

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.2—2004

工作场所空气有毒物质测定 钡及其化合物的

Methods for determination of barium 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

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钡及其化合物 [包括金属钡 (Barium)、氧化钡 (Barium oxide)、氢氧化钡 (Barium hydroxide)和氯化钡 (Barium chloride)等]的浓度。

本标准从2004年12月1日起实施。

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:山东省劳动卫生职业病研究所、深圳市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人:王晓云、刘桂华和陈卫。

工作场所空气有毒物质测定

钡及其化合物

1 范围

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

第一法 等离子体发射光谱法

3 原理

空气中可溶性钡化合物用微孔滤膜采集，水洗脱后，用电感耦合等离子体发射光谱仪，在455.4nm 波长处测量发射强度，进行定量。

4 仪器

- 4.1 微孔滤膜，孔径0.8 μ m。
- 4.2 采样夹，滤料直径40mm。
- 4.3 小型塑料采样夹，滤料直径25mm。
- 4.4 空气采样器，流量0~3L/min 和0~10L/min。
- 4.5 具塞刻度试管，25ml。
- 4.6 超声波清洗器。
- 4.7 针筒式过滤器，孔径0.45 μ m 微孔滤膜，直径13mm。
- 4.8 容量瓶，10ml。
- 4.9 电感耦合等离子体发射光谱仪。

仪器操作条件

- 发射波长：455.4nm；
- 入射功率：1150W；
- 载气（氩气）流量：0.49L/min；
- 等离子体气（氩气）流量：1L/min；
- 冷却气（氩气）流量：14L/min。

5 试剂

实验用水为去离子水。用酸为优级纯或高纯。

- 5.1 硝酸， $\rho_{20}=1.42\text{g/ml}$ 。
- 5.2 标准溶液：称取0.1437g 碳酸钡（含量99.99%）于100ml 烧杯中，加入10ml 硝酸，加热溶解后，煮沸除去CO₂。冷却后，用水定量转移入100ml 容量瓶中，并稀释至刻度。此溶液为1.0mg/ml 标准贮备液。临用前，用水稀释成100 μ g/ml 钡标准溶液；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GBZ159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，放入具塞刻度试管中运输和保存。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：向装有滤膜的具塞刻度试管中加入10ml 水，于超声波清洗器上超声洗脱5min。加入1ml 硝酸，用水定容至25.0ml。混匀，供测定。洗脱液浑浊时，先用针筒式过滤器过滤，滤液转移入另一具塞刻度试管中，再加水定容。若样品液中钡浓度超过测定范围，可用水稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

7.3 标准曲线的绘制：取5只容量瓶，分别加入0.0、0.010、0.10、1.0和10.0ml 钡标准溶液，各加入4ml 硝酸，用水定容至100ml。配成0.0、0.010、0.10、1.0、10.0 $\mu\text{g/ml}$ 钡标准系列。参照仪器操作条件，将电感耦合等离子体发射光谱仪调节至最佳测定状态，测定各标准系列；每个浓度重复测定 3 次，以光谱强度均值对钡浓度 ($\mu\text{g/ml}$) 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洗脱液。测得的样品光谱强度减去空白对照的光谱强度后，由标准曲线得洗脱液中钡的浓度($\mu\text{g/ml}$)。

8 计算

8.1 按式 (1) 将采样体积换算成标准采样体积：

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

式中： V_0 — 标准采样体积，L；
 V — 采样体积，L；
 t — 采样点的温度， $^{\circ}\text{C}$ ；
 P — 采样点的大气压，kPa。

8.2 按式 (2) 计算空气中钡的浓度：

$$C = \frac{25c}{V_0} \dots\dots (2)$$

式中： C —空气中钡的浓度， mg/m^3 ；
 c —测得洗脱液中钡的浓度， $\mu\text{g/ml}$ ；
 25 —样品溶液体积，ml；
 V_0 — 标准采样体积，L。

8.3 时间加权平均浓度按GBZ 159 规定计算。

9 说明

9.1 本法的检出限为0.006 $\mu\text{g/ml}$ ；最低检出浓度为0.002 mg/m^3 （以采集75L空气样品计）。测定范围为0.006~10 $\mu\text{g/ml}$ 。相对标准偏差为0.4%~1.0%。

9.2 本法的平均采样效率为98.6%；平均洗脱效率为96%。

9.3 工作场所空气中可能共存的金属化合物不干扰测定。

9.4 本法只适用于空气中可溶性钡化合物的测定。

第二法 二溴对甲基偶氮甲磺分光光度法

10 原理

空气中可溶性钡化合物用微孔滤膜采集，水洗脱后，在酸性条件下，钡与二溴对甲基偶氮甲磺反应生成蓝色络合物，在630nm 波长下测量吸光度，进行定量。

11 仪器

- 11.1 微孔滤膜，孔径0.8 μm 。
- 11.2 采样夹，滤料直径40mm。
- 11.3 小型塑料采样夹，滤料直径25mm。
- 11.4 空气采样器，流量0~3L/min和0~10L/min。
- 11.5 具塞刻度试管，10ml。
- 11.6 分光光度计。

12 试剂

实验用水为去离子水，用酸为优级纯和高纯。

12.1 盐酸， $\rho_{20}=1.18\text{g/ml}$ 。

12.2 磷酸， $\rho_{20}=1.83\text{g/ml}$

12.1 磷酸溶液，3mol/L：205ml磷酸缓缓加入1000ml水中。

12.2 二溴对甲基偶氮甲磺溶液，0.5g/L。

12.3 盐酸溶液，6mol/L：100ml盐酸加到100ml水中。

12.4 标准溶液：称取0.1437g 碳酸钡（含量99.99%）于100ml 烧杯中，加入10ml 盐酸溶液，加热溶解后，煮沸除去 CO_2 ，冷却后，用水定量转移入100ml 容量瓶中，并稀释至刻度。此溶液为1.0mg/ml 标准贮备溶液。临用前，用水稀释成10.0 $\mu\text{g/ml}$ 钡标准溶液；或用国家认可的标准溶液配制。

13 样品的采集、运输和保存

现场采样按照GBZ159执行。

13.1 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。

13.2 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。

13.3 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，放入具塞刻度试管中运输和保存。样品可长期保存。

14 分析步骤

14.1 对照试验：将装好微孔滤膜的采样夹带至采样点，除不采集空气样品外，其余操作同样品，作为样品的空白对照。

14.2 样品处理：向装有滤膜的具塞刻度试管中，加入10.0ml 水，在旋涡混合器上洗脱2min。取5.0ml 洗脱液于另一具塞刻度试管中，供测定。若洗脱液中钡浓度超过测定范围，可用水稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

14.3 标准曲线的绘制：在 6 只具塞刻度试管中，分别加入0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00ml 标准溶液，各加水至5.0ml，配成0.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 μg 钡标准系列。向各标准管中加入1ml 磷酸溶液，2.0ml 二溴对甲基偶氮甲磺溶液，加水至10.0ml，摇匀。在630nm 波长下测量吸光度，每个浓度重复测定 3 次，以吸光度均值对钡含量（ μg ）绘制标准曲线。

14.4 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洗脱液。测得的样品吸光度减去空白对照吸光度，由标准曲线得钡的含量（ μg ）。

15 计算

15.1 按式（1）将采样体积换算成标准采样体积。

15.2 按式（3）计算空气中钡的浓度：

$$C = \frac{2m}{V_0} \dots\dots (3)$$

式中：C—空气中钡的浓度， mg/m^3 ；

m—测得洗脱液中钡的含量， μg ；

V_0 —标准采样体积，L。

15.3 时间加权平均容许浓度按GBZ 159规定计算。

16 说明

16.1 本法的检出限为0.1 $\mu\text{g/ml}$ ；最低检出浓度为0.013 mg/m^3 （以采集75L空气样品计）。测定范围为0.1~2 $\mu\text{g/ml}$ 。平均相对标准偏差为3.5%~3.8%。

16.2 本法的平均采样效率为100%；平均洗脱效率为96%。

16.3 当 Ba^{2+} 浓度为5 μg 时，40 μg Ca^{2+} 和 5 μg Pb^{2+} 可干扰测定。

16.4 本法只适用于空气中可溶性钡化合物的测定。