 炭黑 5000 | 1034 |
| 柴油机粉尘(以元素碳计)5040 | 1036 |
| 苯溶物和总颗粒物(沥青烟)5042 | 1040 |
| 石棉和其他纤维的相差显微镜法(PCM)7400 | 1045 |
| 碱尘 7401 | 1055 |
| 石棉的透射电子显微镜法(TEM) 7402 | 1058 |
| 纤维素绝缘材料 7404 | 1063 |
| 结晶型二氧化硅—XRD(滤膜再沉积) 7500 | 1067 |
| 无定形二氧化硅 7501 | 1075 |

| | |
|---|-------------|
| 结晶型二氧化硅(VIS法) 7601 | 1081 |
| 结晶型二氧化硅的IR(KBr压片)法 7602 | 1085 |
| 煤矿粉尘中石英的IR(再沉积)法 7603 | 1090 |
| 石棉,温石棉(XRD法) 9000 | 1094 |
| 石棉(定性样品)—偏光显微镜法 9002 | 1099 |
| 第六章 生物样品的检测 | 1106 |
| 室内空气中生物气溶胶的采样(可培养的生物体:细菌、真菌、嗜热放线菌) 0800 | 1106 |
| 空气中传播的结核杆菌 0900 | 1107 |
| 血液中的五氯苯酚 8001 | 1109 |
| 血液中的甲乙酮、乙醇和甲苯 8002 | 1111 |
| 血液和尿中的铅 8003 | 1114 |
| 血清中的多氯联苯 8004 | 1116 |
| 血液或组织中元素的测定 8005 | 1119 |
| 尿中的马尿酸 8300 | 1124 |
| 尿中的马尿酸和甲基马尿酸 8301 | 1126 |
| 尿中的4,4'-二氨基-3,3'-二氯二苯甲烷 8302 | 1129 |
| 尿中的五氯苯酚 8303 | 1132 |
| 尿中的联苯胺(筛选试验) 8304 | 1135 |
| 尿中的苯酚和对甲酚 8305 | 1137 |
| 尿中的联苯胺 8306 | 1139 |
| 尿中的氟化物 8308 | 1142 |
| 尿中金属元素的测定 8310 | 1144 |
| 尿中的三嗪类除草剂及其代谢产物 8315 | 1148 |
| 尿中的正丁氧基乙酸 8316 | 1153 |
| 尿中的苯胺和邻甲苯胺 8317 | 1156 |
| 第七章 擦拭样品和沉降尘样品等的检测 | 1162 |
| 皮肤贴片中的代森锰 3600 | 1162 |
| 洗手液中的代森锰 3601 | 1166 |
| 表面擦拭样品中的铅 9100 | 1169 |
| 沉降尘样品中的六价铬 9101 | 1169 |
| 擦拭样品中元素的测定 9102 | 1170 |
| 沉降尘擦拭样品中的铅—化学简易分析法(Chemical Spot Test) 9105 | 1174 |
| 擦拭样品中的脱氧麻黄碱和毒品、前体物和掺杂物——液液萃取法 9106 | 1176 |
| 擦拭样品中的脱氧麻黄碱和毒品、前体物和掺杂物——固相萃取法 9109 | 1202 |
| 表面擦拭样品中的铍——现场便携式荧光法 9110 | 1232 |
| 擦拭样品中的脱氧麻黄碱——液相色谱/质谱法 9111 | 1237 |
| 含氯和有机氮除草剂(洗手液) 9200 | 1244 |
| 含氯和有机氮除草剂(皮肤贴片) 9201 | 1252 |
| 洗手液中的克菌丹和甲基硫菌灵 9202 | 1260 |
| 皮肤贴片上的克菌丹和甲基硫菌灵 9205 | 1262 |
| 附录 术语缩写及解释 | 1266 |
| 1. 中英文缩写 | 1266 |
| 2. 部分术语解释 | 1268 |

第三十三节 农药

速灭磷 2503

| | | | | |
|--|--|---|------------------------------------|---------|
| $(\text{CH}_3\text{O})_2\text{PO}_2\text{C}(\text{CH}_3) = \text{CHC}(\text{O})\text{OCH}_3$; $\text{C}_7\text{H}_{13}\text{O}_6\text{P}$ | | 相对分子质量:224.27 | CAS号:-- | RTECS号: |
| 方法:2503,第二次修订 | | B级 | 第一次修订:1984.2.15 第二次修订:1992.8.15 | |
| OSHA:0.01ppm(皮) NIOSH:第I类农药 ^[1] ACGIH:0.1mg/m ³ (皮);0.3mg/m ³ STEL (常温常压下,1ppm=9.16mg/m ³) | | 性质:液体;密度1.25g/ml(20℃);沸点325℃;熔点20.6℃;饱和蒸气压0.4Pa(0.003mmHg,4ppm)(20℃) | | |
| 英文名称:mevinphos;dimethyl 2-methoxycarbonyl-1-methylethenyl phosphate; phosdrin;CAS#7786-34-7 | | | | |
| 采样 采样管:固体吸附剂管(提纯过的 Chromosorb 102,前段100mg/后段50mg) 采样流量:0.2~1L/min 最小采样体积:15L 最大采样体积:240L 运输方法:常规 样品稳定性:至少7天(25℃) ^[2] 样品空白:每批样品2~10个样品空白 | | 分析 分析方法:气相色谱法;火焰光度检测器 待测物:磷 解吸方法:1ml 甲苯;解吸30分钟 进样体积:5μl 气化室温度:190℃ 检测器温度:215℃ 柱温:170℃ 载气:氮气或者氦气,28ml/min 色谱柱:玻璃柱,2m×2mm;填充 Super-Pak 20M 或等效的色谱填料 标准溶液:速灭磷的甲苯溶液 测定范围:每份样品5~55μg ^[2] 检出限:每份样品0.2μg ^[2] 准确度(\bar{S}_r):0.035 ^[2] | | |
| 准确性 研究范围:0.027~0.145mg/m ³ ^[2] (260L样品) 偏差:不明显 ^[2] 总体精密密度(\bar{S}_{IT}):0.069 ^[2] | | | | |
| 适用范围: 采样体积为200L时,测定范围是0.003~0.3ppm(0.025~0.28mg/m ³)。本法可测量<0.4mg/m ³ 的STEL浓度 干扰因素: 不确定 | | | | |
| 其他方法: 本法是方法S296 ^[3] 的修订版 | | | | |
| 试剂 1. 速灭磷:分析纯* 2. 甲苯:试剂级 3. 标准储备液:5mg/ml。将50mg的速灭磷溶于10ml 甲苯。一式两份 4. 氮气:高纯 5. 氦气:净化 6. 空气:过滤 7. 提纯过的树脂:于索氏提取器中,加入体积比(v/v)为1:1 甲醇/丙酮溶液和20~40目的 Chromosorb 102 (Johns Manville Corp. 或等效的吸附剂),提取2小时,在115℃下真空干燥1小时 | | 仪器 1. 采样管:玻璃管,长10cm,外径8mm,内径6mm。两端熔封,内装提纯过的树脂(前段100mg/后段50mg),中间和两端装填硅烷化玻璃棉,用于分开和固定两段吸附剂。流量为1L/min时,采样管阻力必须低于3.4kPa。亦可购买市售采样管 2. 个体采样泵:流量0.2~1L/min,配有连接软管 3. 气相色谱仪:火焰光度检测器,积分仪和色谱柱(方法2503) 4. 溶剂解吸瓶:带聚四氟乙烯内衬的瓶盖,10ml 5. 注射器:1~100μl 6. 容量瓶:10ml 7. 移液管:1ml,带洗耳球 | | |
| 特殊防护措施: 速灭磷是一种胆碱酯酶抑制剂,可经皮吸收。处理纯速灭磷时,应戴上防护手套和穿合适的防护服 | | | | |

注:* 见特殊防护措施。

采样

1. 串联一个有代表性的采样管来校准个体采样泵。
2. 采样前折断采样管两端,用软管连接至个体采样泵。
3. 在 0.2 ~ 1L/min 范围内,以已知流量采集 15 ~ 240L 空气样品。
4. 用塑料帽(非橡胶)密封采样管,包装后运输。

样品处理

5. 除去玻璃棉,将采过样的两段吸附剂分别倒入溶剂解吸瓶中。
6. 于溶剂解吸瓶中各加入 1.0ml 甲苯,密封。
7. 解吸 30 分钟,不时振摇。

标准曲线绘制与质量控制

8. 在每份样品 0.2 ~ 55 μ g 速灭磷的范围内,配制至少 5 个浓度的标准系列,绘制标准曲线。
 - a. 于 10ml 容量瓶中,加入适量的甲苯,再加入已知量的标准储备液,最后用甲苯稀释至刻度。
 - b. 与样品和空白一起进行分析(步骤 11,12)。
 - c. 以峰面积对速灭磷含量(μ g)绘制标准曲线。
9. 每批 Chromosorb 102 至少测定一次解吸效率(DE)。在标准曲线范围内选择 5 个不同浓度,每个浓度测定 3 个样品。另测定 3 个空白采样管。
 - a. 去掉采样管后段吸附剂。
 - b. 用微量注射器将已知量的标准储备液直接注射至前段吸附剂上。
 - c. 密封采样管,放置过夜。
 - d. 解吸(步骤 5 ~ 7)并与标准系列一起进行分析(步骤 11,12)。
 - e. 以解吸效率对速灭磷回收量(μ g)绘制解吸效率曲线。
10. 分析 3 个样品加标质控样和 3 个加标样品,以确保标准曲线和解吸效率曲线在可控范围内。

样品测定

11. 根据仪器说明书和方法 2503 给出的条件设置气相色谱仪。使用溶剂冲洗技术手动进样或自动进样器进样。

注意:若峰面积超出标准曲线的线性范围,用甲苯稀释后重新分析,计算时乘以相应的稀释倍数。

12. 测定峰面积。

计算

13. 按下式计算空气中速灭磷的浓度 C (mg/m^3):

$$C = \frac{W_f + W_b - B_f - B_b}{V}$$

式中: W_f ——样品采样管前段吸附剂中速灭磷的含量(μ g);
 W_b ——样品采样管后段吸附剂中速灭磷的含量(μ g);
 B_f ——空白采样管前段吸附剂中速灭磷的平均含量(μ g);
 B_b ——空白采样管后段吸附剂中速灭磷的平均含量(μ g);
 V ——采样体积(L)。

注意:式中速灭磷的含量已用解吸效率校正。如果 $W_b > W_f/10$,则表示发生穿透,记录该情况及样品损失量。

方法评价

方法 S296^[3]发表于 1979 年 7 月 6 日,该方法在 25 $^{\circ}$ C、0.027 ~ 0.145 mg/m^3 浓度范围、240L 采样体积的条件下,已经过验证^[2,4]。总体精密度 \hat{S}_{rT} 为 0.0694,平均回收率为 103.9%,无明显的偏差。用气泡吸收管(吸收液为甲苯)采集发生气,并用 GC/FPD 验证速灭磷的浓度。在每份样品 7.0 ~ 40.0 μ g 的范围内,解吸效率为 1.04。在相对湿度 80% 下,以 1.0L/min 流量采集浓度为 0.195 mg/m^3 的气体,采样 376 分钟时,穿透率仅为 0.6%^[2]。

参考文献

- [1] Criteria for a Recommended Standard. . . Occupational Exposure During the Manufacture and Formulation of Pesticides, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78 - 174 (1978).
- [2] Backup Data Report No. S296, Phosdrin, prepared under NIOSH Contract No. 210 - 76 - 0123 (July, 1979), available as Order No. PB 81 - 228983 from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 6, S296, U. S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 80 - 125 (1980).
- [4] NIOSH Research Report - Development and Validation of Methods for Sampling and Analysis of Workplace Toxic Substances, U. S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 80 - 133 (1980).

方法作者

Eugene R. Kennedy, Ph. D., NIOSH/DPSE; S296 originally validated under NIOSH Contract No. 210 - 76 - 0123.

异佛尔酮 2508

| | | | |
|---|---------------|---|------------------------------------|
| C ₉ H ₁₄ O | 相对分子质量:138.21 | CAS号:78-59-1 | RTECS号:GW7700000 |
| 方法:2508, 第二次修订 | | 方法评价情况:完全评价 | 第一次修订:1984.5.15 第二次修订:1994.8.15 |
| OSHA:25ppm NIOSH:4ppm; 第Ⅲ类农药 ACGIH:C 5ppm (常温常压下, 1ppm = 5.65mg/m ³) | | 性质:液体; 密度 0.923g/ml (25℃); 沸点 213℃; 饱和蒸气压 26kPa (0.2mmHg); 260ppm(20℃); 空气中爆炸极限 0.8% ~ 3.8% (v/v) | |
| 英文名称: isophorone; 3,5,5-trimethyl-2-cyclohexen-1-one | | | |
| 采样 采样管: 固体吸附剂管(石油基活性炭, 前段 100mg/后段 50mg) 采样流量: 0.01 ~ 1L/min 最小采样体积: 2L(25mg/m ³) 最大采样体积: 25L 运输方法: 常规 样品稳定性: 至少 7 天(25℃) 样品空白: 每批样品 2 ~ 10 个样品空白 | | 分析 分析方法: 气相色谱法; 氢火焰离子化检测器 待测物: 异佛尔酮 解吸方法: 1ml CS ₂ ; 解吸 30 分钟 进样体积: 5μl 气化室温度: 200℃ 检测器温度: 250℃ 柱温: 160℃ 载气: 氮气或氦气, 30ml/min | |
| 准确性 研究范围: 67 ~ 283mg/m ³ ^[1] (180L 样品) 准确度: ± 15.3% 偏差: 5.0% 总体精密密度(\bar{S}_T): 0.059 ^[1] | | 色谱柱: 玻璃柱, 4m × 3mm; 100 ~ 120 目 Supelcoport, 其上涂渍 10% P2100/0.1% 聚乙二醇 1500 或等效的色谱柱 定量标准: CS ₂ 中的异佛尔酮标准溶液 测定范围: 每份样品 0.2 ~ 10mg ^[2] 估算检出限: 每份样品 0.02mg 精密密度(\bar{S}_T): 0.033 ^[1,2] | |
| 适用范围: 采样体积为 12L 时, 测定范围为 0.35 ~ 70ppm (2 ~ 400mg/m ³)。相对湿度高会极大地降低穿透容量 | | | |
| 干扰因素: 未确定。也可用色谱柱: 10% SP-1000 或 DB-2 熔融石英毛细管柱 | | | |
| 其他方法: 本法与方法 S367 使用不同的色谱柱, 其他条件相同 ^[2] | | | |

续表

| 试剂 | 仪器 |
|--|--|
| 1. CS ₂ : 色谱纯* 2. 异佛尔酮* 3. 氮气或氦气: 高纯 4. 氢气: 净化 5. 空气: 过滤 | 1. 采样管: 玻璃管, 长 7cm, 外径 6mm, 内径 4mm。两端熔封, 内装 20/40 目石油基活性炭(前段 100mg/后段 50mg), 中间用 2mm 聚氨酯泡沫隔开。前端装填硅烷化的玻璃棉, 尾端装填 3mm 聚氨酯泡沫。空气流量为 1L/min 时, 采样管阻力必须低于 3.4kPa。亦可购买市售采样管 2. 个体采样泵: 配有连接软管, 流量 0.01 ~ 1L/min 3. 气相色谱仪: 氢火焰离子化检测器, 积分仪和色谱柱(方法 2508) 4. 溶剂解吸瓶: 2ml, 带聚四氟乙烯内衬的瓶盖 5. 注射器: 10μl, 精确到 0.1μl 6. 容量瓶: 10ml 7. 移液管: 1ml, 带洗耳球 |
| 特殊防护措施: CS ₂ 极易易燃易爆(闪点 -30℃)。使用时应在通风橱内进行。异佛尔酮是一种催泪瓦斯 ^[3] ; 使用时应特别小心并在通风橱内操作 | |

注: * 见特殊防护措施。

采样

1. 串联一个有代表性的采样管来校准个体采样泵。
2. 采样前折断采样管两端, 用软管连接至个体采样泵。
3. 在 0.01 ~ 1.0L/min 范围内, 以已知流量采集 2 ~ 25L 空气样品。
4. 用塑料帽(非橡胶)密封采样管两端, 包装安全后运输。

样品处理

5. 除去玻璃棉和聚氨酯泡沫, 将采过样的两段吸附剂分别倒入溶剂解吸瓶中。
6. 于溶剂解吸瓶中各加入 1.0ml CS₂, 拧紧瓶盖。
7. 解吸 30 分钟, 不时振摇。

标准曲线绘制与质量控制

8. 在 0.02 ~ 10mg 范围内, 配制至少 6 个浓度的异佛尔酮标准系列, 绘制标准曲线。
 - a. 于 10ml 容量瓶中, 加入适量的 CS₂, 再加入已知量的异佛尔酮, 最后用 CS₂ 稀释至刻度。
 - b. 与样品和空白一起进行分析(步骤 11, 12)。
 - c. 以峰面积对异佛尔酮的含量(mg)绘制标准曲线。
9. 在标准曲线范围(步骤 8)内, 每批活性炭至少测定一次解吸效率(DE)。选择 5 个不同浓度, 每个浓度测定 3 个样品。另测定 3 个空白采样管。
 - a. 去掉空白采样管后段吸附剂。
 - b. 用微量注射器将已知量异佛尔酮直接注入采样管的前段吸附剂。
 - c. 封闭采样管两端, 放置过夜。
 - d. 解吸(步骤 5 ~ 7)并与标准系列一起分析(步骤 11, 12)。
 - e. 以解吸效率对异佛尔酮的回收量(mg)绘制解吸效率曲线。
10. 分析 3 个样品加标质控样和 3 个质控样品, 以确保标准曲线和解吸效率曲线在可控范围内。

样品测定

11. 根据仪器说明书和方法 2508 中给出的条件设置气相色谱仪。使用溶剂冲洗技术手动进样或自动进样器进样。

注意: 若峰面积超出标准曲线的线性范围, 用 CS₂ 稀释后重新分析, 计算时乘以相应的稀释倍数。

12. 测定峰面积。

计算

13. 按下式计算空气中异佛尔酮的浓度 C(mg/m³):

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V}$$

式中: W_f ——样品采样管前段吸附剂中异佛尔酮的含量(mg);
 W_b ——样品采样管后段吸附剂中异佛尔酮的含量(mg);
 B_f ——空白采样管前段吸附剂中异佛尔酮的平均含量(mg);
 B_b ——空白采样管后段吸附剂中异佛尔酮的平均含量(mg);
 V ——采样体积(L)。

注意:上式中异佛尔酮的含量均已用解吸效率校正。若 $W_b > W_f/10$,则表示发生穿透,记录该情况及样品损失量。

方法评价

方法 S367^[2] 在浓度为 69 ~ 304 mg/m³, 采样 12L 的条件下进行了方法评价^[1]。总体精密密度 \bar{S}_{IT} 为 0.059, 平均解吸效率为 104.9%, 无明显的偏差。测试气体浓度用总烃分析仪单独验证。在每份样品 0.849 ~ 3.40 mg 范围, 解吸效率为 0.860。以 0.19 L/min 的流量采集浓度为 283 mg/m³ 的待测物气体 240 min, 未发生穿透现象, 此时停止穿透容量试验。样品在室温下至少可保存 1 周。

参考文献

- [1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S367 - 1 to S367 - 6, U. S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 77 - 185 (1977).
- [2] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 3, S367, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77 - 157 - C (1977).
- [3] Criteria for a Recommended Standard... Occupational Exposure to Ketones, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78 - 173 (1978).

方法作者

Ardith Grote, NIOSH/DPSE; S367 originally validated under NIOSH Contract CDC - 99 - 74 - 45.

异佛尔酮 2556

| | | | |
|--|---|--------------|------------------|
| C ₉ H ₁₄ O | 相对分子质量:138.21 | CAS号:78-59-1 | RTECS号:GW7700000 |
| 方法:2556,第一次修订 | | 方法评价情况:部分评价 | 第一次修订:2003.3.15 |
| OSHA:25ppm NIOSH:4ppm;第Ⅲ类农药 ACGIH:C 5ppm(动物致癌物) | 性质:液体;密度 0.923g/ml (25℃);沸点 213℃;饱和蒸气压 26kPa (0.2mmHg,260ppm)(20℃) | | |
| 英文名称:isophorone; 3,5,5-trimethyl-2-cyclohexen-1-one | | | |
| 采样 采样管:固体吸附剂管(XAD-4,前段80mg/后段40mg) 采样流量:0.01~1L/min 最小采样体积:2L(在25ppm下) 最大采样体积:25L 运输方法:冷藏运输 样品稳定性:至少14天(5℃) 样品空白:每批样品2~10个样品空白 | 分析 分析方法:气相色谱法;氢火焰离子化检测器 待测物:异佛尔酮 解吸方法:1ml乙醚;放置30分钟,涡旋1.5小时 进样体积:1μl 气化室温度:240℃ 检测器温度:300℃ 柱温:50℃(保持0.5分钟)~225℃(升温速率10℃/min) 载气:氮气,3.0ml/min 色谱柱:熔融石英毛细管柱,30m×0.32mm(内径);膜厚1μm,涂敷交联聚乙二醇,用于测定酸性化合物 标准溶液:乙醚中的异佛尔酮标准溶液 测定范围:每份样品6~831μg ^[1] 估算检出限:每份样品1.0μg ^[1] 精密密度(\bar{S}_r):0.01 ^[1] | | |
| 准确性 研究范围:未研究 偏差:未测定 总体精密密度(\bar{S}_{IT}):未测定 准确度:未测定 | | | |

续表

适用范围: 采样体积为 25L 时, 其测定范围是 0.042 ~ 5.88ppm (0.24 ~ 33.2mg/m³)。较高的湿度可能会大大减小样品穿透体积

干扰因素: 未测定

其他方法: 为检测低异佛尔酮浓度的空气样品而制定了本法。方法 NMAM 2508 也用于检测异佛尔酮^[2,3], 它以 NMAM 第二版方法 S367 为基础, 该方法中用石油基活性炭吸附剂管为采样管, 填充柱作为色谱柱, 用气相色谱柱进行分析

试剂

1. 乙醚: 色谱纯*
2. 异佛尔酮*
3. 氦气: 高纯
4. 氢气: 净化
5. 空气: 过滤

仪器

1. 采样管: 玻璃管, 长 7cm, 外径 6mm, 内径 4mm。两端熔封, 内装 20 ~ 40 目的 XAD-4 (前段 80mg/后段 40mg), 用 2mm 聚氨酯泡沫隔开。前端装填硅烷化的玻璃棉, 尾端装填 3mm 聚氨酯泡沫。空气流量为 1L/min 时, 采样管阻力必须低于 3.4kPa。亦可购买市售采样管
2. 个体采样泵: 配有连接软管, 流量 0.01 ~ 1L/min
3. 气相色谱仪: 氢火焰离子化检测器, 积分仪, 去活的衬管和 Stabilwax - DA 色谱柱, 或等效的色谱柱 (方法 2556)
4. 溶剂解吸瓶: 用于自动进样, 2ml, 带聚四氟乙烯内衬的瓶盖
5. 注射器: 10, 25, 250 μ l, 精确到 0.1 μ l
6. 容量瓶: 10ml
7. 移液管: 3ml 和 5ml
8. 冰袋: 用于运输
9. 机械式混旋器

特殊防护措施: 乙醚挥发性很高, 且极易燃易爆, 所有操作应在通风橱中进行。异佛尔酮是一种催泪剂^[2], 使用时应十分小心且所有操作应在通风橱中进行

注: * 见特殊防护措施。

采样

1. 串联一个有代表性的采样管来校准个体采样泵。
2. 采样前折断采样管两端, 用软管连接至个体采样泵。
3. 在 0.01 ~ 1.0L/min 的范围内, 以已知流量采集 2 ~ 25L 空气样品。
4. 用塑料帽 (非橡胶) 密封采样管, 包装后运输。

样品处理

5. 除去聚氨酯泡沫, 将采样管中前段吸附剂 (包括玻璃棉) 与后段吸附剂分别倒入溶剂解吸瓶中。
6. 于溶剂解吸瓶中各加入 1.0ml 乙醚, 密封。
7. 解吸 30 分钟, 不时振摇。机械式混旋器上涡旋 1.5 小时。

标准曲线绘制与质量控制

8. 在每份样品 6 ~ 831 μ g 异佛尔酮的范围内, 配制至少 6 个浓度的标准系列绘制标准曲线。
 - a. 于 10ml 容量瓶中, 加入适量的解吸溶剂, 再加入已知量的异佛尔酮, 最后用解吸溶剂稀释至刻度。
 - b. 与样品和空白一起进行分析 (步骤 11, 12)。
 - c. 以峰面积对异佛尔酮的含量 (μ g) 绘制标准曲线。
9. 每批 XAD-4 至少测定一次解吸效率 (DE), 在标准曲线范围 (步骤 9) 内选择 5 个不同浓度, 每个浓度测定 3 个样品。另测定 3 个空白采样管。
 - a. 去掉空白采样管后段吸附剂。
 - b. 用微量注射器将已知量的异佛尔酮直接注射至前段吸附剂上。
 - c. 封闭采样管两端, 放置过夜。
 - d. 解吸 (步骤 5 ~ 7) 并与标准系列一起进行分析 (步骤 11, 12)。
 - e. 以解吸效率对异佛尔酮回收量 (mg) 绘制标准曲线。
10. 分析 3 个样品加标质控样和 3 个加标样品, 以确保标准曲线和解吸效率曲线在可控范围内。

样品测定

11. 根据仪器说明书和方法 2556 给出的条件设置气相色谱仪。使用溶剂冲洗技术手动进样或自动进

样器进样。

注意:若峰面积超出标准曲线的线性范围,用解吸溶剂稀释后重新分析,计算时乘以相应的稀释倍数。

12. 测定峰面积。

计算

13. 按下式计算空气中异佛尔酮的浓度 $C(\text{mg}/\text{m}^3)$:

$$C = \frac{W_f + W_b - B_f - B_b}{V}$$

式中: W_f ——样品采样管前段吸附剂中异佛尔酮的含量(μg);

W_b ——样品采样管后段吸附剂中异佛尔酮的含量(μg);

B_f ——空白采样管前段吸附剂中异佛尔酮的平均含量(μg);

B_b ——空白采样管后段吸附剂中异佛尔酮的平均含量(μg);

V ——采样体积(L)。

注意: $1\mu\text{g}/\text{L} = 1\text{mg}/\text{m}^3$ 。上式中异佛尔酮的含量已用解吸效率校正。若 $W_b > W_f/10$,则表示发生穿透,记录该情况及样品损失量。

方法评价

在高浓度(849 ~ 3400 μg)范围,用 NIOSH 中 NMAM 2508 方法检测异佛尔酮,其平均解吸效率为 86%^[1]。虽然该结果在可接受范围内,但是在低浓度下用本法检测,其回收率很可能低于可接受范围。因此,为了提高解吸效率并对低浓度下的异佛尔酮进行分析而制定了本法。

1987年,Levin 和 Carleborg 报道:用乙醚作为解吸溶剂可以在 750 μg 浓度水平上将异佛尔酮从 XAD 聚合物吸附剂中洗脱下来并定量分析^[4]。最初使用该方法时,回收率会变动,且峰的分度度低。之后用 Stabilwax - DA 熔融石英毛细管色谱柱,且在气相色谱仪进样口用去活的衬管,解决了分度度低的问题。该去活的衬管在进样 35 ~ 40 次后需要更换。此外,在样品中加入乙醚后要置于机械式混旋器上涡旋 1.5 小时。这样可使 55 ~ 831 μg 浓度范围内的平均回收率提高到 94.1%,而其 LOD 降低到每份样品 1 μg 。在 0.15 倍 REL 浓度下,向采样管中加标异佛尔酮,在 5 $^{\circ}\text{C}$ 下储存 30 天后,样品仍稳定(回收率 89%)。

参考文献

- [1] Pendergrass SM, Moody E [2000] Backup Data Report for Isophorone: Method 2556. NIOSH, DART, CEMB (unpublished).
- [2] NIOSH [1994]. NMAM Method 2508: Isophorone. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th edition. Cincinnati, OH: U. S. Department of Health and Human Services, Public Health Service, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health. DHHS (NIOSH) Publication No. 94 - 113.
- [3] NIOSH [1977]. NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 3, S367, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77 - 157 - C.
- [4] Levin JO, Carleborg L [1987]. Evaluation of Solid Sorbents for Sampling Ketones in Work - Room Air, Ann. Occup. Hyg., Vol. 21(1):31 - 38.

方法作者

Stephanie Pendergrass and Erin Moody, NIOSH/DART.

2,4 - D 5001

| | | | |
|---|---------------|--------------|------------------------------------|
| $\text{C}_8\text{H}_6\text{Cl}_2\text{O}_3$ | 相对分子质量:221.04 | CAS号:94-75-7 | RTEC号:AG6825000 |
| 方法:5001,第二次修订 | | 方法评价情况:完全评价 | 第一次修订:1984.2.15 第二次修订:1994.8.15 |

续表

| | |
|---|---|
| OSHA:10mg/m ³ NIOSH:10mg/m ³ ACGIH:10mg/m ³ | 性质:固体;熔点 138℃ (2,4,5-T);饱和蒸气压无意义 |
| 英文名称: 2,4-D: (2,4-dichlorophenoxy) acetic acid; hedonal; trinoxol | |
| 采样 采样管:滤膜(玻璃纤维滤膜,无黏合剂) 采样流量:1~3L/min 最小采样体积:15L(在 10mg/m ³ 下) 最大采样体积:200L 运输方法:常规 样品稳定性:至少 1 周(25°C) 样品空白:每批样品 2~10 个样品空白 | 分析 分析方法:高效液相色谱法(HPLC),紫外检测器(UV) 待测物:2,4-D 阴离子 洗脱方法:15ml CH ₃ OH 洗脱;静置 30 分钟 进样体积:50μl 洗脱液:0.001M NaClO ₄ -0.001M Na ₂ B ₄ O ₇ 流速:1.7ml/min 检测器:UV(284nm) |
| 准确性 研究范围:5~20mg/m ³ [1,2] (100L 样品) 偏差:-1.26% 总体精密度(\hat{S}_{rT}):0.051 (2,4-D)[1] 准确度:±10.21% | 色谱柱:不锈钢柱,50cm×2mm(内径);填充 Zipax SAX(DuPont),室温,6900kPa(1000psi) 定量标准:甲醇中的待测物标准溶液 测定范围:每份样品 0.15~2mg 估算检出限:每份样品 0.015mg ^[1] 精密度(\bar{S}_r):0.01 ^[1] |
| 适用范围: 本法可用于测定 2,4-D,2,4,5-T 及其盐,但不能测定它们的酯。当采样体积为 100L 时,其测定范围是 1.5~20mg/m ³ | |
| 干扰因素: 任何一种酯类化合物均不会产生干扰,但是要求使用预柱来防止高效液相色谱柱的性能退化 | |
| 其他方法: 本法结合并修订了方法 S279 ^[3] 和方法 S303 ^[3] ,除了洗脱液组成和紫外测量波长不同外,其他均相同 | |
| 试剂 1. 2,4-二氯苯氧基乙酸* 2. 2,4,5-三氯苯氧基乙酸* 3. 甲醇:HPLC 级 4. LC 洗脱液 a. 2,4-D:0.001N NaClO ₄ 和 0.001N Na ₂ B ₄ O ₇ 。加入 0.122g NaClO ₄ 和 0.381g Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O 于 1L 的容量瓶中。用去离子水稀释至刻度。将溶液混匀,过滤并脱气 b. 2,4,5-T:0.003M NaClO ₄ 和 0.001M Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O。加入 0.366g NaClO ₄ 和 0.381g Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O 于 1L 的容量瓶中。用去离子水稀释至刻度。将溶液混匀,过滤并脱气 5. 压缩空气或高纯氮气:用于干燥注射器 6. 无水乙醇 7. 丙酮 8. 400μg/ml 标准储备液。溶解 0.400g 2,4-D 或 2,4,5-T 于甲醇中,用甲醇稀释至 1L 9. 回收率储备溶液 a. 溶解 0.248g 2,4-D 于甲醇中。用甲醇稀释至 10ml b. 溶解 0.250g 2,4,5-T, 三乙胺盐于丙酮中(或 0.250g 2,4,5-T 于甲醇中),用丙酮稀释至 10ml 注意:2,4,5-T 使用与空气样品中相同的形式(如酸或盐。)回收率可能因化学形式而不同 | 仪器 1. 采样管:玻璃纤维滤膜,无黏合剂,置于 37mm 聚苯乙烯两层式滤膜夹中(Gelman 型 AE 或其他等效产品) 2. 个体采样泵:流量 1~3L/min,配有连接软管 3. 高效液相色谱仪:UV 检测器,284nm(2,4-D)和 289nm(2,4,5-T),积分仪和色谱柱(方法 5001) 4. 聚四氟乙烯滤膜:5μm、直径 13mm,置于 Swinny 不锈钢(13mm)过滤装置中 5. 镊子 6. 注射器:20ml,鲁尔接口# 7. 玻璃溶剂解吸瓶:20ml# 8. 容量瓶:各种规格,用于标准溶液的制备# |
| 特殊防护措施: 2,4-D 和 2,4,5-T 是可疑动物致癌物 ^[4] 。2,3,7,8-四氯苯-1,4-二噁英已经被证实是 2,4,5-T 中的杂质。避免接触这些物质 | |

注:* 见特殊防护措施。#所有玻璃器皿均用清洁剂洗涤,用自来水和蒸馏水彻底洗净。

采样

1. 串联一个有代表性的采样管来校准个体采样泵。
2. 在 1 ~ 3L/min 的范围内,以已知流量采集 15 ~ 200L 空气样品。滤膜上总粉尘的增量不得超过 2mg。
3. 获取存在于空气样品中的待测物的化学形态的信息(如:酯、盐或游离酸)。

样品处理

4. 用干净的镊子将滤膜从滤膜夹中取出,并放入 20ml 溶剂解吸瓶中。
5. 加入 15ml 甲醇并涡旋混匀。静置 30 分钟。
6. 过滤样品。
 - a. 将样品溶液倒入到与 5 μ m PTFE 过滤装置相连的 20ml 注射器中。
 - b. 将样品过滤到干净的溶剂解吸瓶中。
 - c. 用甲醇反冲洗 PTFE 滤膜。用甲醇冲洗注射器和活塞。用空气或氮气干燥。

标准曲线绘制与质量控制

7. 配制至少 5 个浓度的标准系列,绘制标准曲线。
 - a. 于容量瓶中,加入一定量的标准储备液,用甲醇稀释至 10ml。
 - b. 分析标准系列(步骤 9,10)。
 - c. 以峰面积对 2,4-D 或 2,4,5-T 含量(mg)绘制标准曲线。
8. 选择 4 个浓度水平,每个浓度水平至少制备 4 个介质空白加标样品,用于测定回收率。
 - a. 向介质空白中加入一定量的回收率储备溶液。
 - b. 对由回收率储备溶液制备的标准样品进行分析。
 - c. 计算回收率 R, $R = \text{回收量(mg)} / \text{加入量(mg)}$ 。

样品测定

9. 根据方法 5001 给出的条件设置测定 2,4-D 或 2,4,5-T 的色谱条件。
10. 进样 50 μ l,两次。两次进样之间冲洗并干燥注射器。

注意:不管空气样品中含有的是 2,4-D 和 2,4,5-T 的盐还是游离酸的形式,待测物均为氯化的苯氧乙酸。2,4-D 和 2,4,5-T 的酯不能从 HPLC 色谱柱中洗脱,且若大量存在,会损坏 HPLC 色谱柱。如果已知有酯存在,用 Zipax SAX 预柱保护主柱。样品的制备条件应温和,从而防止酯的水解。

计算

11. 按下式计算空气中 2,4-D 或 2,4,5-T 的浓度 C (mg/m^3):

$$C = \frac{(W - B) \times 10^3}{V}$$

式中:W——样品中待测物的含量(mg);

B——介质空白中待测物的平均含量(mg);

V——采样体积(L)。

注意:上式中待测物的含量已用解吸效率校正。

方法评价

方法 S279 (2,4-D) 和 S303 (2,4,5-T) 分别发表于 1978 年 2 月 17 日和 1978 年 3 月 17 日^[3],并在采样体积为 100L 时进行了验证^[1,2,5]。S279 用 2,4-D 二甲胺盐、S303 用 Weedar Amine BK (Amchem; 等量的 2,4-D 二甲胺盐和 2,4,5-T 三乙胺盐) 发生气体样品。采样体积为 100L 时,精密度和回收率见表 2-33-1,结果表明每种方法无明显的偏差。

表 2-33-1 样品稳定性和回收率实验结果

| 方法 | 总体精密度(\hat{S}_{rT}) | 研究范围 | | 回收率(0.5mg) | 7 天储存稳定性/% (与第一天的百分比) |
|------|-------------------------|----------------------------|---------------------------|-------------|--------------------------|
| | | / (mg/m^3) | / $(\text{毫克}/\text{样品})$ | | |
| S279 | 0.051 | 5 ~ 20 | 0.5 ~ 2 | 0.97 | 99 |
| S303 | 0.053 | 5 ~ 21 | 0.5 ~ 2 | 0.86 ~ 0.99 | 104 |

参考文献

- [1] Backup Data Report S279 for 2,4 - D prepared under NIOSH Contract No. 210 - 76 - 0123 (unpublished, 1976), available as "Ten NIOSH Analytical Methods, Set 6," Order No. PB 288 - 629 from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [2] Backup Data Report S303 for 2,4,5 - T prepared under NIOSH Contract No. 210 - 76 - 0123 (unpublished, 1976), available as "Ten NIOSH Analytical Methods, Set 6," Order No. PB 288 - 629 from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 5, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 79 - 141 (1979).
- [4] Criteria for a Recommended Standard. . . Occupational Exposure During Manufacture and Formulation of Pesticides, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78 - 174 (1978). Welfare, Publ. (NIOSH) 79 - 141 (1979).
- [5] NIOSH Research Report - Development and Validation of Methods for Sampling and Analysis of Workplace Toxic Substances, U. S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 80 - 133 (1980).

方法作者

Robert W. Kurimo, NIOSH/DPSE; originally validated under NIOSH Contract No. 210 - 76 - 0123.

2,4,5 - T(见 2,4 - D) 5001

| | | | |
|---|---------------|--|------------------------------------|
| $C_8H_5Cl_3O_3$ | 相对分子质量:255.49 | CAS号:93-76-5 | RTECS:AJ8400000 |
| 方法:5001,第一次修订 | | 方法评价情况:完全评价 | 第一次修订:1984.2.15 第二次修订:1994.8.15 |
| OSHA:10mg/m ³ (2,4-D或者2,4,5-T) NIOSH:10mg/m ³ ;第I类农药 ACGIH:10mg/m ³ | | 性质:固体;熔点153℃(2,4,5-T);饱和蒸气压无意义 | |
| 英文名称:2,4,5-T;2,4,5-T;(2,4,5-tri chlorophenoxy) acetic acid; esterone 245; trioxone; weedone | | | |
| 采样 采样管:滤膜(玻璃纤维滤膜,无黏合剂) 采样流量:1~3L/min 最小采样体积:15L(在10mg/m ³ 下) 最大采样体积:200L 运输方法:常规 样品稳定性:至少30天(25℃) 样品空白:每组样品2~10个样品空白 | | 分析 分析方法:高效液相色谱法(HPLC),紫外检测器(UV) 待测物:2,4,5-T阴离子 解吸方法:15ml CH ₃ OH;解吸30分钟 进样体积:50μl 洗脱溶液:0.003M NaClO ₄ -0.001M Na ₂ B ₄ O ₇ 流速:1.7ml/min 检测器:UV(289nm) | |
| 准确性 研究范围:5~20mg/m ³ (100L样品) 偏差:4.78% 总体精密度(\bar{S}_T):0.053(2,4,5-T) 精密度:±14.2% | | 色谱柱:不锈钢柱,50cm×2mm(内径);填充 Zipax SAX (DuPont),室温,6900kPa(1000 psi) 定量标准:甲醇中待测物溶液 测定范围:每份样品0.15~2mg 估算检出限:每份样品0.030mg 准确度(\bar{S}):0.025 ^[2] | |
| 适用范围:此方法可用于测定2,4,5-T及其盐,但不能测定其酯。采样体积为100L时,其测定范围是1.5~20mg/m ³ | | | |
| 干扰因素:使用预柱,高浓度酯类将不会产生干扰,预柱可防止HPLC色谱柱性能退化 | | | |
| 其他方法:此方法结合并代替了方法S279和方法S303,这两种方法除了洗脱液组成和UV测量波长之外均相同 | | | |

华法林 5002

| | | | |
|---|---------------|---|------------------------------------|
| $C_{19}H_{16}O_4$ | 相对分子质量:308.33 | CAS号:81-81-2 | RTECS号:GN4550000 |
| 方法:5002,第二次修订 | | 方法评价情况:部分评价 | 第一次修订:1984.2.15 第二次修订:1994.8.15 |
| OSHA:0.1mg/m ³ NIOSH:0.1mg/m ³ 第I类农药 ACGIH:0.1mg/m ³ ;STEL:0.3mg/m ³ | | 性质:固体;熔点161℃;饱和蒸气压无意义 | |
| 英文名称:warfarin;3-(α -acetylbenzyl)-4-hydroxycoumarin | | | |
| 采样 采样管:滤膜(1 μ m PTFE 滤膜) 采样流量:1~4L/min 最小采样体积:200L(在0.1mg/m ³ 下) 最大采样体积:1000L 运输方式:常规 样品稳定性:7天后回收率93%(25℃) 样品空白:每组样品2~10个样品空白 定性样品:可取1~5g | | 分析 分析方法:高效液相色谱法(HPLC),紫外检测器(UV) 待测物:华法林 洗脱方法:5ml 甲醇;涡旋 进样体积:20 μ l 流动相:30% 0.0025N 磷酸及70% 甲醇,等度洗脱,1.5ml/min,室温 色谱柱:C ₁₈ 反相色谱柱,10 μ m 颗粒,25~30cm 检测器:紫外检测器,280nm 定量标准:甲醇中的华法林标准溶液 测定范围:每份样品20~200 μ g 估算检出限:每份样品2.5 μ g 准确度(\bar{S}_r):0.016 ^[1] | |
| 准确性 研究范围:0.054~0.24mg/m ³ (408L 样品) ^[1] 偏差:未测定 ^[1] 总体精密密度(\bar{S}_{rT}):0.056 ^[1] 精密密度: $\pm 11.0\%$ | | | |
| 适用范围:采样体积为400L时,其测定范围是0.05~0.5mg/m ³ | | | |
| 干扰因素:无相关干扰研究 | | | |
| 其他方法:本方法是方法P&CAM 313 ^[2] 的新格式。也可用杀鼠剂和药物中华法林的分析方法;散性的材料用分光光度法检测 | | | |
| 试剂 1. 99% 华法林* 2. 甲醇:HPLC 级* 3. 水:HPLC 级 4. 磷酸:85%* 5. 标准储备液:2mg/ml*。20.0mg 华法林溶于10ml 甲醇中 6. 流动相:0.0025N 磷酸。1L 水中加入0.06ml 85% 磷酸 | | 仪器 1. 采样管:PTFE 滤膜,直径37mm,孔径1 μ m,纤维素衬垫,置于两层式滤膜夹中,用胶带或收缩带将滤膜夹的两部分密封在一起 2. 个体采样泵:流量1~4L/min,配有连接软管 3. 高效液相色谱仪:带20~50 μ l 进样定量管,25~30cm,10 μ m C ₁₈ 柱,紫外检测器,280nm,积分仪 4. 溶剂解吸瓶:玻璃,60ml,PTFE 薄膜垫片和螺纹瓶盖 5. 镊子 6. 移液管:5ml,洗耳球 7. 微量注射器 8. 容量瓶:10ml 和 1ml | |
| 特殊防护措施: 甲醇易燃,有毒,使用时应在通风柜内,并远离火源。华法林有毒,并可经皮吸收。磷酸具腐蚀性,应使用手套、护目镜和其他适当的设备以防止接触眼睛及反复或长期接触皮肤。如果接触,应用水清洗皮肤并换下衣物 | | | |

注:* 见特殊防护措施。

采样

1. 串联一个有代表性的采样管来校准个体采样泵。
2. 在1~4L/min 的范围内,以已知流量采集200~1000L 空气样品。且滤膜上总粉尘的增量不得超过2mg。