

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.43—2017

代替 GBZ/T 160.29—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 43 部分：叠氮酸和叠氮化钠

Determination of toxic substances in workplace air—

Part 43: Hydrazoic acid and sodium azide

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43部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分由GBZ/T 160.29—2004《工作场所空气有毒物质测定 无机含氮化合物》中分出，单独成为本部分，并做了如下主要修改：

- 修改了标准名称；
- 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：

- 叠氮酸和叠氮化钠的三氯化铁分光光度法

主要起草单位：中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所。

主要起草人：曾昭慧。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 16187—1996 附录A；
- GBZ/T 160.29—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第43部分：叠氮酸和叠氮化钠

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中叠氮酸和叠氮化钠的三氯化铁分光光度法。本部分适用于工作场所空气中叠氮酸和叠氮化钠浓度的检测。

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 叠氮酸和叠氮化钠的基本信息

叠氮酸和叠氮化钠的基本信息见表1。

表1 叠氮酸和叠氮化钠的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
叠氮酸 (Hydrazoic acid)	7782-79-8	HN ₃	43.04
叠氮化钠 (Sodium azide)	26628-22-8	NaN ₃	65.02

4 叠氮酸和叠氮化钠的三氯化铁分光光度法

4.1 原理

空气中的叠氮酸或叠氮化钠，以蒸气态和雾态存在时用装有氢氧化钾溶液的多孔玻板吸收管采集，以气溶胶态存在时用微孔滤膜采集、氢氧化钾溶液洗脱，N₃⁻与三价铁反应生成红色络合物，用分光光度计在454 nm 波长下测量吸光度，进行定量。

4.2 仪器

4.2.1 多孔玻板吸收管。

4.2.2 微孔滤膜，孔径 0.8 μm。

4.2.3 大采样夹，滤料直径为 37 mm 或 40 mm。

- 4.2.4 空气采样器, 流量范围为 0 L/min~2 L/min、0 L/min~10 L/min。
- 4.2.5 具塞比色管, 10 mL。
- 4.2.6 分光光度计, 具 1 cm 比色皿。

4.3 试剂

- 4.3.1 实验用水为蒸馏水, 试剂为分析纯。
- 4.3.2 吸收液 (0.04 g/L 氢氧化钾溶液)。
- 4.3.3 氨基磺酸铵溶液, 50 g/L: 5 g 氨基磺酸铵溶于吸收液液中, 稀释至 100 mL。
- 4.3.4 盐酸溶液, 0.1 mol/L。
- 4.3.5 三氯化铁溶液, 50 g/L: 5g 三氯化铁 ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 溶于 25 mL 盐酸溶液中, 用水稀释至 100 mL。
- 4.3.6 标准溶液: 准确称取 0.1548 g 叠氮化钠, 溶于吸收液中, 定量转移入 100 mL 容量瓶中, 并稀释至刻度, 为 1.0 mg/mL N_3^- 标准贮备液。临用前, 用吸收液稀释成 100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ N_3^- 标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

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 蒸气态和雾态叠氮酸的采集: 在采样点, 用装有 10.0 mL 吸收液的多孔玻板吸收管, 以 1.0 L/min 流量采集 ≤ 20 min 空气样品。采样后, 立即封闭吸收管的进出气口, 置清洁的容器内运输和保存。样品当天测定。
- 4.4.3 气溶胶态叠氮酸或叠氮化钠的采集: 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。采样后, 打开采样夹, 取出滤膜, 接尘面朝里对折, 放入具塞比色管中, 置清洁的容器内运输和保存。样品当天测定。
- 4.4.4 样品空白: 在采样点, 打开装有 10.0 mL 吸收液的多孔玻板吸收管, 并立即封闭。或打开装有微孔滤膜的大采样夹, 立即取出滤膜, 放入具塞比色管中。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:

- 4.5.1.1 吸收管样品: 用吸收管中的样品溶液洗涤进气管内壁 3 次, 将样品溶液转移入具塞比色管中, 取出 5.0 mL 于另一具塞比色管中, 供测定。
- 4.5.1.2 滤膜样品: 向装有微孔滤膜的具塞比色管中加入 10.0 mL 吸收液, 于 60°C 水浴中洗脱 20 min。取出冷却; 摇匀后, 取 5.0 mL 样品溶液于另一具塞比色管中, 供测定。

4.5.2 标准曲线的制备: 取 5 支~8 支具塞比色管, 分别加入 0.0 mL~1.20 mL N_3^- 标准溶液, 各加吸收液至 5.0 mL, 配成 0.0 μg ~120.0 μg 含量范围的 N_3^- 标准系列。向各标准管加入 0.5 mL 氨基磺酸铵溶液, 摇匀; 加 0.5 mL 三氯化铁溶液, 摇匀; 用分光光度计在 454 nm 波长下, 分别测定标准系列各浓度的吸光度。以测得的吸光度对相应的 N_3^- 含量 (μg) 绘制标准曲线或计算回归方程, 其相关系数应 ≥ 0.999 。

4.5.3 样品测定: 用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液, 测得的吸光度值由标准曲线或回归方程得样品溶液中 N_3^- 的含量 (μg)。若样品溶液中 N_3^- 浓度超过测定范围, 用吸收液稀释后测定, 计算时乘以稀释倍数。

4.6 计算

- 4.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将空气采样体积换算成标准采样体积。

4.6.2 按式(1)计算空气中叠氮酸和叠氮化钠的浓度:

$$C = \frac{2M}{V_0} \times K \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C ——空气中叠氮酸或叠氮化钠的浓度,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

M ——测得的样品溶液中 N_3^- 的含量(减去样品空白),单位为微克(μg);

V_0 ——标准采样体积,单位为升(L);

K ——由 N_3^- 换算成叠氮酸和叠氮化钠的系数,分别为1.024和1.548。

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。本法的定量下限、定量测定范围、最低定量浓度(以采集 20 L 空气样品计)、相对标准偏差,平均采样效率等方法性能指标见表 2。

表2 方法的性能指标

性能指标	化学物质	
	叠氮酸	叠氮化钠
定量下限/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	0.4	0.6
定量测定范围/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	0.4~12	0.6~12
最低定量浓度/ (mg/m^3)	0.2	0.3
相对标准偏差/%	2.3~6.5	
平均采样效率/%	98.4	

4.7.2 二氧化氮可使溶液褪色,加入氨基磺酸铵可消除 1 mg 二氧化氮的干扰。