

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.5—2017

代替 GBZ/T 160.4—2004

工作场所空气有毒物质测定 第5部分：铋及其化合物

Determination of toxic substances in workplace air—

Part 5: Bismuth and its compounds

2017-11-09 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本部分为GBZ/T 300的第5部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替GBZ/T 160.4—2004《工作场所空气有毒物质测定 铋及其化合物》。

本部分与GBZ/T 160.4—2004相比，主要修改如下：

——增加了待测物的基本信息；

——改进了空气采样和标准系列浓度的表达；

——补充了样品空白要求和方法性能指标。

本部分中的主要起草单位和主要起草人：

——碲化铋的酸消解-原子荧光光谱法

主要起草单位：广东省深圳市宝安区疾病预防控制中心。

主要起草人：邹晓春。

——碲化铋的酸消解-火焰原子吸收光谱法

主要起草单位：云南省疾病预防控制中心。

主要起草人：代建云。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GBZ/T 160.4—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第5部分：铋及其化合物

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中碲化铋的酸消解-原子荧光光谱法和酸消解-火焰原子吸收光谱法。

本部分适用于工作场所空气中气溶胶态碲化铋浓度的检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件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文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

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的测定方法

3 铋及其化合物的基本信息

铋及其化合物的基本信息见表1。

表1 铋及其化合物的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	元素符号/ 分子式	相对原子质量/ 相对分子质量
铋 (Bismuth)	7440-69-9	Bi	208.98
碲化铋 (Bismuth telluride)	1304-82-1	Bi ₂ Te ₃	800.80

4 碲化铋的酸消解-原子荧光光谱法

4.1 原理

空气中气溶胶态碲化铋用微孔滤膜采集，酸消解后，在酸性溶液中，被还原生成的碲化氢在原子荧光光谱仪的原子化器中生成碲原子，吸收其特征光谱214.3 nm后，发射出原子荧光。测定碲的原子荧光强度，进行定量，再换算成碲化铋的浓度。

4.2 仪器

4.2.1 微孔滤膜，孔径 0.8 μm。

4.2.2 大采样夹，滤料直径为 37 mm 或 40 mm。

- 4.2.3 小采样夹，滤料直径为 25 mm。
- 4.2.4 空气采样器，流量范围 0 L/min~2 L/min 和 0 L/min~10 L/min。
- 4.2.5 烧杯，50 mL。
- 4.2.6 控温电热器。
- 4.2.7 具塞刻度试管，10 mL。
- 4.2.8 原子荧光光谱仪，具氢化物发生器和铈空心阴极灯。

4.3 试剂

- 4.3.1 实验用水为去离子水，酸为优级纯，试剂为分析纯。
- 4.3.2 消解液：1 体积高氯酸（ $\rho_{20}=1.67$ g/mL）与 9 体积硝酸（ $\rho_{20}=1.42$ g/mL）混合。
- 4.3.3 盐酸溶液，10%（体积分数）。
- 4.3.4 三氯化铁溶液，1 g/L。
- 4.3.5 硼氢化钠（或硼氢化钾）溶液：1.0 g 硼氢化钠（或硼氢化钾）和 0.5 g 氢氧化钠溶于水并稀释至 100 mL。
- 4.3.6 标准溶液：用盐酸溶液稀释国家认可的铈标准溶液成 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 铈标准应用液。

4.4 样品的采集、运输和保存

- 4.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。
- 4.4.2 短时间采样：在采样点，用装好微孔滤膜的大采样夹，以 5.0 L/min 流量采集 15 min 空气样品。
- 4.4.3 长时间采样：在采样点，用装好微孔滤膜的小采样夹，以 1.0 L/min 流量采集 2 h~8 h 空气样品。
- 4.4.4 采样后，打开采样夹，取出微孔滤膜，接尘面朝里对折两次，放入清洁的塑料袋或纸袋中，置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存 7 d。
- 4.4.5 样品空白：在采样点，打开装好微孔滤膜的采样夹，立即取出滤膜，放入清洁的塑料袋或纸袋中，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。

4.5 分析步骤

- 4.5.1 样品处理：将采过样的微孔滤膜放入烧杯中，加入 5 mL 消解液，盖上表面皿，在控温电热器上 190℃左右消解，至溶液基本挥干时为止。用盐酸溶液将残液定量转移入具塞刻度试管中，加 1 mL 三氯化铁溶液，再加盐酸溶液至 10.0 mL，摇匀。样品溶液供测定。
- 4.5.2 工作曲线的制备：取 5 支~8 支烧杯，各加入 1 张微孔滤膜，分别加入 0.0 mL~0.40 mL 铈标准应用液。然后，按样品处理操作，制成 10.0 mL 溶液，为 0.0 $\mu\text{g/mL}$ ~0.040 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围的铈工作系列。将原子荧光光谱仪和氢化物发生器调节至最佳测定状态，在 214.3 nm 波长下，分别测定工作系列各浓度的原子荧光强度。以测得的原子荧光强度对相应的铈浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）绘制工作曲线或计算回归方程，其相关系数应 ≥ 0.999 。
- 4.5.3 样品测定：用测定工作系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得的原子荧光强度值由工作曲线或回归方程得样品溶液中铈的浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）。若样品溶液中铈的浓度超过测定范围，用盐酸溶液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

4.6 计算

- 4.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。
- 4.6.2 按式（1）计算空气中铈化铈的浓度：

$$C = \frac{10C_0}{V_0} \times 2.09 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C ——空气中碲化铋的浓度，单位为毫克每立方米（ mg/m^3 ）；

10——样品溶液的体积，单位为毫升（ mL ）；

C_0 ——测得样品溶液中碲的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

2.09——由碲换算为碲化铋的系数；

V_0 ——标准采样体积，单位为升（ L ）。

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

4.7 说明

4.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的检出限为 $0.001 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量下限为 $0.0033 \mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量测定范围为 $0.0033 \mu\text{g}/\text{mL} \sim 0.04 \mu\text{g}/\text{mL}$ （按 Te 计）；以采集 75 L 空气样品计，最低检出浓度为 $0.0003 \text{ mg}/\text{m}^3$ ，最低定量浓度为 $0.0009 \text{ mg}/\text{m}^3$ （按 Bi_2Te_3 计）；平均相对标准偏差为 6.8% ，平均采样效率为 98.5% ，消解回收率为 $96.8\% \sim 102.3\%$ 。应测定每批样品的消解回收率。

4.7.2 本法测定的是碲，现场共存的碲化物可能干扰测定。样品溶液中可能共存的钙、钾、镁、铁等元素不干扰本法；砷和锑影响测定，在消解时加几滴氢溴酸，即可除去。

5 碲化铋的酸消解-火焰原子吸收光谱法

5.1 原理

空气中气溶胶态碲化铋用微孔滤膜采集，酸消解后，用乙炔-空气火焰原子吸收分光光度计，在 214.3 nm 波长下测定碲原子的吸光度，进行定量，再换算成碲化铋的浓度。

5.2 仪器

5.2.1 微孔滤膜，孔径 $0.8 \mu\text{m}$ 。

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 $0 \text{ L}/\text{min} \sim 2 \text{ L}/\text{min}$ 和 $0 \text{ L}/\text{min} \sim 10 \text{ L}/\text{min}$ 。

5.2.5 烧杯， 50 mL 。

5.2.6 控温电热器。

5.2.7 具塞刻度试管， 10 mL 。

5.2.8 原子吸收分光光度计，具乙炔-空气火焰燃烧器、背景校正装置和碲空心阴极灯。

5.3 试剂

5.3.1 实验用水为去离子水，用酸为优级纯。

5.3.2 消解液：1 体积高氯酸（ $\rho_{20} = 1.67 \text{ g}/\text{mL}$ ）与 9 体积 L 硝酸（ $\rho_{20} = 1.42 \text{ g}/\text{mL}$ ）混合。

5.3.3 盐酸溶液， 1% （体积分数）。

5.3.4 氢溴酸。

5.3.5 标准溶液：用盐酸溶液稀释国家认可的碲标准溶液成 $1.0 \mu\text{g}/\text{mL}$ 碲标准应用液。

5.4 样品的采集、运输和保存

- 5.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。
- 5.4.2 短时间采样：在采样点，用装好微孔滤膜的大采样夹，以 5.0 L/min 流量采集 15 min 空气样品。
- 5.4.3 长时间采样：在采样点，用装好微孔滤膜的小采样夹，以 1.0 L/min 流量采集 2 h~8 h 空气样品。
- 5.4.4 采样后，打开采样夹，取出微孔滤膜，接尘面朝里对折两次，放入清洁的塑料袋或纸袋中，置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可保存 7 d。
- 5.4.5 样品空白：在采样点，打开装好微孔滤膜的采样夹，立即取出滤膜，放入清洁的塑料袋或纸袋中，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。

5.5 分析步骤

- 5.5.1 样品处理：将采过样的微孔滤膜放入烧杯中，加入 3 mL 消解液，盖上表面皿，在控温电热器上 190℃ 左右消解；滤膜完全消解后，加 5 滴氢溴酸，继续消解至溶液透明为止。用水定量转移消解溶液入具塞刻度试管中，并稀释至 10.0 mL。样品溶液供测定。
- 5.5.2 工作曲线的制备：取 5 支~8 支烧杯，各加入 1 张微孔滤膜，分别加入 0.0 mL~10.0 mL 碲标准应用液。然后，按样品处理操作，制成 10.0 mL 溶液，为 0.0 μg/mL~1.0 μg/mL 浓度范围的碲工作系列。将原子吸收分光光度计调节至最佳测定状态，使用背景校正，在 214.3 nm 波长下，用乙炔-空气火焰分别测定工作系列各浓度的吸光度。以测得的吸光度对相应的碲浓度（μg/mL）绘制工作曲线或计算回归方程，其相关系数应 ≥ 0.999。
- 5.5.3 样品测定：用测定工作系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得的吸光度值由工作曲线或回归方程得样品溶液中碲的浓度（μg/mL）。若样品溶液中碲的浓度超过测定范围，用水稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

5.6 计算

- 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 按式（2）计算空气中碲化铋的浓度：

$$C = \frac{10C_0}{V_0D} \times 2.09 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- C ——空气中碲化铋的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m³）；
- 10 ——样品溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- C_0 ——测得样品溶液中碲的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（μg/mL）；
- 2.09 ——由碲换算为碲化铋的系数；
- V_0 ——标准采样体积，单位为升（L）；
- D ——消解回收率，%。

- 5.6.3 空气中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。本法的检出限为 0.01 μg/mL，定量下限为 0.033 μg/mL（按 Te 计），定量测定范围为 0.033 μg/mL~1.0 μg/mL；以采集 75 L 空气样品计，最低检出浓度为 0.003 mg/m³，最低定量浓度为 0.009 mg/m³（按 Bi₂Te₃ 计）；平均相对标准偏差为 6.8%，平均采样效率 98.5%，消解回收率为 78%~96%。每批微孔滤膜应测定消解回收率。
- 5.7.2 本法测定的是碲，现场共存的碲化物可能干扰本法。

5.7.3 样品溶液中如有白色沉淀，可离心后，测定上清液。
