

C 52

GBZ

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 160.20—2004

**工作场所空气有毒物质测定
钽及其化合物**

Methods for determination of tantalum 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

GBZ/T 160.20—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钽及其化合物 [包括五氧化二钽 (Ditantalium pentaoxide) 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:湖南省劳动卫生职业病防治所。

本标准主要起草人:陈裕旭。

工作场所空气有毒物质测定

钽及其化合物

1 范围

本标准规定了监测工作场所空气中钽及其化合物浓度的方法。

本标准适用于工作场所空气中钽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

碘绿分光光度法

3 原理

空气中的钽及其化合物用微孔滤膜采集，灰化后，在酸性溶液中，钽离子与氟离子络合，再与碘绿生成紫蓝色络合物，用苯提取，比色定量。

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 铂坩埚。
- 4.6 酒精喷灯。
- 4.7 具塞比色管，25ml。
- 4.8 分光光度计。

5 试剂

实验用水为去离子水。

- 5.1 焦硫酸钾。
- 5.2 柠檬酸溶液A，100g/L。
- 5.3 柠檬酸溶液B，50g/L。
- 5.4 硫酸溶液A， $\text{C}(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{mol}/\text{L}$ ，26.6ml 硫酸慢慢加入水中，定容至1000ml。
- 5.5 硫酸溶液B， $\text{C}(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.25\text{mol}/\text{L}$ ，13.3ml 硫酸慢慢加入到水中，定容至1000ml。
- 5.6 氟化钠溶液，42g/L，用塑料瓶装。
- 5.7 碘绿溶液，5.0g/L。
- 5.8 苯，优级纯。
- 5.9 标准溶液：称取0.1221g 五氧化二钽(99.99%)，于铂坩埚中，加3g 焦硫酸钾，在酒精喷灯上熔融到透明。冷却后，加入10ml 柠檬酸溶液B，加热溶解凝块，用硫酸溶液B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 $10.0\mu\text{g}/\text{ml}$ 钽标准溶液。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：职责采样点，将装好微孔滤膜的采样夹，以 $5\text{L}/\text{min}$ 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，放入清洁塑料袋或纸袋内，置于清洁的容器内运输和保存。样品在室温下可长时间保存。

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铂坩埚中，加1.5g 焦硫酸钾，在酒精喷灯上熔融到透明。冷却后，加入10ml 柠檬酸溶液B，加热溶解凝块，用水定量转移入100ml 容量瓶中，并稀释至刻度。摇匀，取4.0ml 于具塞比色管中，供测定。若样品液中待测物的浓度超过测定范围，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：在6只具塞比色管中，分别加入0.00、0.10、0.30、0.50、1.00、2.00ml 钼标准溶液，各加水至4.0ml，配成0.0、1.0、3.0、5.0、10.0、20.0 μg 钼标准系列。向各标准管依次加入1ml 柠檬酸溶液A、硫酸溶液A和氟化钠溶液，摇匀。静置3~5min，加入3ml 碘绿溶液，摇匀；加入5.0ml 苯，塞紧比色管，振摇1min，静置分层后，取苯层于600nm 波长下测量吸光度。每个浓度重复测定3次。在20min内测量完毕。以测得的吸光度对钼含量(μg)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的溶液，测得的样品吸光度值减去空白对照的吸光度值后，由标准曲线得钼的含量(μg)。

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 按公式(2)计算空气中钼的浓度：

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

式中： C — 空气中钼的浓度，乘以2.442为二氧化钼的浓度， mg/m^3 ；

m — 测得样品溶液中钼的含量， μg ；

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0.11 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ，最低检出浓度为0.15 mg/m^3 （以采集75L空气样品计）。测定范围为0.11~5 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ，相对标准偏差为2.8%~6.8%。

9.2 本法的平均采样效率为98.2%，平均消解回收率为100.1%。样品熔融至透明即可，否则，凝块很难溶解，影响测定结果。

9.3 测量吸光度时，倒入比色杯后应尽快测量，否则吸光度会缓慢下降。用丙酮浸泡比色杯可提高测定的稳定性。

9.4 20mg钴，10mg钙，1mg铬，0.5mg铜、镍、锰，0.1mg汞、镉、铁，0.02mg硒，不干扰测定。