

工作场所空气有毒物质测定标准

第 XXX 部分：2,4-滴

Determination standard of toxic substances in workplace air—

Part XXX: 2,4-D

(送审稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布

前 言

本标准为您推荐性标准。

本标准由国家卫生健康标准委员会职业健康标准专业委员会负责技术审查和技术咨询，由中国疾病预防控制中心负责协调性和格式审查，由国家卫生健康委职业健康司负责业务管理、法规司负责统筹管理。

本标准起草单位：中国疾病预防控制中心、北京市科学技术研究院城市安全与环境科学研究所、山东省职业卫生与职业病防治院、河北省疾病预防控制中心、江苏省疾病预防控制中心、中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所。

本标准主要起草人：谭枫、付朝晖、许志珍、李思思、张志虎、秦振顺、张锋、许建宁、王全凯。

工作场所空气有毒物质测定 第 XXX 部分：2,4-滴

1 范围

本标准规定了测定工作场所空气中2,4-滴的溶剂洗脱—高效液相色谱法。
本标准适用于工作场所空气中气溶胶态2,4-滴浓度的检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本标准必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本标准；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GBZ 2.1 工作场所有害因素职业接触限值 第1部分：化学有害因素

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

GBZ/T 210.4 职业卫生标准制定指南 第4部分：工作场所空气中化学物质测定方法

3 术语和定义

GBZ 2.1界定的下列术语和定义适用于本标准。

4 2,4-滴的基本信息

2,4-滴的基本信息见表1。

表1 2,4-滴的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS 号)	分子式	相对分子质量
2,4-滴 (2,4-二氯苯氧乙酸, 2,4-D, 2,4-dichlorophenoxyacetic acid)	94-75-7	$C_8H_6Cl_2O_3$	221.04

5 2,4-滴的溶剂洗脱—高效液相色谱法

5.1 原理

空气中气溶胶态的2,4-滴经超细玻璃纤维滤纸采集，甲醇洗脱后进样，经高效液相色谱 C_{18} 柱分离，紫外检测器检测，以保留时间定性，峰高或峰面积定量。

5.2 仪器

5.2.1 超细玻璃纤维滤纸，孔径 $1\ \mu m$ 。

5.2.2 大采样夹，滤料直径为 37 mm 或 40 mm。

5.2.3 小采样夹，滤料直径为 25 mm。

- 5.2.4 空气采样器，流量范围为 0 L/min~5 L/min。
- 5.2.5 具塞试管，15 mL。
- 5.2.6 容量瓶。
- 5.2.7 微量注射器。
- 5.2.8 高效液相色谱仪，紫外检测器。

仪器操作参考条件：

- a) 色谱柱：C₁₈，250 mm×4.6 mm×5 μm；
- b) 柱温：室温（不低于15℃）；
- c) 流动相：甲醇:水:冰醋酸（94:5:1，V:V:V）；
- d) 流动相流量：1.0 mL/min；
- e) 测定波长：280 nm；
- f) 进样体积：20 μL。

5.3 试剂

- 5.3.1 实验用水为去离子水。
- 5.3.2 甲醇，HPLC 级。
- 5.3.3 冰乙酸，分析纯。
- 5.3.4 2,4-滴标准溶液：准备称量一定量的 2,4-滴加入容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，此溶液为标准贮备液。临用前，用甲醇稀释成标准应用溶液。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

- 5.4.1 现场采样参照 GBZ 159 执行。
- 5.4.2 短时间采样：在采样点，用装好超细玻璃纤维滤纸的大采样夹，以 3.0 L/min 流量采集 15 min 空气样品。
- 5.4.3 长时间采样：在采样点，用装好超细玻璃纤维滤纸的小采样夹，以 0.5 L/min 流量采集 2 h~8h 空气样品。
- 5.4.4 采样后，打开采样夹，取出滤纸，接尘面朝里对折，放入具塞试管中，置清洁的容器内运输和保存。样品在 2℃~6℃冰箱下可保存 10 d。
- 5.4.5 样品空白：把装好超细玻璃纤维滤纸的采样夹带到采样点，除不采集空气外，其余操作同样品。

5.5 分析步骤

- 5.5.1 标准系列溶液的配制与测定：取 5 支~8 支容量瓶，用甲醇稀释标准溶液成 0.0 μg/mL~200.0 μg/mL 浓度范围的 2,4-滴标准系列。参照仪器操作条件，将高效液相色谱仪调节至最佳测定状态，进样 20 μL，测定各标准系列，以测得的峰高或峰面积与相对应的 2,4-滴浓度（μg/mL）绘制标准曲线或计算回归方程。
- 5.5.2 样品处理：向装有采过样的超细玻璃纤维滤纸的具塞试管中，加入 15.0 mL 甲醇，使液面浸过滤纸，不时振摇，洗脱 15 min。样品溶液供测定。
- 5.5.3 样品测定：在相同仪器条件下，依次测定测定样品空白溶液和样品溶液，根据测得样品峰高或峰面积，由标准曲线或回归方程计算样品中 2,4-滴的浓度（μg/mL）。若样品溶液中 2,4-滴浓度超过测定范围，用甲醇稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

5.6 标准中的公式

- 5.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。
- 5.6.2 根据公式（1）计算空气中 2,4-滴的浓度：

$$C = \frac{15c}{V_0 D} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

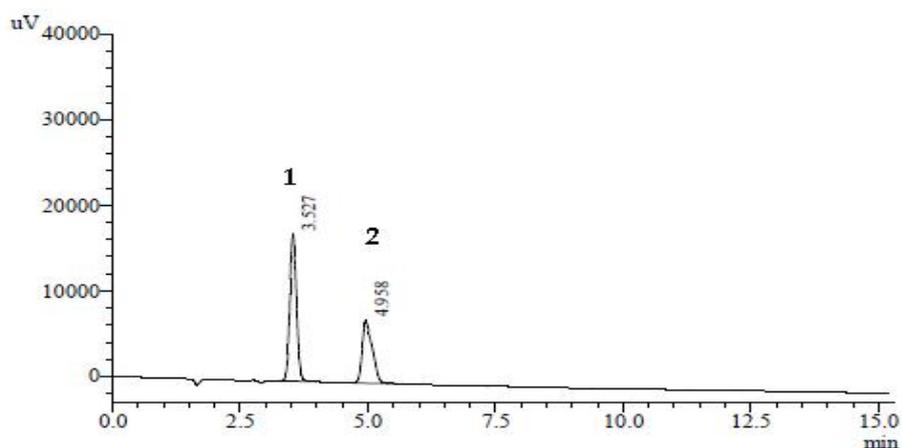
- C ——空气中 2,4-滴的浓度，单位为毫克每立方米（ mg/m^3 ）；
 15 ——样品溶液的体积，单位为毫升（ mL ）；
 c ——测得的样品溶液中 2,4-滴的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；
 V_0 ——标准采样体积，单位为升（ L ）；
 D ——洗脱效率，%。

5.6.3 空气中 2,4-滴的时间加权平均接触浓度（ C_{TWA} ）按 GBZ 159 规定计算。

5.7 说明

5.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法中 2,4-滴的检出限为 $0.34 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量下限为 $1.12 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，测定范围为 $2 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 200 \mu\text{g}/\text{mL}$ ；最低检出浓度为 $0.11 \text{mg}/\text{m}^3$ ，最低定量浓度为 $0.37 \text{mg}/\text{m}^3$ （以采集 45 L 空气样品，洗脱液体积 15 mL 计）；批内精密度为 1.2%~3.1%，批间精密度为 1.3%~3.1%；平均采样效率为 99.1%；加标回收率为 93.7%~99.4%；平均洗脱效率为 95.1%。

5.7.2 本法色谱分离图参见图 1。现场共存物 2,4-二氯苯酚不干扰 2,4-滴的测定。



说明：

- 1——2,4-二氯苯酚；
 2——2,4-滴。

图 1 2,4-滴与共存物的分离图