

# 工作场所空气中二氯乙烷和三氯甲烷的同时测定

陈卫 何彩

(深圳市疾病预防控制中心, 广东 深圳 518020)

**摘要:** 目的 建立工作场所空气中二氯乙烷、三氯甲烷同时测定的热解吸气相色谱方法。方法 按照《工作场所空气中有毒物质检测方法研究规范》的要求进行实验室实验及现场实验。结果 本法的重现性较好, 平均相对标准偏差在 5.0%以内, 最低检测浓度均在 6.8 mg/m<sup>3</sup>以内, 热解吸效率均在 86.3%以上, 空气中同时存在二氯乙烷、三氯甲烷时可在本方法条件下同时测定。结论 此方法各项指标均达到《工作场所空气中有毒物质检测方法研究规范》的要求, 适用于工作场所空气中二氯乙烷、三氯甲烷的同时现场监测。

**关键词:** 工作场所; 空气; 二氯乙烷; 三氯甲烷; 气相色谱法

中图分类号: R134.4 O623.21 文献标识码: A 文章编号: 1002-221X(2009)01-0017-03

Simultaneous determination of dichloroethane and trichloromethane in air of workplace

CHEN Wei HE Cai

(Shenzhen Municipal Center for Disease Control and Prevention, Shenzhen 518020, China)

**Abstract:** Objective To establish a solvent desorption and gas chromatographic method for the simultaneous determination of dichloroethane and trichloromethane in the air of workplace. Methods This method was based on the "Standardization of Determination Method for Toxic Substances in Workplace Air". Results The average RSD of this method was below 5.0%, the lowest detection limit of the method was 6.8 mg/m<sup>3</sup>, dichloroethane and trichloromethane in the air of workplaces could be determined simultaneously and both desorption efficiencies were above 86.3%. Conclusions The results showed that this method has already met all the necessary requirements of the "Standardization of Determination Method for Toxic Substances in Workplace Air", and refers to the application of the simultaneous determination of dichloroethane and trichloromethane in air of workplace.

**Key words:** Workplace Air; Dichloroethane; Trichloromethane; Gas chromatography

工作场所空气中二氯乙烷、三氯甲烷的国标测定方法分别为单个毒物测定方法, 有直接进样气相色谱法和溶剂解吸气相色谱法。直接进样法, 采样后样品必须在 24 h 内完成测定, 样品存放时间太短。溶剂解吸法, 溶剂二硫化碳毒性很大, 对检验人员身体健康损害较大<sup>[1]</sup>。在色谱柱、柱温、检测室温度、汽化室温度、N<sub>2</sub>流量都会有所不同, 且实际工作时空气中二氯乙烷、三氯甲烷毒物有时是同时存在的, 为了适应实际工作检测的需要, 制定了同时测定二氯乙烷和三氯甲烷毒物的热解吸气相色谱法<sup>[2]</sup>。

## 1 实验方法

### 1.1 原理

空气中二氯乙烷、三氯甲烷通过活性炭吸附, 经热解吸, 于 FFAP 色谱柱分离, 氢火焰离子化检测器检测。以保留时间定性, 峰面积定量。

收稿日期: 2008-06-13 修回日期: 2008-09-17

基金项目: 国家科技攻关项目, 职业病防治技术标准研究 (2002 BA906A63)

作者简介: 陈卫 (1960-) 女, 副主任技师, 长期从事职业病危害的理化检验工作。

### 1.2 仪器

(1) 活性炭管: 热解吸型, 内装 100 mg 活性炭。(2) 空气采样器: 流量范围 0~500 ml/min。(3) 气相色谱仪: 带氢火焰离子化检测器。(4) 色谱柱: 柱长 3 m, 内径 2 mm, 不锈钢柱; FFAP Chromosorb W/AW = 10:100; 柱温 90 °C, 汽化室温度 140 °C, 检测室温度 140 °C, 载气 (氮气) 30 ml/min。(5) 注射器: 100 μl, 5 μl, 1 μl 微量注射器: 10 μl, 1 μl。(6) 六通阀气体定量进样器。

### 1.3 试剂

二氯乙烷、三氯甲烷均为色谱纯。FFAP 色谱固定液。Chromosorb W/AW 担体 60~80 目。标准气: 用微量注射器准确抽取一定量二氯乙烷、三氯甲烷毒物注入同一个 100 μl 注射器中, 配成一定浓度的标准气。

### 1.4 采样

现场采样按照 GBZ 159-2004《工作场所空气中有害物质监测的采样规范》执行<sup>[3]</sup>。短时间采样: 在采样点, 打开活性炭管两端, 以 200 ml/min 流量采集 15 min 空气样品。长时间采样: 在采样点, 打

开活性炭管两端，以 50 ml/min 流量采集 2~8 l 空气样品。个体采样：打开活性炭管两端，佩戴在采样对象的前胸上部，尽量接近呼吸带，以 50 ml/min 流量采集 2~8 l 空气样品<sup>[4]</sup>。采样后，立即封闭活性炭管两端，置清洁容器内运输和保存。

### 1.5 分析步骤

1.5.1 对照试验 将活性炭管带至采样点，除不连接采样器采集空气样品外，其余操作同样品，作为样品的空白对照。

1.5.2 样品处理 把样品管的进气端与 100 ml 注射器相连，放在热解吸炉中，于 350 °C 用氮气以 50~60 ml/min 流量解吸至 100 ml 解吸气供测定。

1.5.3 标准曲线的绘制 用清洁空气稀释二氯乙烷和三氯甲烷标准气成 0.00、0.10、0.20、0.40 μg/ml 标准系列，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 ml 测定各标准系列，测量保留时间及峰面积。每个浓度重复 3 次。以峰面积均值对二氯乙烷、三氯甲烷浓度 (μg/ml) 绘制标准曲线。

1.5.4 样品测定 用测定标准系列的操作条件测定样品和空白对照解吸气，分别取 1.0 ml 样品和空白对照的解吸气进样测定，测得的样品峰面积值减去空白对照的峰面积值后，由标准曲线查得二氯乙烷、三氯甲烷浓度 (μg/ml)。保留时间为定性指标。

### 1.6 计算

按 GBZ159-2004 的要求，在采样点温度低于 5°C 和高于 35°C、大气压低于 98.8 kPa 和高于 103.4 kPa 时，应将采样体积换算成标准采样体积。

计算某毒物浓度的公式为：

$$C = \frac{100c}{DV_0}$$

式中：C——空气中某毒物浓度，mg/m<sup>3</sup>；

c——分别为测得解吸气中某毒物的浓度，μg/ml；

100——样品解吸气的总体积，ml；

V<sub>0</sub>——换算成标准状况下的采样体积，l；

D——解吸效率，%。

## 2 结果与讨论

### 2.1 方法的线性范围及检出浓度

按分析步骤配制一系列的二氯乙烷、三氯甲烷毒物浓度标准，在本法选择的条件下制备标准曲线<sup>[5]</sup>。见表 1。

表 1 方法的线性范围及最低检出浓度

毒物名称	最低检出浓度 (mg/m <sup>3</sup> )	测定范围 (mg/m <sup>3</sup> )	回归方程	相关系数
二氯乙烷	2.2	2.2~250	$Y = -186 + 59.159X$	0.999 2
三氯甲烷	6.8	6.8~600	$Y = 46 + 25.575X$	0.999 9

### 2.2 方法的精密度试验

用储备液配制三种不同浓度的标准气体，取 1 ml 进样，计算总相对标准偏差。结果见表 2。

表 2 方法的精密度试验 (n=6)

毒物名称	浓度 (mg/m <sup>3</sup> )			总相对标准偏差 (%)
二氯乙烷	60	120	250	5.0
三氯甲烷	150	300	600	2.6

从表 2 可见，二氯乙烷、三氯甲烷毒物三种浓度测定的结果重现性较好，总相对标准偏差均在 10% 以内，符合《工作场所空气中有毒物质检测方法研究规范》的要求。

### 2.3 热解吸效率试验

于一批活性炭管中，加入一定量的二氯乙烷、三氯甲烷毒物的标准液，立即套上塑料帽，待平均一个晚上后，再按分析步骤测定二氯乙烷、三氯甲烷毒物的含量，计算解吸效率。结果见表 3。

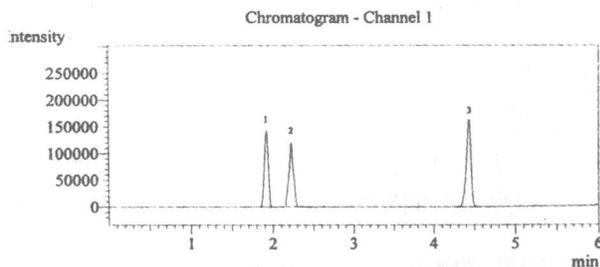
表 3 热解吸效率试验 (n=6)

名称	加入量 (μg/ml)			平均测定量 (μg/ml)			平均吸效率 (%)
二氯乙烷	6.3	12.5	25.1	5.4	10.5	22.4	86.3
三氯甲烷	7.5	14.9	22.4	6.7	12.8	20.9	89.5

测定结果表明，在本方法条件下，二氯乙烷、三氯甲烷毒物热解吸效率在 80% 以上。符合《工作场所空气中有毒物质检测方法研究规范》的要求。

### 2.4 现场实验

本法应用于某工厂印刷车间的监测，结果符合现场实际情况，样品色谱见图 1。



1——三氯甲烷；2——二氯乙烷；3——二甲苯

图 1 样品共存物的分离图

## 3 小结

本文应用活性炭管采集空气中二氯乙烷、三氯甲

烷,用热解吸后,取样 1 m 注入气相色谱仪氢火焰离子化检测器测定。实验证明活性炭管对二氯乙烯、三氯甲烷毒物的吸附效果良好,方法的重现性好,不同浓度的相对标准偏差均在 10%以内;平均解吸效率在 80%以上;方法的最低检测浓度能满足工作需要;穿透容量等技术指标的试验结果同标准方法。空气中二氯乙烯、三氯甲烷在本方法条件下可同时测定。

## 参考文献:

- [1] 夏元洵. 化学物质毒性全书 [M]. 上海: 上海科学技术文献出版社, 1991: 242-243
- [2] GBZ2-2002 工作场所所有害因素职业接触限值 [S].
- [3] GBZ459-2004 工作场所空气中有害物质监测的采样规范 [S].
- [4] 徐伯洪, 闫慧芳. 工作场所有害物质检测方法 [M]. 北京: 中国人民公安大学出版社, 2003: 398-402
- [5] 杨树勤. 卫生统计学 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1985: 14-17, 103-109, 171-172

## 开展职业病诊断工作的几点体会

尚波, 傅恩惠

(淄博市职业病防治院, 山东 淄博 255067)

《中华人民共和国职业病防治法》(以下简称《职业病防治法》)及相关配套法规、文件和标准颁布实施以来,在保护劳动者身体健康,维护用人单位和劳动者的合法权益等方面起到了重要的作用。随着我国劳动保障体系的建立和逐步完善以及劳动者自我保护意识的增强,职业病诊断工作越来越受到社会的关注。现就职业病诊断工作中遇到的一些实际问题,浅谈几点体会,供同仁参考。

1 诊断职业病,首先要有确凿的职业病危害因素接触史,符合职业病发病的一般规律

许多职业病,尤其是慢性职业病,临床表现大多没有特异性,如果接诊医师不了解职业病诊断基本知识,很容易发生漏诊、误诊。

作为职业病诊断机构和职业病医师,对于职业病的诊断首先必须充分掌握患者职业病危害因素接触史。用人单位应提供患者详实的职业史资料(包括职业史、职业病危害因素接触史、上岗前和在岗期间的健康监护资料以及工作场所职业卫生监测资料等);主治医师应到用人单位现场进行患者职业病危害接触情况以及同环境其他工作人员职业病发病情况调查。

在用人单位不提供或不如实提供职业病诊断所需的资料时,可采取以下工作程序:首先上报卫生行政部门,建议由卫生监督机构到用人单位进行调查取证,同时要求患者提供自述材料以及2名以上同事的证明材料(证明患者的职业病危害因素接触史确凿)。此外,患者临床表现符合职业病的发病规律和特点,结合实验室检查结果即可下相应的职业病诊断结论。

剂量效应关系也是诊断的重要依据,故在诊断职业病时,用人单位应提供相应年度的职业卫生监测资料。但有些用人单位由于职业安全意识淡薄,平时不配合疾病预防控制部门进行职业卫生检测工作,无法提供相关资料,在职业病诊断时,亦无法举证对自己有利的证据。

2 职业病诊断是一项政策性、技术性很强的工作,必须按照有关法律、法规和程序进行

## · 短篇报道 ·

为规范职业病诊断工作,我院成立了职业病诊断工作领导小组,负责职业病诊断的行政管理,对职业病诊断是否符合法律、法规的有关程序进行审查和监督管理;相关诊断组,如:尘肺诊断组、职业中毒和其他职业病诊断组负责诊断方面的技术工作和职业病报告工作;职业病预审组负责对接触职业病危害因素的劳动者进行健康监护及资料审阅和分析工作,并对查体异常人员提出处理意见(复查或住院医学观察)。各诊断组、预审组人员均应具备相应资质。

坚持集体诊断原则,每月一次,特殊情况,可随时诊断,各诊断组秘书提前将诊断的有关资料准备好。诊断中要求每个诊断组成员发表自己的意见,做好讨论记录。意见不统一时,按少数服从多数的原则诊断。

对于新诊断病人,我们主张住院医学观察后再诊断,不赞成门诊诊断。其原因一是门诊诊断可能会出现冒名顶替的现象;二是有些疑似职业病人,通过住院治疗可以排除非职业病。

3 严格按照《职业病诊断名词术语》描述诊断

在《职业病防治法》颁布实施前,职业病诊断名词术语的使用较为混乱。现在职业病防治工作已经纳入法制化轨道,故诊断术语必须符合法律的要求,应做到科学、准确、规范、统一,并严格按照《职业病诊断名词术语》(GBZ/T157-2002)进行。对于个别急性职业中毒病人,经过认真调查分析仍不能明确毒物的品种或不能查找到毒物的详细资料时,可在排除其他致病因素的情况下,根据毒物损害的靶器官作出相应的诊断结论。

4 作出职业病诊断结论后,应告知用人单位和职业病患者相应的权利和义务

职业病诊断结论作出后,并不意味着职业病诊断工作的结束,除进行职业病报告和职业病诊断资料的整理归档外,还要告知职业病患者和用人单位相应的权利和义务,以使职业病的鉴定、工伤认定评残、工伤待遇等问题得到及时落实。

自《职业病防治法》颁布实施至2007年上半年,我院共诊断各类职业病人1027人,其中提出鉴定申请的2人,经鉴定均维持原诊断结论。几年来,没有因职业病诊断而发生纠纷现象,考虑主要因为在职业病诊断上严格按照《职业病防治法》、《职业病诊断和鉴定管理办法》等法律法规及工作程序开展工作的结果。对此,在今后的职业病诊断工作中一定要坚持下去并逐步完善。

收稿日期: 2008-08-01; 修回日期: 2008-09-24

作者简介: 尚波(1968-)男,副主任医师,主要从事职业病临床工作。