GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.27 - 2004

工作场所空气有毒物质测定 硼及其化合物

Methods for determination of boron 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硼及其化合物 [包括三氟化硼 (Boron trifluoride) 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: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: 徐伯洪和常文静。

工作场所空气有毒物质测定 硼及其化合物

1 范围

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

3 三氟化硼的苯羟乙酸分光光度法

3.1 原理

空气中三氟化硼用氢氧化钠溶液采集,分解生成的硼酸与苯羟乙酸及孔雀绿反应生成络合物,用苯提取,在633nm 波长下测量吸光度,进行定量。

3.2 仪器

- 3.2.1 多孔玻板吸收管。
- 3.2.2 装有过氯乙烯滤膜或玻璃纤维滤纸的小型塑料采样夹。
- 3.2.3 空气采样器,流量0~3L/min。
- 3.2.4 具塞比色管, 25ml, 最好用无硼玻璃制造。
- 3.2.5 分光光度计。

3.3 试剂

实验用水为去离子水。

- 3.3.1 盐酸, ρ₂₀=1.18g/ml。
- 3.3.2 吸收液, 称取4g 氢氧化钠, 溶于水, 稀释至500ml。
- 3.3.3 盐酸溶液, 0.17mol/L: 量取2ml 盐酸, 用水稀释至120ml。
- 3.3.4 苯羟乙酸溶液, 15.2g/L。
- 3.3.5 孔雀绿溶液, 0.927g/L。
- 3.3.6 苯。
- 3.3.7 标准溶液: 准确称取0.2860g 硼酸,溶于水中,定量转移入500ml 容量瓶中,稀释至刻度。此溶液为0.10mg/ml 硼标准贮备液。储存在塑料瓶中。临用前,用水稀释成5.0μg/ml 硼标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

3.4 样品的采集、运输和保存

现场采样按照GBZ 159执行。

在采样点,将装有过氯乙烯滤膜或玻璃纤维滤纸的小型塑料采样夹(放在前)和装有10.0ml 吸收液的多孔玻板吸收管串联,以1.0L/min 流量采集15min 空气样品。

采样后,将滤膜的接尘面朝里对折2次,放入清洁容器内运输和保存;封闭吸收管的进出气口,置清洁的容器内运输和保存。最好将采样后的吸收液样品倒入无硼玻璃具塞比色管内运输和保存,至少可保存3d。

3.5 分析步骤

- 3.5.1 对照试验:将装好过氯乙烯滤膜或玻璃纤维滤纸的采样夹带至采样点,除不连接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。
- 3.5.2 样品处理: 取1.0ml 样品溶液置于具塞比色管中,加1.0ml 盐酸溶液,摇匀,供测定。
- 3.5.3 硼标准曲线的绘制:在6只具塞比色管中,分别加入0.00、0.050、0.10、0.20、0.30、0.40ml 标准溶液,各加水至1.0ml,配成0.0、0.25、0.50、1.00、1.50、2.00 μ g 硼标准系列。向各标准管中加入1.5ml 苯羟乙酸溶液和0.23ml 吸收液,加水至4ml,调pH至3,摇匀;加入1.5ml 孔雀绿溶液,摇匀;用4.0ml 苯提取8min;取苯层于633nm 波长下测量吸光度,以吸光度均值对硼含量(μ g)绘制标准曲线。
- 3.5.4 样品测定:按测定标准系列的操作测定样品和空白对照的吸光度。由测得的样品吸光度值减去空白对照吸光度值,由标准曲线得硼的含量(µg)。

3.6 计算

3.6.1 按式(1)将采样体积换算成标准采样体积:

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

式中: Vo 一 标准采样体积, L;

V 一 采样体积, L;

t — 采样点的温度, ℂ;

P 一 采样点的大气压, kPa。

3.6.2 按式(2)计算空气中三氟化硼的浓度:

$$C = -----\times 5.83 \cdots (2)$$

式中: C-空气中三氟化硼的浓度, mg/ m³;

m-测得样品溶液中硼的含量, μg;

Vo 一标准采样体积, L;

5.83 - 由硼换算成三氟化硼的系数。

3.7 说明

- 3.7.1 本法的检出限为 $0.25 \,\mu$ g/ml;最低检出浓度为 $0.17 \,\text{mg/m}^3$ (以采集15 L空气样品计);测定范围为 $0.25 \,\sim 2.0 \,\mu$ g/ml。相对标准偏差为 $2.6\% \,\sim 9.4\%$ 。
- 3.7.2 本法的平均采样效率为96.8%。在吸收管前串联滤料采样夹是为了过滤去空气中存在的含硼粉尘,以消除干扰;可以重复使用。
- 3.7.3 反应溶液的pH必须控制在2.8~3.8之间。提取后应在20min内完成测量吸光度。