

广东省职业卫生技术质量控制中心技术指南

GDOHTQC 023-2023

工作场所空气中双酚 A 的溶剂洗脱-高效 液相色谱法

Determination of bisphenol A in workplace air by Solvent elution- high-performance
liquid chromatography

2023-08-22 发布

2023-08-22 实施

广东省职业卫生技术质量控制中心 发布

前 言

本技术指南按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本技术指南由广东省职业卫生技术质量控制中心提出并归口。

本技术指南负责制定单位为广东省职业病防治院，参与制定单位有广州市职业病防治院、东莞市职业病防治中心、佛山市职业病防治所、深圳市职业病防治院和惠州市职业病防治院。

本技术指南主要起草人：蒙瑞波、马安萍、罗晓婷、丘静静、陈纠、郭冠浩、周常侠、庄小舟、陈冠林、李添娣、游慧圆、谭广辉、吴邦华、戎伟丰。

工作场所空气中双酚 A 的溶剂洗脱-高效液相色谱法

1 范围

本技术指南规定了工作场所空气中双酚A的溶剂洗脱-高效液相色谱法。
本技术指南适用于工作场所空气中气溶胶态双酚A浓度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本技术指南的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本技术指南。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本技术指南。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

3 原理

空气中气溶胶态的双酚A用玻璃纤维滤膜采集，溶剂洗脱后进样，经色谱柱分离，荧光检测器检测，以保留时间定性，测定峰面积，由外标标准曲线法进行定量。

4 仪器设备与材料

- 4.1 玻璃纤维滤膜，孔径 0.8 μ m。
- 4.2 采样夹，滤料直径 37 mm。
- 4.3 空气采样器，满足 2.0 L/min~5.0 L/min 的流量。
- 4.4 螺纹口样品瓶，8mL，瓶盖垫片内衬为聚四氟乙烯材质。
- 4.5 精密微量注射器，10 μ L~500 μ L。
- 4.6 分析天平，感量 0.01 mg。
- 4.7 针式过滤器（有机相），孔径 0.45 μ m。
- 4.8 高效液相色谱仪，配备荧光检测器。

5 试剂

- 5.1 去离子水（ $\rho \geq 18.2 \text{ M}\Omega$ ）。
- 5.2 双酚 A（ $\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{O}_2$ ），色谱纯。
- 5.3 乙腈（ $\text{C}_2\text{H}_3\text{N}$ ），色谱纯。
- 5.4 标准贮备溶液：容量瓶中加入少量乙腈，准确称量后，加入一定量的双酚 A，再准确称量，用乙腈定容至刻度，由称量之差计算溶液的浓度。或用国家认可的标准溶液配制。
- 5.5 标准应用溶液：容量瓶中加入少量乙腈，准确吸取一定量的双酚 A 标准贮备溶液至容量瓶，用乙腈定容至刻度，配制成浓度为 1000.0 $\mu\text{g/mL}$ 的双酚 A 标准应用溶液。

6 样品的采集、运输和保存

6.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。

6.2 样品采集

短时间采样时,用装有玻璃纤维滤膜的采样夹,以 5.0 L/min 流量采集 15 min 空气样品。
长时间采样时,用装有玻璃纤维滤膜的采样夹,以 2.0 L/min 流量采集 2 h~8 h 空气样品。

6.3 样品空白

打开装有玻璃纤维滤膜的采样夹,立即取出玻璃纤维滤膜,接尘面朝里对折后装入洁净密封袋中,然后同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。

6.4 样品运输和保存

采样后,立即取出玻璃纤维滤膜,接尘面朝里对折,置清洁密封袋内运输和保存。样品在室温下至少可稳定保存 7d。

7 分析步骤

7.1 仪器操作参考条件

- av) 色谱柱: 4.6 mm×250 mm×5.0 μm, ODS₂ 色谱柱;
- aw) 检测波长: 激发波长 275 nm, 发射波长 315 nm;
- ax) 柱温: 35℃;
- ay) 流速: 0.8 mL/min;
- az) 进样体积: 10 μL;
- ba) 流动相: 0 min-2 min, 乙腈/水=80/20; 2 min-5.5 min, 乙腈比例由 80%降到 50%;
5.5 min-6 min, 乙腈比例由 50%升至 80%。

7.2 标准系列溶液的配制与测定

取不少于 6 只容量瓶,分别加入少量乙腈,再分别准确吸取一定体积的双酚 A 标准应用溶液至容量瓶,用乙腈定容配制成浓度为 0 μg/mL~100.0 μg/mL 的标准系列溶液,标准系列溶液测定范围根据样品溶液中双酚 A 的含量确定。

参照仪器操作条件,将液相色谱仪调节至最佳测定状态,由低浓度到高浓度依次测定标准系列溶液,以测得的峰面积值对相应的双酚 A 浓度 (μg/mL) 计算回归方程。

7.3 样品处理与测定

将采过样的滤膜装入螺纹口样品瓶中,加入 2.00 mL 乙腈,封闭后,振摇解吸 30 min。摇匀,洗脱液用针式过滤器过滤后供测定。用测定标准系列的操作条件测定样品和样品空白溶液,以保留时间定性,测得的峰面积值由回归方程计算出双酚 A 的浓度 (μg/mL)。

若样品溶液中双酚 A 浓度超过标准系列溶液测定范围,可用乙腈稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

8 计算

8.1 按 GBZ 159 的方法和要求将样品的采样体积换算成样品的标准采样体积 (V_{20}):

$$V_{20} = V \times \frac{293}{273 + t} \times \frac{P}{101.3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_{20} —样品的标准采样体积,单位为升 (L);

V —样品的采样体积,单位为升 (L);

t —样品采集时的空气温度，单位为摄氏度（℃）；

P —样品采集时的空气大气压，单位为千帕（kPa）。

8.2 按式（2）计算空气中双酚A的浓度：

$$\rho = \frac{\rho_0 v}{D V_{20}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ —空气中双酚A的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m³）；

ρ_0 —测得的样品滤膜洗脱液中双酚A的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（μg/mL）；

v —样品洗脱液的体积，单位为毫升（mL）；

V_{20} —标准采样体积，单位为升（L）；

D —与样品滤膜中双酚A剂量相当的洗脱效率，%。

8.3 空气中的时间加权平均接触浓度（ ρ_{TWA} ）按 GBZ 159 规定计算。

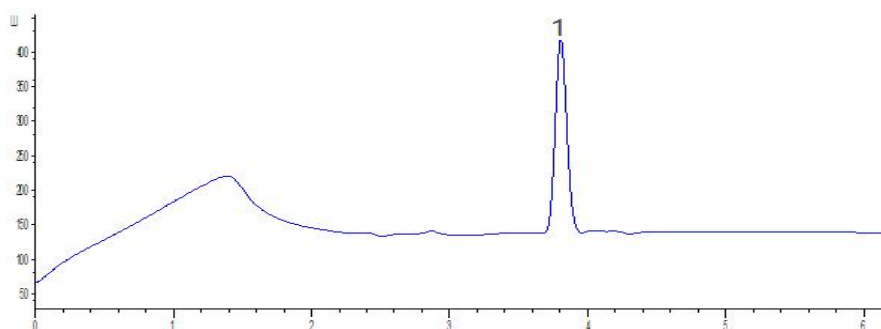
9 说明

9.1 本技术指南的检出限为0.02 μg/mL，定量下限为0.06 μg/mL，定量测定范围为0.06～100.00 μg/mL；当采集75.0 L空气样品，洗脱液体积为2.0 mL时，最低检出浓度为0.0005 mg/m³，最低定量浓度为0.0016 mg/m³；相对标准偏差为2.0%～6.0%，负载容量（直径37 mm玻璃纤维滤膜）大于1.3 mg，采样效率为99.9%～100.0%，洗脱效率为95.4%～101.1%。应测定每批玻璃纤维滤膜的空白和洗脱效率。

9.2 实验中使用的试剂和标准物质为易挥发或具有刺激性的有毒化学物质，操作过程应在通风柜中进行，并按要求佩戴防护用品，避免吸入呼吸道及接触皮肤和衣物。

9.3 本技术指南也可使用等效的其他高效液相色谱柱测定，并根据实际情况调整仪器操作参考条件。

9.4 在本技术指南的仪器操作参考条件下，现场可能共存的苯酚、苯、丙酮等化学物质不干扰测定（在本技术指南的仪器操作参考条件下均不出峰）。双酚A与共存物的色谱分离见图1。



说明：

1—双酚A，3.804 min。

图1 双酚A与共存物的色谱分离图