

工作场所空气有毒物质测定镍及其化合物GBZ/T160.16-2004

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镍及其化合物[包括金属镍(Nickel)、氧化镍(Nickel oxide)和硝酸镍(Nickel nitride)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 16103—1995、GB/T 17087—1997。

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:四川省疾病预防控制中心、安徽省职业病防治研究所。

本标准主要起草人:林葆华和陈绯。

GBZ/T 161.16—2004

工作场所空气中 镍及其化合物的测定方法

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中镍及其化合物浓度的方法。

本标准适用于工作场所空气中镍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

火焰原子吸收光谱法

3 原理

空气中气溶胶态的镍及其化合物用微孔滤膜采集,消解后,在232.0nm波长下,用乙炔-空气火焰原子吸收光谱法测定。

4 仪器

- 4.1 微孔滤膜,孔径 $0.8\mu\text{m}$ 。
- 4.2 采样夹,滤料直径为40mm。
- 4.3 小型塑料采样夹,滤料直径为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 具塞刻度试管，10ml。
4.8 原子吸收分光光度计，配备乙炔 - 空气火焰燃烧器和镍空心阴极灯。

5 试剂

实验用水为去离子水，用酸为优级纯。

- 5.1 硝酸， $\rho_{20}=1.42\text{g/ml}$ 。
5.2 高氯酸， $\rho_{20}=1.67\text{g/ml}$ 。
5.3 消化液：取 100ml 高氯酸，加入 900ml 硝酸中。
5.4 硝酸溶液，0.16mol/L：10ml 硝酸加到 990ml 水中。
5.5 标准溶液：称取 0.1000g 金属镍粉（光谱纯），加入少量硝酸，加热溶解并蒸发至近干，用硝酸溶液定量转移入 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，用硝酸溶液稀释成 10.0 $\mu\text{g/ml}$ 镍标准溶液。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采样对象的前胸上部，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，置于电热板上缓缓加热消解，保持温度在 200℃左右。至溶液基本挥干时为止。若消解不完全，可再加少量消化液继续消解至完全。用硝酸溶液溶解残液，并定量转移入具塞刻度试管中，加至 10.0ml，摇匀，供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围，可用硝酸溶液稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。
7.3 标准曲线的绘制：取 6 只具塞刻度试管，分别加入 0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0ml 镍标准溶液，各加硝酸溶液至 10.0ml，配成 0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 $\mu\text{g/ml}$ 镍标准系列。将原子吸收分光光度计调节至最佳操作条件，在 232.0nm 波长下，用乙炔 - 空气火焰分别测定标准系列，每个浓度重复测定 3 次，以吸光度均值对镍浓度 ($\mu\text{g/ml}$) 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溶液；测得的样品吸光度值减去空白对照吸光度值后，由标准曲线得镍浓度 ($\mu\text{g/ml}$)。

8 计算

- 8.1 按式 (1) 将采样体积换算成标准采样体积：

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

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) 计算空气中镍的浓度：

$$C = \frac{10c}{V_0} \quad \dots\dots (2)$$

式中： C — 空气中镍的浓度， mg/m^3 ；

10 — 样品溶液的体积，ml；

c — 测得样品溶液中镍的浓度, $\mu\text{g/ml}$;

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 $0.1\mu\text{g/ml}$; 最低检出浓度为 0.013mg/m^3 (以采集 75L 空气样品计)。测定范围为 $0.1\sim 5.0\mu\text{g/ml}$; 平均相对标准偏差为 2.6%。

9.2 本法的平均采样效率 >99%。

9.3 样品中含有 $100\mu\text{g/ml}$ 铝、钙、镉、镍、铬、铁、锰、铅、锡不干扰测定。样品溶液中如有白色沉淀, 可离心或放置过夜后取上清液测定。

9.4 本法可采用微波消解法。