

C 52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.3—2004

工作场所空气有毒物质测定 铍及其化合物

Methods for determination of beryllium and its compounds
in the air of workplace

2004年5月21日发布

2004年12月1日实施

中华人民共和国卫生部 发布

GBZ/T 160.3—2004

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铍及其化合物 [包括金属铍 (Beryllium) 和氧化铍 (Beryllium oxide) 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 16023—1995。

本标准首次发布于1995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:湖南省劳动卫生职业病防治研究所。

本标准主要起草人:张肇平和陈桂贻。

工作场所空气有毒物质测定 铍及其化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中铍及其化合物浓度的方法。
本标准适用于工作场所空气中铍及其化合物浓度的测定。

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

桑色素荧光分光光度法

3 原理

空气中铍及其化合物用微孔滤膜采集，消解后，铍离子与桑色素反应生成黄绿色荧光络合物；测量荧光强度，进行定量。

4 仪器

- 4.1 微孔滤膜，孔径 $0.8\mu\text{m}$ 。
- 4.2 采样夹，滤膜直径40mm。
- 4.3 小型塑料采样夹，滤膜直径25mm。
- 4.4 空气采样器，流量 $0\sim 3\text{L}/\text{min}$ 和 $0\sim 10\text{L}/\text{min}$ 。
- 4.5 烧杯，50ml。
- 4.6 电热板或电砂浴。
- 4.7 离心管，5ml。
- 4.8 具塞比色管，10ml。
- 4.9 荧光分光光度计

仪器操作条件

激发光波长：415nm；
狭缝：10nm；
发射光波长：540nm；
狭缝：8nm。

5 试剂

实验用水为去离子水，用酸为优级纯。

- 5.1 高氯酸， $\rho_{20}=1.67\text{g}/\text{ml}$ 。
- 5.2 硝酸， $\rho_{20}=1.42\text{g}/\text{ml}$ 。
- 5.3 盐酸， $\rho_{20}=1.18\text{g}/\text{ml}$ 。
- 5.4 消化液：取100ml 高氯酸，加入到900ml 硝酸中。
- 5.5 盐酸溶液，0.6mol/L：10ml 盐酸加水至200ml。
- 5.6 盐酸溶液，2mol/L：10ml 盐酸加水稀释至60ml。
- 5.7 氢氧化钠溶液，160g/L。
- 5.8 刚果红试纸，变色范围：pH3.0~5.2。
- 5.9 乙二胺四乙酸（EDTA）二钠溶液，10g/L。
- 5.10 桑色素溶液：称取0.05g 桑色素，溶于100ml 无水乙醇中。置棕色瓶中于冰箱内保存；

第二天开始使用，可稳定两个月；临用前，用无水乙醇稀释10倍。

5.11 缓冲液：8g 氢氧化钠和6.2g 硼酸溶于水，稀释至100ml。

5.12 标准溶液：称取0.1968g 硫酸铍($\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)，用20ml 水溶解，加入5ml 盐酸，定量转移入100ml 容量瓶中，用水稀释至刻度。此溶液为100 $\mu\text{g/ml}$ 铍标准贮备液。临用前，用0.6mol/L盐酸溶液稀释成0.01 $\mu\text{g/ml}$ 铍标准溶液；或用国家认可的标准溶液配制。

6 样品的采集、运输和保存

现场采样按照GBZ 159执行。

6.1 短时间采样：在采样点，将装好微孔滤膜的采样夹，以5L/min 流量采集15min 空气样品。

6.2 长时间采样：在采样点，将装好微孔滤膜的小型塑料采样夹，以1L/min 流量采集2~8h 空气样品。

6.3 个体采样：将装好微孔滤膜的小型塑料采样夹佩戴在监测对象的前胸上部，进气口尽量接近呼吸带，以1L/min 流量采集2~8h 空气样品。

采样后，将滤膜的接尘面朝里对折2 次，放入清洁塑料袋或纸袋内，置于清洁的容器内运输和保存。在室温下，样品可长期保存。

7 分析步骤

7.1 对照试验：将装好微孔滤膜的采样夹带至采样点，除不连接空气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。

7.2 样品处理：将采过样的滤膜放入烧杯中，加入5ml 消化液，在电热板上加热消解，保持温度在200℃左右，待消化液基本挥发干时，取下稍冷后，用0.6mol/L盐酸溶液溶解残渣，定量转移入具塞比色管中，并稀释至10.0ml，摇匀，取2.0ml 样品溶液于另一具塞比色管中，供测定。若样品液中铍浓度超过测定范围，用0.6mol/L盐酸溶液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

7.3 标准曲线的绘制：在6 只离心管中，分别加入0.0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.0ml 铍标准溶液，各加水至2.0ml，配成0.0、0.0020、0.0040、0.0060、0.0080、0.010 μg 铍含量的标准系列。向各标准管中加入1ml 氢氧化钠溶液，摇匀；以3000r/min 离心10min。将上清液倾入具塞比色管中，加入一小片刚果红试纸，用2ml/L盐酸溶液和0.6mol/L盐酸溶液调节至试纸由鲜红转为紫红色；加1ml 缓冲液和0.4ml EDTA二钠溶液，摇匀；临测定荧光强度前，加入0.1ml 柔色素溶液，加水至刻度，摇匀。于1h内测量荧光强度，每个浓度分别测定3 次，以荧光强度均值对铍含量 (μg) 绘制标准曲线。

7.4 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溶液。由测得的样品荧光强度减去空白对照荧光强度后，由标准曲线得铍的含量(μg)。

8 计算

8.1 按式 (1) 将采样体积换算成标准采样体积：

$$V_0 = V \times \frac{293}{273 + t} \times \frac{P}{101.3} \quad \dots\dots (1)$$

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。

8.2 按式 (2) 计算空气中铍的浓度：

$$C = \frac{5m}{V_0} \quad \dots\dots (2)$$

式中： C — 空气中铍的浓度， mg/m^3 ；

m — 测得样品溶液中铍的含量， μg ；

V_0 — 标准采样体积，L。

8.3 时间加权平均容许浓度按GBZ 159规定计算。

9 说明

9.1 本法的检出限为 $0.001 \mu\text{g/ml}$ ；最低检出浓度为 $1.3 \times 10^{-4} \text{mg/m}^3$ (以采集75L空气样品计)。测定范围为 $0.01 \sim 0.1 \mu\text{g/ml}$ ；相对标准偏差为 $3.9\% \sim 7.5\%$ 。

9.2 本法的平均采样效率为 99.3% ，平均洗脱率 95.7% 。

9.3 铍-桑色素络合物的荧光强度与溶液酸碱度有关，在 $0.08 \sim 0.12 \text{mol/L}$ 氢氧化钠溶液中，荧光强度最大、最稳定。

9.4 本法条件下， $1000 \mu\text{gSn}^{2+}$ 、 As^{3+} 、 Pb^{2+} 、 SO_4^{2-} ， $500 \mu\text{gCu}^{2+}$ ， $100 \mu\text{gFe}^{3+}$ 、 Sn^{2+} ， $10 \mu\text{gCa}^{2+}$ 、 Mg^{2+} ，不干扰测定。